

# Colonne di distillazione continue e batch

## Monitoraggio e controllo

di Massimiliano Barolo, Antonio Trotta e Eliana Zamprognà

La distillazione è la più importante operazione di separazione nell'industria chimica e, al contempo, una tra le più costose dal punto di vista dei consumi energetici. Un monitoraggio e un controllo accurati della composizione dei prodotti possono essere la chiave per ridurre i consumi energetici, migliorare la qualità dei prodotti e massimizzare la produzione. Alcune tecniche per ottenere questi obiettivi nella distillazione continua e batch vengono presentate in questo articolo.

La distillazione è l'operazione di separazione più diffusa nell'industria chimica e di processo. A titolo d'esempio, si pensi che il 90-95% delle separazioni industriali effettuate negli Stati Uniti è a carico di colonne di distillazione continue; l'energia consumata giornalmente per queste separazioni è equivalente a quella fornita da 1,2 milioni di barili di petrolio. A fronte di consumi energetici così rilevanti, ben si comprende come, in una colonna continua, rilevanti vantaggi economici possano essere ottenuti migliorando il controllo della purezza dei prodotti. Se i regolatori di composizione sono lasciati in manuale, per non far allontanare troppo la composizione dei prodotti dalle specifiche un operatore tenderà inevitabilmente ad aumentare il rapporto di riflusso (e/o il duty al bollitore), col risultato di ottenere una purezza superiore al necessario, a spese di un eccessivo consumo d'energia. Se, invece, la purezza di entrambi i prodotti è controllata con un sistema automatico di regolazione, si può evitare la sovrappurificazione, riducendo gli sprechi di energia.

Un controllo accurato della purezza di entrambi i prodotti può comportare anche altri vantaggi: minor variabilità nella qualità dei prodotti, minor produzione di prodotti fuori specifica, maggiori volumi di produzione quando la colonna è il collo di bottiglia del processo, maggior produzione di un prodotto attraverso un aumento del livello medio di impurezze presenti nel prodotto stesso. D'altro canto, è pure noto che controllare simultaneamente la purezza di distillato e residuo non è cosa

M. Barolo, A. Trotta, E. Zamprognà, Dipic - Dipartimento di Principi e Impianti di Ingegneria Chimica "I. Sorgato", Università di Padova - max.barolo@unipd.it.

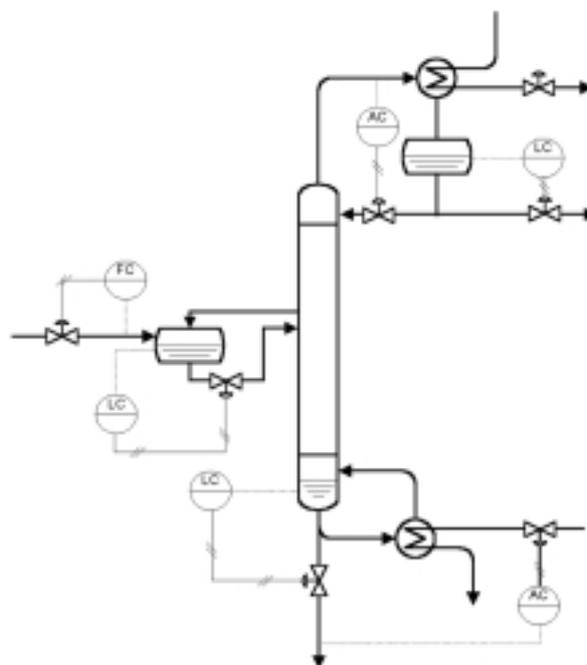


Figura 1 - Schema della configurazione MVCC (Middle-vessel continuous column) proposta

semplice, a causa delle inevitabili interferenze esistenti tra le azioni dei regolatori di composizione.

Un modo per contrastare questo problema consiste nel desintonizzare i regolatori (convenzionali); così facendo, si ha il vantaggio di diminuire l'entità dell'interferenza, conservando anche la struttura "semplice" dei regolatori ad azione proporzionale-integrale-derivativa (PID); tuttavia, si perde in prontezza di risposta ed efficacia d'azione dei regolatori. In alternativa, si può ricorrere all'impiego di regolatori avanzati (ad esempio, quelli predittivi), i quali hanno prestazioni di solito molto buone, ma sono più difficili da installare e vengono accettati con riluttanza da parte degli operatori.

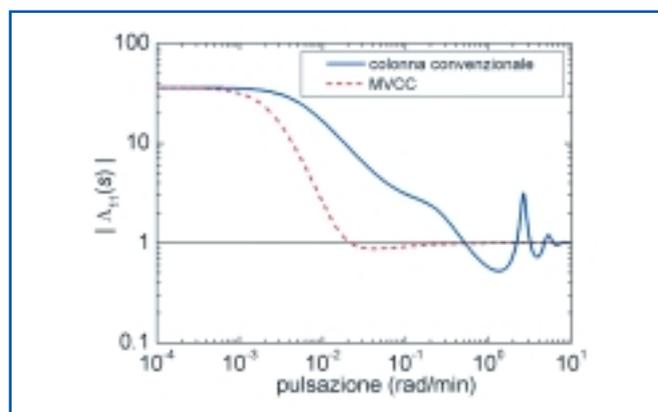


Figura 2 - Elemento diagonale della matrice RGA (Relative gain array), in funzione della pulsazione, per una colonna convenzionale e per una colonna MVCC

Mentre nella grande industria chimica e petrolchimica è prevalente l'esercizio in continuo, le separazioni condotte nelle industrie della chimica fine, farmaceutica, alimentare, biotecnologica sono spesso di tipo discontinuo (batch). Benché un impianto discontinuo consumi mediamente più energia di un impianto continuo, l'aspetto energetico per le colonne batch è meno rilevante che nel caso continuo, in quanto l'elevato valore aggiunto del prodotto è normalmente in grado di compensare gli oneri energetici. Più che il consumo energetico, dunque, nelle colonne discontinue altri fattori concorrono a rendere problematico l'esercizio; si pensi, ad esempio, alla non stazionarietà dell'operazione, o alla difficoltà (talora impossibilità) di misurare in linea e in continuo la composizione del prodotto, oppure ancora alla necessità di ottimizzare in linea l'esercizio. Uno studio (co-finanziato dal Murst) condotto recentemente presso il Dipartimento di Principi e Impianti di Ingegneria Chimica dell'Università di Padova, ha considerato alcune delle problematiche sopra accennate, per colonne continue e batch, proponendo soluzioni che vengono illustrate nei paragrafi che seguono.

