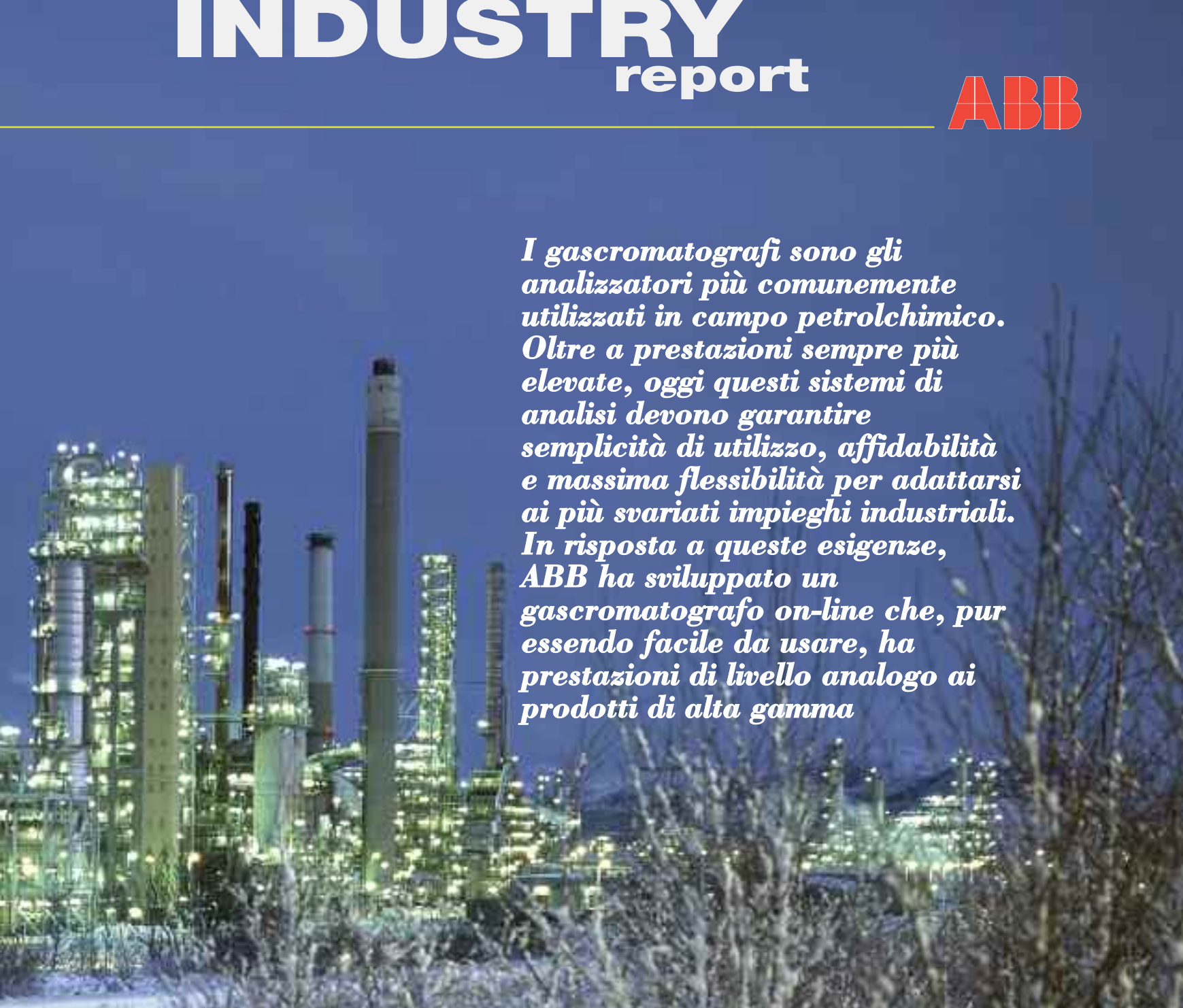


## Un nuovo standard per la gascromatografia di processo

I controlli di processo nei moderni stabilimenti petrolchimici sono fondamentali per garantire un corretto funzionamento dell'impianto e grande attenzione viene posta sia dalla tecnologia di processo che dai reparti di manutenzione strumentale per assicurare misure analitiche affidabili che consentano di esercitare al meglio l'impianto.

Gli analizzatori più comunemente utilizzati sugli impianti petrolchimici sono i Gascromatografi da processo, oggi in grado di soddisfare le più esigenti richieste in termini di prestazioni elevate, semplicità di utilizzo, affidabilità, flessibilità e adattabilità ai più svariati impieghi industriali.