## Controllo di colonne continue: interazioni tra progettazione e controllabilità

È noto che il controllo della purezza di entrambi i prodotti (dual composition control) nelle colonne distillazione continue è difficile, a causa delle interazioni esistenti tra gli anelli di regolazione e dell'intrinseca non linearità statica e dinamica del processo [4]. La maggior parte dei contributi della ricerca in quest'area ha riguardato aspetti quali la scelta del migliore accoppiamento tra variabili controllate e variabili manipolate, lo sviluppo di regolatori avanzati lineari e non lineari, e lo sviluppo di procedure per la sintonizzazione di regolatori convenzionali e avanzati. Nello studio che si è condotto, invece, non è stato analizzato in dettaglio alcuno di questi argomenti. Piuttosto, si è affrontato il problema del controllo da un punto di vista diverso, ossia si è voluto mostrare come una modifica nel layout di un impianto di distillazione possa risultare assai vantaggiosa dal punto di vista del controllo, specie quando vengono impiegati "semplici" regolatori ad azione PI per controllare l'operazione. La modifica d'impianto alla quale si è fatto riferimento prevede di installare un serbatoio mediano al quale convogliare la corrente di alimentazione (liquida) alla colonna e tutto il liquido proveniente dal tronco di arricchimento; l'effettiva alimentazione alla colonna viene determinata dal regolatore di livello del serbatoio (Figura 1). Tale colonna viene contrassegnata con l'acronimo MVCC (Middle-vessel continuous column). Si è dimostrato come l'effetto principale del serbatoio intermedio sia di disaccoppiare "idraulicamente", in regime dinamico, il tronco di arricchimento della colonna da quello di esaurimento. Ciò può essere osservato nella Figura 2, ove si riporta il valore assoluto  $|\Lambda_{11}(s)|$  dell'elemento diagonale della matrice di Bristol (RGA, Relative gain array), al variare della pulsazione (la matrice, di dimensione 2x2, fa riferimento all'interferenza tra i regolatori di composizione): si nota che l'introduzione del serbatoio mediano determina un appiattimento, attorno al valore unitario, della curva che rappresenta  $|\Lambda_{11}(s)|$ , segnalando che, in un ampio intervallo di frequenze, si perviene a un annullamento delle interferenze tra i regolatori di composizione.

Un ulteriore aspetto interessante riguarda l'effetto dello hold-up del serbatoio: è stato dimostrato come, entro ampi limiti, la

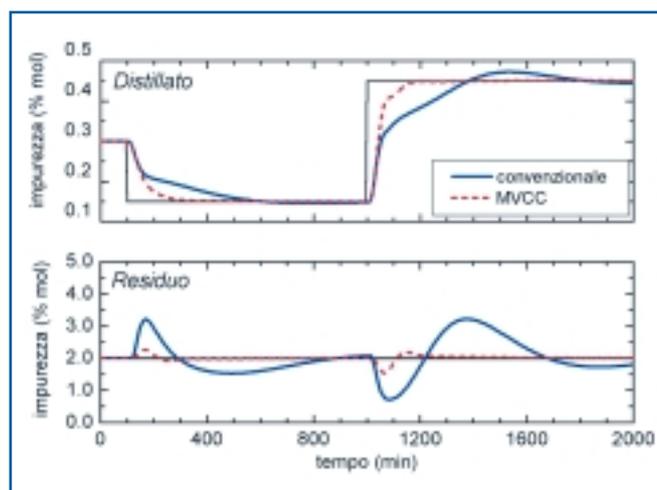


Figura 3 - Superfrazionatore propilene/propano: confronto tra le prestazioni di regolatori PI in una colonna convenzionale e in una colonna MVCC in un problema di asservimento

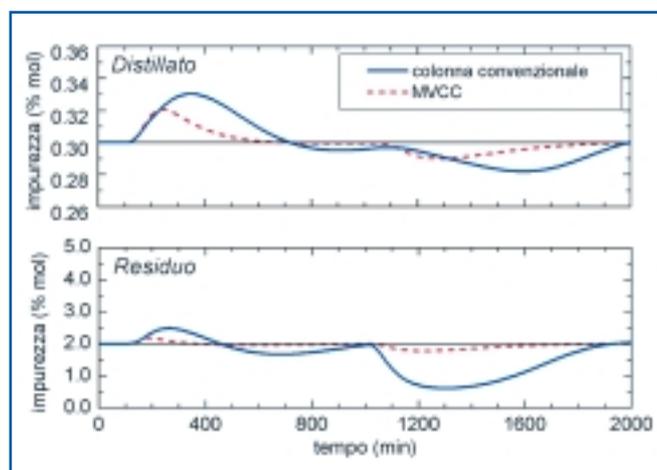


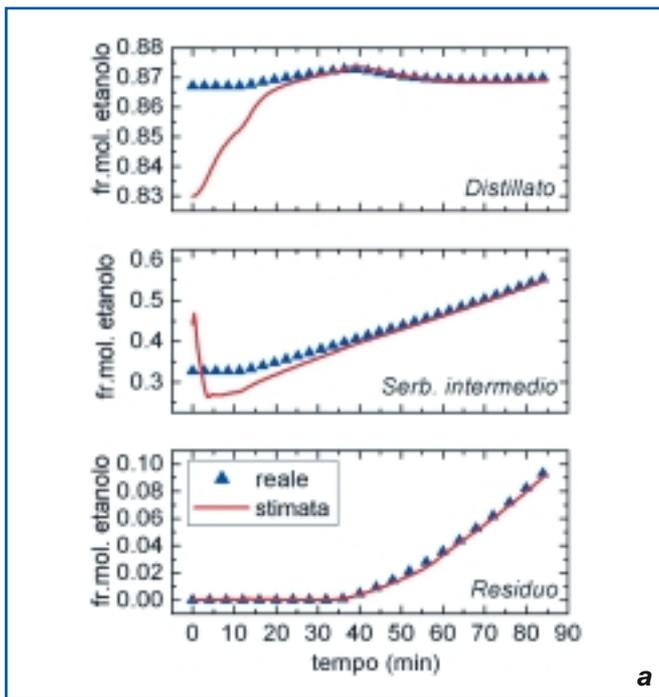
Figura 4 - Superfrazionatore propilene/propano: confronto tra le prestazioni di regolatori PI in una colonna convenzionale e in una colonna MVCC in un problema di regolazione

quantità di liquido trattenuta all'interno del serbatoio non influisce sulle prestazioni del sistema di regolazione. Un effetto molto più marcato ha invece la sintonizzazione del regolatore di livello del serbatoio.

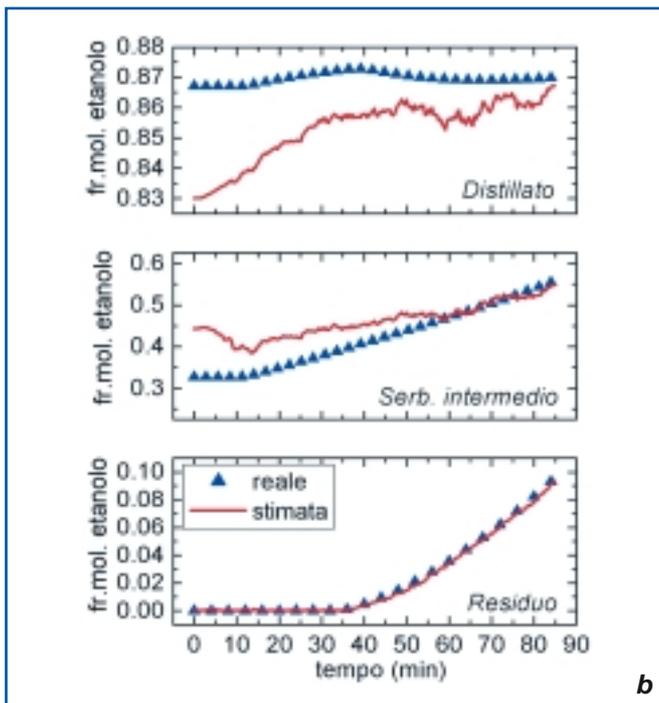
Allo scopo di verificare le prestazioni di controllo del sistema MVCC, sono stati presi in esame i modelli di alcune colonne di distillazione proposte nella letteratura scientifica come casi di studio che illustrano le peculiari difficoltà associate al controllo simultaneo delle composizioni del distillato e del residuo. In ciascuno di questi casi, oltre alla colonna in configurazione convenzionale, è stata considerata una modifica della configurazione secondo lo schema MVCC.

A titolo d'esempio, sono riportati in Figura 3 i risultati relativi al controllo di un superfrazionatore per la separazione propilene/propano; il modello impiegato simula il comportamento dinamico di un impianto industriale realmente esistente.

Ai regolatori è stato chiesto di variare il tenore di impurezza (propano) presente nel prodotto di testa, secondo due gradini sequenziali. Sono evidenti i miglioramenti ottenibili impiegando una colonna di tipo MVCC: oltre a ridurre notevolmente le perdite di propilene dal fondo colonna, i tempi necessari alla



a



b

Figura 5 - Stime di composizione in una colonna discontinua: confronto tra le prestazioni del filtro di Kalman esteso e quelle del modello semplificato nel caso di misure di temperatura (a) con basso livello di rumore, e (b) con alto livello di rumore

messa in specifica del prodotto di testa sono significativamente ridotti rispetto a quelli ottenuti con la configurazione convenzionale. Si tenga presente che in entrambi i casi i regolatori impiegati sono di tipo convenzionale ad azione PI. In Figura 4 sono invece riportate le risposte a un problema di regolazione nel quale si è richiesto al sistema di controllo di compensare dapprima un aumento a rampa della pressione di esercizio (la rampa inizia al minuto 100 e termina al minuto

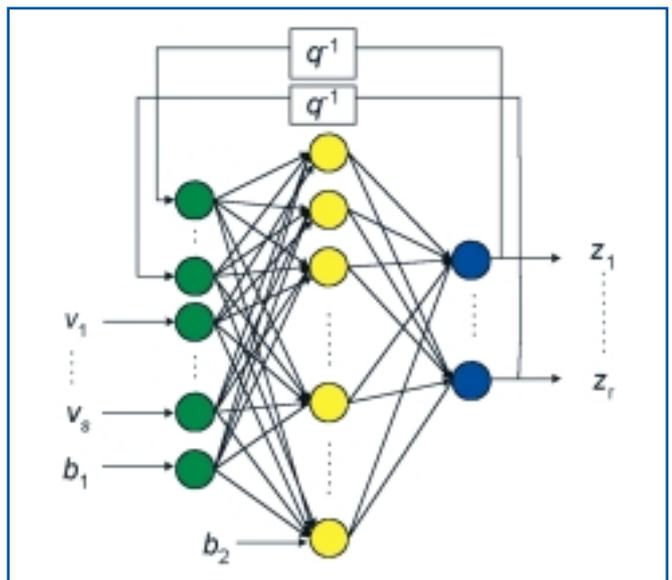


Figura 6 - Architettura ricorrente per una rete neurale artificiale

160), e successivamente una riduzione a gradino del tenore in propilene nell'alimentazione (il gradino è applicato al minuto 1.000). In entrambi i casi si osserva che le prestazioni del sistema MVCC sono nettamente superiori a quelle della colonna convenzionale.

## Monitoraggio, controllo e ottimizzazione di colonne batch

### Sviluppo di stimatori di composizione

In molti casi, per esercire al meglio una colonna di distillazione discontinua è opportuno conoscere la composizione del taglio estratto (o di quello che rimane in caldaia) a un dato istante di tempo. È noto però che non sempre è possibile ottenere in linea l'analisi di campioni del prodotto.

Lo strumento principe per l'analisi in linea di composizione è il cromatografo di processo, che ha ormai raggiunto elevati gradi di affidabilità; esso è tuttavia uno strumento dagli elevati costi di installazione e di manutenzione, e presenta sensibili ritardi nella misura in risposta, dovuti sia al prelievo temporizzato dei campioni, sia al tempo morto determinato dal trasporto del campione e dall'analisi in se stessa. Se le misure di composizione provenienti dal cromatografo di processo vengono comunque impiegate come segnale retroazionato al sistema di monitoraggio e di regolazione automatica, il ritardo nella risposta dello strumento può di fatto tradursi in fuori-specifica anche prolungati nel tempo, o magari anche in destabilizzazione degli anelli di regolazione.