***I gascromatografi sono gli analizzatori più comunemente utilizzati in campo petrolchimico. Oltre a prestazioni sempre più elevate, oggi questi sistemi di analisi devono garantire semplicità di utilizzo, affidabilità e massima flessibilità per adattarsi ai più svariati impieghi industriali. In risposta a queste esigenze, ABB ha sviluppato un gascromatografo on-line che, pur essendo facile da usare, ha prestazioni di livello analogo ai prodotti di alta gamma***

**L**a chimica di base in Italia oggi si concentra sulla produzione e sulla commercializzazione dei grandi monomeri di base che derivano dalle attività di steam cracking e raffinazione. Si tratta di uno degli assi portanti della petrolchimica, dai numerosi sbocchi applicativi. I prodotti che da qui derivano sono le olefine e le diolefine leggere ovvero etilene, propilene, buteni e butadiene. Tali prodotti rappresentano, insieme ad aromatici, gas di sintesi ( $\text{CO} + \text{H}_2$ ) e acetilene, i più importanti "mattoni" dell'industria chimica

e portano essenzialmente, sia direttamente, sia attraverso i loro intermedi, a polimeri di largo impiego industriale [0]. I margini di redditività su tali prodotti sono oggi fortemente variabili e dipendenti dal prezzo del petrolio: garantire un processo definito, ben controllato e quindi ad alto rendimento diventa pertanto una necessità. I controlli di processo La gas cromatografia di processo è una tecnica analitica che consente di separare e di misurare in linea i componenti di una miscela in un processo chimico. Gli analizzatori cromatografici,

utilizzati per l'analisi in linea, devono funzionare in modo continuo e indipendentemente dall'interazione umana, prelevando una quantità fissa di campione, separando le sostanze chimiche mediante adsorbimento o all'interno di colonne cromatografiche, e misurando la concentrazione di ciascuna sostanza per mezzo di uno o più rivelatori. Il gascromatografo da processo è particolarmente adatto per impiego nell'industria chimica, petrolchimica e della raffinazione del petrolio. La configurazione di valvole, colonne e detector per applicazioni in

tali industrie può essere variabile, come pure l'analisi, che può spingersi in campi scala delle parti per milione o limitarsi a campi scala nel percentuale. Tutti i campioni misurati dal gas cromatografo sono gassosi o liquidi da vaporizzare prima dell'analisi. L'analizzatore è controllato attraverso un'elettronica sofisticata che ne temporizza i cicli, attivando valvole e colonne per separare i componenti quando questi attraversano il sistema. I tempi di ciclo sono una limitazione della tecnica gas cromatografica per le applicazioni che richiedono tempi di analisi continui o estremamente rapidi. Ciononostante, la gascromatografia da processo (PGC) è la tecnica analitica più utilizzata per i

una normale tecnica, quando il forno del GC è uno solo. Inoltre per ridurre gli spazi di ingombro, i gascromatografi sono oggi assemblati prevedendo la possibilità di alloggiare al proprio interno più di un rivelatore ed un numero di valvole e colonne sempre crescenti, così da poter eseguire analisi di più componenti chimici con lo stesso hardware. Questo approccio analitico e costruttivo è sostenibile fintanto che non va ad intaccare l'affidabilità delle analisi: l'aggiunta di un numero eccessivo di colonne, valvole e rivelatori all'interno dello stesso forno rischia infatti di compromettere la qualità dell'analisi. Questi analizzatori sono meno affidabili, più difficili da operare e mantenere rispetto

### Un caso di studio sul polipropilene:

La misura in oggetto richiede di analizzare ppm di metanolo ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), monossido di carbonio ( $\text{CO}$ ), diossido di carbonio ( $\text{CO}_2$ ) e idrogeno ( $\text{H}_2$ ) e valori percentuali di propano ( $\text{C}_3\text{H}_8$ ). Questa analisi è al momento assicurata impiegando un rivelatore TCD ed un FID, cinque valvole analitiche, dieci colonne, e operando l'analisi in un singolo forno isoterma. La misura delle ppm di  $\text{CO}$  e  $\text{CO}_2$  avviene attraverso una prima valvola di back-flush a vent, tre colonne, un metanatore e un rivelatore a ionizzazione di fiamma mentre le ppm di MeOH vengono misurate utilizzando una seconda valvola di back-flush a vent, una valvola selettiva, tre colonne e mandando l'analita così separato sul medesimo rivelatore FID. Per misurare i valori percentuali di propano serve una terza valvola di back-flush a vent, due colonne e un rivelatore a termo conducibilità, le ppm di idrogeno richiedono una quarta valvola di back-flush a vent, due colonne e il TCD. Si tratta di un'analisi complessa a dimensioni multiple che, come tutte le analisi multi-dimensionali, richiede il controllo di un vasto numero di variabili per fornire misure affidabili. La stessa applicazione può essere semplificata impiegando simultaneamente due forni isotermi. In questo caso, il Forno 1 conterrà tre valvole, sei colonne, un metanatore e il rivelatore FID per l'analisi delle ppm di  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$  e metanolo, il Forno 2 conterrà due valvole, quattro colonne ed il rivelatore TCD per l'analisi di  $\text{H}_2$  e  $\text{C}_3\text{H}_8$ . Ogni forno ha una propria unità logica di controllo ed entrambe riportano ad un'unità elettronica di controllo "master": così che ogni forno dispone di un proprio metodo analitico specifico per le misure di pertinenza. Ciascun metodo contiene due sequenze di misure per le analisi indipendenti dei componenti. Ciò permette di scomporre un'analisi complessa in sequenze analitiche più semplici e nelle sue componenti di base. L'hardware è minimizzato in ogni forno, tale approccio semplifica l'analisi e ne aumenta l'affidabilità. Ogni forno consente di impostare una propria ottimale temperatura applicativa, svincolata dalla temperatura del forno parallelo, il che garantisce una separazione ottimale. Da ultimo, grazie alle dimensioni ridotte