Un'alternativa all'impiego di strumenti hardware di misura è impiegare una tecnica nota come stima inferenziale. Secondo questo approccio, le composizioni di interesse possono essere stimate in linea, impiegando un modello del processo in esame assieme ad altre misure di processo, la cui determinazione in linea sia più facile, meno costosa e priva di ritardi (tipicamente, si considerano misure di temperatura e di portata). Benché l'approccio inferenziale sia impiegato piuttosto frequentemente nel caso delle distillazioni continue, la stima di composizione in colonne discontinue è un problema di più difficile soluzione. I motivi sono molteplici: innanzitutto, la modellazione di una colonna discontinua è di per sé difficile; in-

fatti, per effetto della natura di “integratore” del sistema, ogni errore parametrico e strutturale del modello viene integrato nel tempo, col risultato che le previsioni di composizione possono progressivamente degradarsi.

In secondo luogo, la distillazione batch è un’operazione intrinsecamente non stazionaria, per cui non è possibile inizializzare correttamente i profili di composizione e di portata in un modello che descriva l’operazione. Inoltre, le non linearità, tipiche del funzionamento statico e dinamico delle colonne continue, tendono a essere esaltate in una colonna batch, visto che essa opera nell’intero spazio delle composizioni, e non soltanto attorno allo stazionario di riferimento. Infine, poiché il profilo di temperatura in colonna si “muove” continuamente, non è facile individuare dei piatti che risultino “sensibili” al movimento del profilo di temperatura (cioè di composizione) per tutta la durata di un batch.

Nella ricerca condotta, il problema della stima di composizione in colonne discontinue è stato affrontato con riferimento a una colonna dalla configurazione non convenzionale, caratterizzata dalla presenza di un serbatoio intermedio al quale ricicla continuamente la corrente liquida prelevata da un piatto mediano e nel quale viene caricata inizialmente l’alimentazione. La configurazione è dunque simile a quella vista in Figura 1, ma il vantaggio derivante dall’impiego di tale configurazione (MVBC, Middle-vessel batch column) nel caso discontinuo è dovuto a fattori diversi da quelli visti nel caso continuo. Per brevità, non se ne fa menzione in questo articolo. Una possibile applicazione di questo tipo di colonna riguarda la separazione semi-continua di una miscela ternaria: in una colonna batch con serbatoio mediano possono essere ottenuti in continuo i prodotti bassobollente (dalla testa) e altobollente (dalla coda), e in discontinuo (nel serbatoio intermedio) il prodotto a volatilità relativa intermedia.

A titolo d’esempio, si è considerata una separazione binaria (etanolo/acqua), con l’obiettivo di ottenere due prodotti a diverso titolo di etanolo: il più ricco in etanolo viene estratto in continuo dalla testa, l’altro è accumulato nel serbatoio intermedio; dal fondo colonna, invece, si rimuove l’impurezza pesante (acqua), con l’avvertenza di non perdere con essa dell’etanolo. L’alimentazione è caricata nel serbatoio intermedio, una volta per tutte, all’inizio dell’operazione, e il regolatore di livello di questo serbatoio è disinserito. Se si desidera stimare l’evoluzione dinamica non soltanto delle composizioni dei prodotti di testa e di coda, ma anche di quella del serbatoio intermedio, oltre alle difficoltà più sopra menzionate si ha l’ulteriore difficoltà legata alla grande capacità di questo serbatoio, sul quale una misura di temperatura può non essere disponibile o addirittura essere inutile, quando il liquido in esso contenuto è sottoraffreddato.

### Stime di composizione mediante filtro di Kalman esteso

Allo scopo di stimare le composizioni, è stato sviluppato un filtro di Kalman esteso che impiega misure di temperatura sui piatti della colonna per correggere le previsioni di composizione fornite da un modello semplificato del processo [5].

Il funzionamento del filtro è quello classico: nell’intervallo di tempo compreso tra due istanti successivi di campionamento delle misure di temperatura, un modello semplificato del processo “propaga” il vettore che contiene le stime degli stati del sistema, e viene parimenti propagata la matrice di covarianza dell’errore sugli stati; quando le misure di temperatura diventano disponibili, le stime vengono aggiornate in funzione della

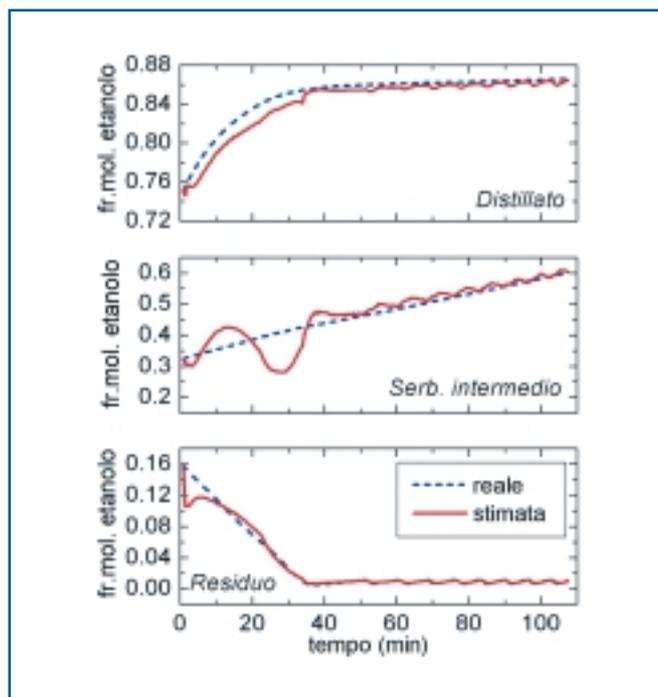


Figura 7 - Stime di composizione in una colonna discontinua: prestazioni di uno stimatore di tipo ANN (Artificial neural network)

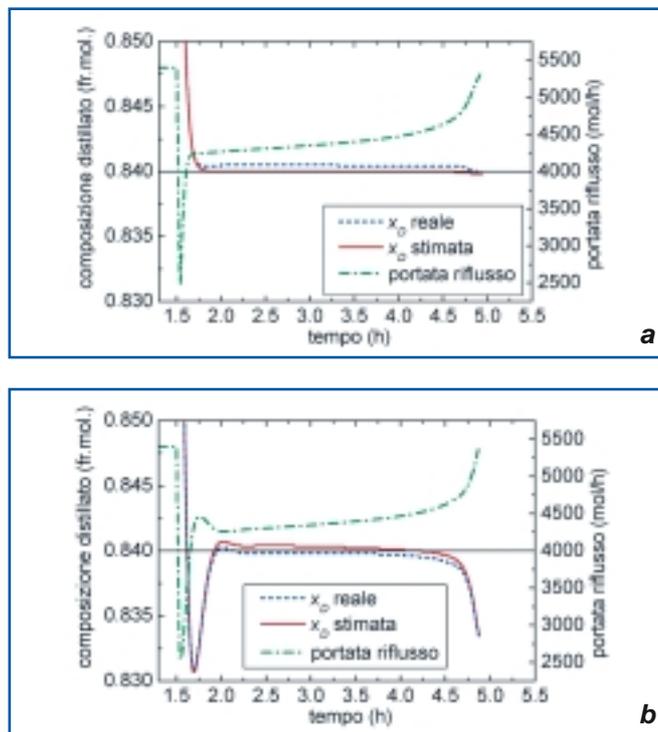


Figura 8 - Controllo a composizione costante in una separazione binaria: confronto tra le prestazioni di a) regolatore non lineare proposto (NIMC), e b) regolatore convenzionale PI

differenza tra il valore osservato della temperatura e quello previsto, allo stesso istante di tempo, dal modello semplificato. Mentre per il modello impiegato dal filtro si è considerata una rappresentazione alquanto approssimata del sistema, l’“impianto” è stato fatto coincidere con il modello dettagliato di un impianto pilota, precedentemente convalidato sulla base di

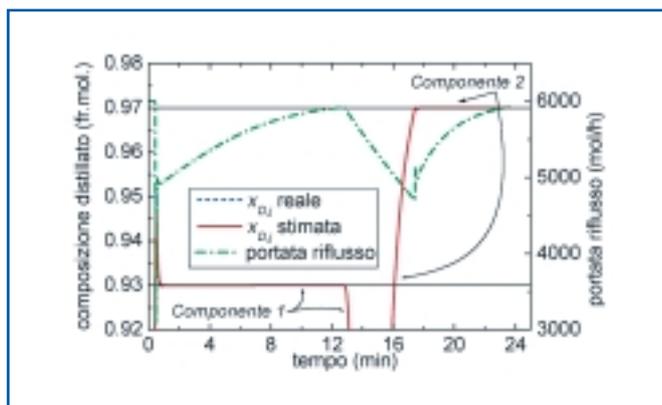


Figura 9 - Controllo a composizione costante in una separazione ternaria: prestazione del regolatore non lineare proposto

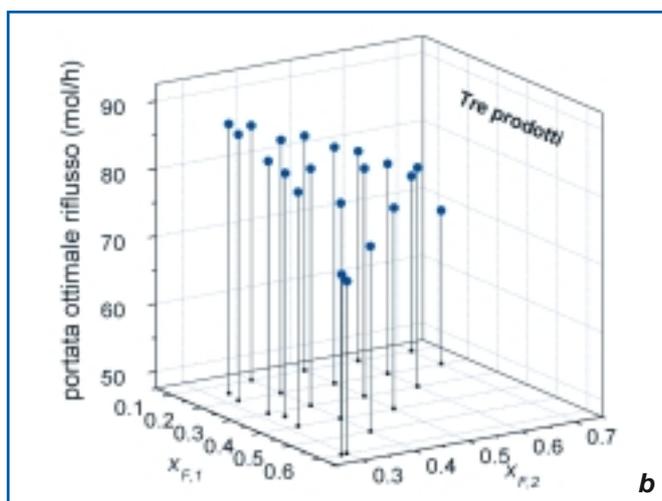
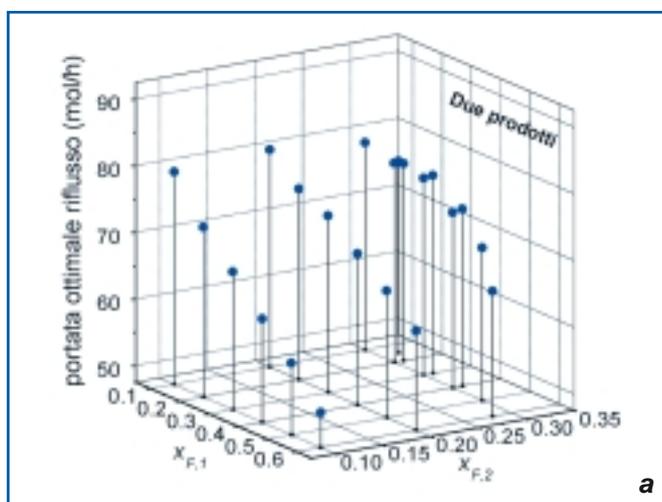


Figura 10 - Mappe dei rapporti di riflusso ottimali al variare della composizione dell'alimentazione (sistema ternario): operazione ottimale con ottenimento di (a) due prodotti, e (b) tre prodotti

dati sperimentali. Lo stimatore sviluppato si è dimostrato in grado di valutare con accuratezza più che buona non soltanto le composizioni del distillato e del residuo, ma anche quelle del serbatoio intermedio, come può essere osservato in Figura 5a. Come atteso, è stato verificato che le prestazioni del filtro dipendono in modo piuttosto marcato dall'allocazione dei

piatti sui quali sono collocate le sonde termometriche. Inoltre, l'inizializzazione del filtro è apparsa influenzare l'accuratezza delle stime; in particolare, nei casi studiati è stato verificato che inizializzare correttamente il filtro durante la fase di sintonizzazione può non risultare conveniente.

Infine, è stato verificato che l'effetto dei rumori sulle misure di temperatura influisce in modo piuttosto marcato sulla scelta dei piatti "sensibili". Nel caso di Figura 5b, ad esempio, è chiara una degradazione nella stima della composizione del distillato. Essa è attribuibile al fatto che le misure di temperatura vicine alla testa della colonna risentono, nel caso illustrato, molto più dell'effetto del rumore che non della dinamica intrinseca del processo.

### Stime di composizione mediante rete neurale artificiale

Un limite dell'approccio a filtro di Kalman consiste nel fatto che lo sviluppo dello stimatore richiede la disponibilità di un modello a principi primi del processo. Ciò, in alcuni casi, può essere difficile da ottenere (ad esempio, perché la descrizione accurata della termodinamica del sistema da separare può essere alquanto complessa; oppure perché la colonna è a corpi di riempimento invece che a piatti).

Quando anche il modello fosse disponibile, l'impiego in linea del filtro può essere computazionalmente assai pesante, in special modo se il numero di componenti contenuti nella carica da separare è numeroso, e/o se la colonna ha un numero di stadi elevato. Per questa ragione, è stata considerata anche la possibilità di sviluppare uno stimatore basato sull'impiego di una rete neurale artificiale (ANN, Artificial neural network), che impiega in ingresso misure di temperatura e di portata provenienti dall'"impianto" [6].

Come noto, il vantaggio dell'approccio a rete neurale artificiale risiede essenzialmente nei tempi di calcolo: una volta addestrata fuori linea, la rete può essere utilizzata in linea senza difficoltà, perché il suo carico computazionale è del tutto trascurabile; un ulteriore vantaggio risiede nel fatto che lo stimatore non richiede a priori alcuna informazione, né sul tipo di processo considerato né sul comportamento termodinamico del sistema da separare. La fase iniziale di addestramento della rete può risultare piuttosto complessa e computazionalmente onerosa, in particolar modo quando il numero degli ingressi alla rete è consistente. Nel caso considerato (che riguarda ancora una colonna di tipo MVBC) è stato verificato che una ANN ad architettura ricorrente (Figura 6) consente una fase di addestramento più rapida e una modellazione più accurata di quanto reso possibile da una ANN convenzionale di tipo feedforward.

Allo scopo di ridurre il carico computazionale durante la fase di addestramento, conservando al contempo il "contenuto informativo" messo a disposizione dagli ingressi alla rete, è stata impiegata una tecnica statistica: la dimensione dello spazio degli ingressi è stata ridotta impiegando le componenti principali del vettore 8-dimensionale delle misure di temperatura disponibili. In particolare, si è verificato che l'impiego di sole tre componenti principali ha una rappresentatività non inferiore al 95% di quella del set complessivo di otto misure di temperatura disponibili dall'impianto. In termini di prestazioni di stima, lo stimatore neurale è parso soddisfacente, come può essere rilevato in Figura 7. Come già accennato, l'impiego di uno stimatore di tipo ANN è particolarmente vantaggioso quando le informazioni disponibili "a priori" sul sistema da separare sono scarse, o addirittura inesistenti.

## Controllo delle operazioni discontinue a composizione costante del distillato

Una delle procedure per esercire una colonna di distillazione batch convenzionale (di rettifica) è quella di cercare ottenere dalla testa un distillato a composizione costante nel tempo, e pari al valore di specifica [1].

Per far ciò, è necessario aumentare continuamente la portata di riflusso scaricata in colonna, visto che la caldaia si impoverisce progressivamente di componente bassobollente, rendendo quindi più difficile la separazione.

Notoriamente, dato che le caratteristiche dinamiche di un processo di distillazione discontinua variano nel tempo, un regolatore ad azione PID, a sintonizzazione costante, spesso non risulta adeguato per un controllo preciso della composizione del distillato. Il regolatore deve infatti essere sintonizzato in modo conservativo per evitare oscillazioni nella portata di riflusso, specie nella fase successiva a quella di avviamento della colonna. Approcci alternativi consistono nell'impiego di regolatori PID a guadagno programmato (gain-scheduled), oppure di regolatori predittivi.

In questo caso le prestazioni del sistema di controllo risultano decisamente migliori, ma ciò è ottenuto a spese di alcuni inconvenienti. Lo svantaggio della prima alternativa risiede nel fatto che la programmazione del guadagno è legata alla composizione della miscela da separare e a quella desiderata per i prodotti; ciò rende questa procedura poco flessibile e difficilmente generalizzabile.

Nel caso di regolatori di tipo predittivo, a fronte di ottime prestazioni nella regolazione, si paga notevolmente in termini di tempo di calcolo, perché vi è la necessità di risolvere in linea un problema di ottimizzazione. L'esigenza di disporre di un calcolatore di processo dedicato, e di alte prestazioni, può pregiudicare l'impiego industriale di questa tecnica, specie nelle industrie di piccole dimensioni.

L'approccio che è stato proposto nello studio condotto si basa sulla tecnica Nonlinear Internal Model Control (NIMC), che impiega un modello matematico del processo direttamente nella legge di controllo, consentendo di calcolare in linea, e in modo esplicito, la legge di variazione della portata di riflusso che consente di mantenere costante la purezza del distillato durante tutta l'operazione.

L'algoritmo si basa sui concetti della "geometria differenziale", e rappresenta in sostanza una trasformazione in grado di linearizzare il comportamento dinamico di ingresso/uscita (cioè portata di riflusso/composizione del distillato) del sistema. In tal modo, la regolazione viene effettuata su un sistema lineare, e diviene notevolmente più efficace. La legge di controllo ricavata è, per sistemi binari, la seguente:

$$R = \frac{x_{D,sp} - \hat{x}_D}{\epsilon^2} - \frac{2V(\hat{y}_N - \hat{x}_D)}{\epsilon H_D} - \frac{V}{H_D} \left[ \frac{V}{H_m} (\hat{y}_{N-1} - \hat{y}_N) \frac{\partial \hat{y}_N}{\partial \hat{x}_N} - \frac{V}{H_D} (\hat{y}_N - \hat{x}_D) \right] - \frac{V(\hat{x}_D - \hat{x}_N)}{H_D H_m} \frac{\partial \hat{y}_N}{\partial \hat{x}_N} \quad (1)$$

avendo indicato:

- con R la portata di riflusso richiesta per mantenere il distillato alla composizione desiderata  $x_{D,sp}$ ;
- con  $H_i$  l'holdup del generico stadio  $i$ ;
- con V la portata di vapore;
- con x e y le frazioni molari del componente volatile.

Solo in apparenza la legge di controllo risulta complessa: tutti i termini, infatti, possono essere calcolati in modo esplicito in

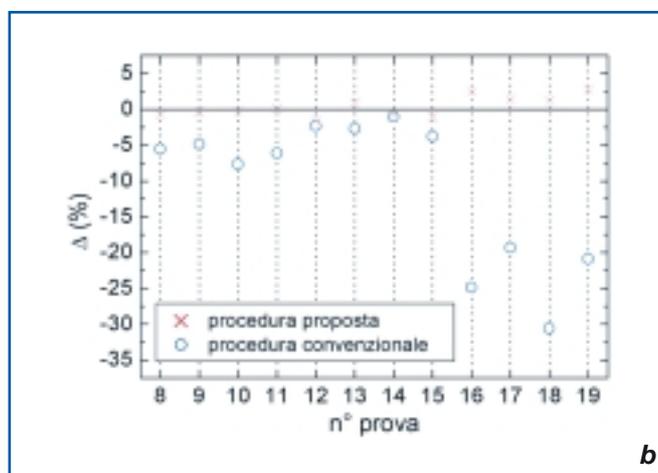
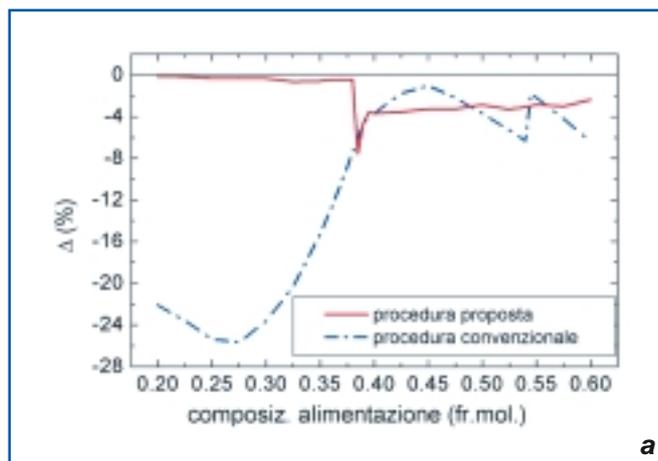


Figura 11 - Confronto fra la procedura di esercizio proposta e quella convenzionale in anello aperto per (a) un sistema binario, e (b) un sistema ternario

linea, e con minimo sforzo computazionale.

Piuttosto, vale la pena osservare che è necessario stimare alcuni degli stati del sistema, e precisamente quelli indicati con simboli accentati (^). A ciò si è fatto fronte sviluppando un osservatore esteso di Luenberger, che impiega misure di temperatura per correggere in linea le previsioni di composizione ottenute da un modello approssimato del processo.

L'algoritmo proposto si è dimostrato assai efficace (Figura 8a). La sua sintonizzazione è particolarmente semplice, perché richiede di specificare il valore di un solo parametro ( $\epsilon$ ), il cui effetto sulla risposta del sistema è chiaramente individuabile. La transizione dalla fase di avviamento (a riflusso totale) a quella di produzione (a rapporto di riflusso finito) è uniforme, e il prodotto viene mantenuto in specifica fino alla fine dell'operazione.

Per contro (Figura 8b), è stato evidenziato che un regolatore convenzionale ad azione PI risulta di più difficile sintonizzazione, e non è in grado di compensare con efficacia le variazioni delle caratteristiche dinamiche del processo che conseguono all'impoverimento di componente bassobollente che si ha col procedere dell'operazione. Si osservi anche che, indipendentemente dal regolatore utilizzato, la stima della composizione del prodotto è molto soddisfacente.

L'algoritmo proposto ha evidenziato ottime prestazioni anche nel caso della distillazione di sistemi ternari (Figura 9). In que-

n° prova	Procedura convenzionale				Procedura proposta			
	t <sub>dist</sub> (h)	n <sub>p1</sub> (mol)	n <sub>p2</sub> (mol)	n <sub>p3</sub> (mol)	t <sub>dist</sub> (h)	n <sub>p1</sub> (mol)	n <sub>p2</sub> (mol)	n <sub>p3</sub> (mol)
1	13.12	88.49	31.35	95.35	13.12	88.49	31.35	95.35
2	11.99	77.80	0.00	114.33	9.54	64.47	0.00	103.12
3	12.90	75.47	34.12	100.03	13.04	75.88	35.68	100.34
4	13.81	73.02	55.83	85.79	13.24	71.01	51.20	84.74
5	12.78	95.92	10.88	100.12	9.58	80.17	0.00	87.70
6	13.68	93.83	41.96	85.84	13.30	92.85	38.73	85.16
7	13.56	113.66	25.55	85.91	9.52	95.30	0.00	72.91
8	9.69	56.12	0.00	153.02	7.76	41.75	0.00	136.27
9	9.54	42.61	0.00	156.95	7.85	31.35	0.00	142.50
10	9.31	63.88	0.00	158.26	7.30	49.52	0.00	141.39
11	10.28	61.58	0.00	143.05	8.17	47.14	0.00	128.36
12	15.18	40.00	92.75	66.99	12.83	30.27	77.85	63.11
13	14.98	28.00	96.01	72.14	12.90	22.45	87.29	66.49
14	14.84	48.23	85.53	71.57	13.67	42.99	77.26	70.04
15	15.75	45.37	97.05	57.20	13.26	34.19	85.34	54.29
16	14.45	161.57	9.27	66.95	8.12	137.31	0.00	49.90
17	14.23	149.84	14.71	71.70	8.09	120.16	0.00	53.06
18	14.13	167.95	0.00	71.80	7.11	132.96	0.00	48.97
19	15.02	166.79	24.9	57.31	8.32	141.30	0.00	42.68

Sistema ternario: tempo di distillazione e quantità di prodotto recuperato con ottimizzazione in anello aperto (procedura convenzionale) e in anello chiuso (procedura proposta)

sto caso, la (1) viene applicata volta per volta al sistema pseudo-binario che si trova nei piatti di testa della colonna a un dato istante di tempo.

### Ottimizzazione in anello chiuso dell'esercizio

In molti casi [2, 3], la composizione della carica alimentata a una colonna di distillazione discontinua non è nota, in quanto l'alimentazione a un dato batch deriva dal mescolamento di alimentazione fresca con uno o più tagli di scarto, di composizione incerta. Si pone dunque il problema di determinare, di volta in volta, il valore ottimale della portata di riflusso alla quale esercire la colonna. Il metodo sviluppato si propone di risolvere questo problema riducendo al minimo il carico computazionale che deve essere sostenuto in linea. La procedura si articola in tre fasi successive: le prime due vengono effettuate fuori linea una volta per tutte, mentre la terza è attuata in linea ad ogni batch. Si considera una colonna convenzionale per la rettifica discontinua, esercita a rapporto di riflusso costante. Il profitto viene valutato dall'indice di prestazione:

$$IP = \frac{\sum_{i=1}^{N_f} n_{p_i}}{t_{\text{dist}} + t_{\text{switch}}} \quad (\text{mol/h}) \quad (2)$$

ove:

- n<sub>p<sub>i</sub></sub> rappresenta la quantità molare dell'i-esimo prodotto in specifica ottenuto;
- t<sub>dist</sub> il tempo necessario per la distillazione;
- t<sub>switch</sub> il tempo necessario per riempire/svuotare la colonna e i serbatoi di stoccaggio (assunto pari a 0,5 h);
- N<sub>f</sub> il numero di frazioni recuperate.

Nella funzione profitto (2) è implicitamente assunto che tutti i prodotti abbiano lo stesso valore. La prima fase della procedura è condotta fuori linea: impiegando un modello matemati-

co del processo, vengono determinati i rapporti di riflusso ottimali per diverse composizioni della carica di alimentazione. In tal modo si perviene alla definizione di "mappe" dei rapporti di riflusso ottimali, del tipo di quelle rappresentate in Figura 10 per un sistema ternario.

Si deve notare che, al variare della composizione dell'alimentazione, l'esercizio ottimale comporta in alcuni casi (Figura 10a) l'ottenimento di due prodotti soltanto (leggero e pesante), mentre in altri casi (Figura 10b) la massimizzazione della funzione profitto (2) è attuata estraendo tutti e tre i prodotti. Anche la seconda fase della procedura è condotta fuori linea. In questa fase viene sviluppata una correlazione tra i rapporti di riflusso ottimali e l'evoluzione del profilo di composizione in colonna durante la fase di avviamento. La terza fase prevede invece di stimare in linea il profilo di composizione in colonna, riuscendo così a determinare la portata ottimale di riflusso attraverso la correlazione sviluppata nella seconda fase. In tal modo, si ottiene un'implementazione in anello chiuso dei rapporti di riflusso ottimali determinati in anello aperto durante la prima fase. Si osservi che la procedura proposta non richiede di conoscere la composizione della carica che deve essere separata. Pertanto, si può dire che questa procedura consente un controllo "auto-ottimizzante" dell'operazione, purché si sia in grado di stimare le composizioni in colonna durante la distillazione; nei casi studiati, che si riferiscono a miscele binarie e ternarie (ideali e non ideali), le stime di composizione sono state ottenute impiegando un osservatore esteso di Luenberger.

In Figura 11 i risultati ottenuti mediante la procedura proposta sono confrontati con quelli ottenuti con la procedura convenzionale in anello aperto, la quale prevede di utilizzare per il rapporto di riflusso il valore calcolato fuori linea, una volta per tutte, alla composizione nominale della carica (e, quindi, in condizioni potenzialmente diverse da quelle relative alla composizione effettiva dell'alimentazione). Il confronto è fatto in termini della perdita Δ di produttività definita come:

$$\Delta = \frac{IP - IP_{\text{max}}}{IP_{\text{max}}} \times 100 \quad (3)$$

essendo IP<sub>max</sub> il massimo valore di produttività che si potrebbe ottenere se le stime di composizione fossero perfette, e se per l'operazione venisse impiegato il valore ottimale del rapporto di riflusso alla composizione effettiva dell'alimentazione. I risultati mostrano un incremento di produttività anche del 30% rispetto alle operazioni convenzionali in anello aperto. Si può osservare dalla Tabella (righe ombreggiate) che, nel caso ternario, la procedura proposta comporta spesso il recupero di due prodotti soltanto (anziché tre), consentendo di ridurre notevolmente il tempo necessario per la distillazione, e aumentando in tal modo la produttività.

### Conclusioni

Sono state illustrate alcune soluzioni al problema del monitoraggio e del controllo di colonne di distillazione continue e batch. Nel caso continuo, si è proposto un metodo per affrontare il problema direttamente durante la fase di progettazione dell'impianto, così da rendere lo stesso "intrinsecamente" più facile da controllare, anche con regolatori convenzionali di tipo PID. La configurazione di colonna proposta, con serbatoio intermedio, ha la caratteristica di disaccoppiare il tronco di ar-

ricchimento da quello di esaurimento, sopprimendo gran parte dell'interferenza tra le catene di regolazione.

L'applicazione si presenta potenzialmente molto interessante, specie per le distillazioni condotte a pressione atmosferica. L'impiego di questo tipo di colonna è attraente anche nelle operazioni semi-continue e discontinue; ad esempio, è possibile impiegare un'unica colonna per separare simultaneamente i tre componenti di una miscela ternaria non azeotropica (magari con componenti termosensibili), oppure i due componenti di una miscela binaria azeotropica ricuperando simultaneamente la sostanza impiegata come solvente. Quanto alla stima delle composizioni nella distillazione batch, si è visto come sia possibile sviluppare delle tecniche avanzate che, sfruttando misure in linea di temperatura e portata, permettono di ottenere una stima accurata della composizione dei prodotti. L'approccio a filtro di Kalman esteso risulta vantaggioso quando è possibile una descrizione matematica del sistema considerato, basata su un modello a principi primi. Quando il processo è difficile da modellare in modo deterministico (ad esempio, quando le informazioni termodinamiche sono scarse o assenti), è più vantaggioso l'approccio a rete neurale artificiale. La disponibilità in linea di stime della composizione dei prodotti estratti o del liquido sui piatti della colonna rende possibile l'impiego di regolatori avanzati, non lineari, per il controllo delle operazioni a composizione costante del distillato. Questi regolatori consentono di superare le limitazioni degli algoritmi di tipo PID. Infine, si è descritta una procedura per ottimizzare in linea, con modesto sforzo computazionale,

l'esercizio di colonne discontinue. Ciò consente di aumentare la produttività dell'impianto anche quando la composizione dell'alimentazione non è nota.

L'impiego delle tecniche proposte si propone pertanto come potenzialmente interessante per ridurre i consumi energetici delle operazioni di distillazione, per migliorare la qualità dei prodotti, per ridurre i volumi di prodotto fuori specifica e per massimizzare la produzione.

### Bibliografia

- [1] M. Barolo, F. Berto, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **37**, 1998, 4689.
- [2] M. Barolo, P. Dal Cengio, *European Symposium on Computer Aided Process Engineering Escape-10*, (S. Pierucci) Ed. Elsevier, Oxford (UK), 2000, 1081.
- [3] M. Barolo, P. Dal Cengio, *Comput. Chem. Eng.*, **25**, 2001, 561.
- [4] M. Barolo, C. A. Papini, *AIChE J.*, **46**, 2000, 146.
- [5] M. Barolo, A. Pistillo, A. Trotta, *Edited preprints of Adchem 2000 - Ifac Intern. Symp. on Advanced Control of Chemical Processes*, L. T. Biegler *et al.* (Eds.), Pisa, 2000, 959.
- [6] E. Zamprogna, M. Barolo, D.E. Seborg, *Chem. Eng. Res. Des.*, **79**, 2001, 689.

---

**Ringraziamenti** - Le ricerche presentate in questo articolo sono state co-finanziate dal Murst (Cofin-98, Progetto nazionale prot. 9809246193, "Ottimizzazione dinamica e controllo di processi chimici").