La gamma completa di gascromatografi da processo

controlli di processo in linea in virtù delle sue caratteristiche di economicità, flessibilità, sensibilità, affidabilità e per i numerosi campi di applicabilità analitica.

Negli ultimi anni abbiamo assistito ad un'importante evoluzione nel campo della gascromatografia e i nuovi cromatografi sono diventati altamente sofisticati, per far fronte alla maggiore complessità, rapidità e precisione di analisi che oggi le industrie richiedono.

La commutazione tra stream è ormai diventata

agli strumenti del passato. Di norma, un corretto approccio analitico e costruttivo deve tenere conto che la semplicità migliora l'affidabilità e sistemi complessi, scomposti nelle parti che li costituiscono, sono sempre più semplici da affrontare: sequenze e metodi cromatografici sono generalmente più facili da capire, operare e quindi mantenere.

Tenere ben presenti questi due principi consente di assicurarsi l'affidabilità del proprio analizzatore nel lungo periodo.

dei 2 forni, lo spazio richiesto in cabina analisi sarà paragonabile a quello richiesto da un gascromatografo convenzionale a singolo forno. Capire facilmente la logica di funzionamento di forni semplici e di metodi analitici semplici è il vantaggio principale dell'approccio analitico gas cromatografico basato su forni multipli. Infatti ogni forno ha una sua sequenza analitica di funzionamento, che include le sequenze indipendenti d'analisi di componenti. La logica conseguenza è la possibilità di effettuare semplificate operazioni di troubleshooting: l'individuazione di errori e malfunzionamenti diventa quindi semplice e alla portata di ogni operatore: le sequenze analitiche possono essere individuate ed isolate con facilità, per identificare in maniera univoca la sorgente del malfunzionamento. Inoltre la possibilità di disporre non solo di un forno aggiuntivo parallelo, ma di più forni multipli, ognuno dotato di una sua unità logica di controllo, consentirà di operare su un metodo analitico mentre gli altri eseguono le analisi. Forni multipli permettono di disporre di diverse temperature di applicazione, il che garantisce una separazione ottimale di un vasto numero di idrocarburi a diverso punto di ebollizione, inoltre, possono essere impiegate sequenze parallele di separazione per accelerare i tempi di analisi. Disporre di forni multipli significa inoltre di avere a disposizione forni di backup da impiegare per analisi particolarmente critiche o da tenere "on the shelf" come unità backup "calda" in caso di malfunzionamento dell'unità base. Processi critici che



richiedano controlli analitici di processo senza interruzioni possono poi sfruttare la possibilità di ridondare anche l'unità Master di controllo dei forni che in un moderno impianto di produzione verrà tenuta "on the shelf" come unità calda per essere sostituita a quella difettosa, in attesa che quest'ultima venga riparata. Il caso sopra esposto, relativo alle analisi di impurezze in propilene, ha evidenziato in modo chiaro i benefici derivanti dall'impiego di due forni analitici sui quali è stata scomposta un'analisi complessa che, tradizionalmente, verrebbe risolta su un gascromatografo a singolo forno. Altre analisi di processo potranno essere scomposte in sequenze analitiche più semplici, distribuite su più forni: in quest'ottica è importante riflettere su come la possibilità di controllare fino a quattro forni contemporaneamente, attraverso un'unica unità master di controllo, consentirà in futuro di affrontare un'innumerabile gamma di applicazioni gas cromatografiche di natura assai complessa, con tempi di

analisi ridotti, con sequenze di analisi semplificate e quindi più affidabili, di facile comprensione e di manutenzione elementare.

## Conclusioni

L'approccio delle analisi gas cromatografiche su forni multipli rappresenta l'immediato futuro per molte applicazioni gas cromatografiche da processo poiché consente di raggiungere risultati di analisi più competitivi in termini di prestazioni. Inoltre la logica dei forni multipli controllati da una singola unità master consente un approccio modulare e quindi modulabile, in un certo senso facilmente "espandibile", in funzione delle esigenze di modifica che si presentano di continuo in un moderno impianto industriale. La serie di gascromatografi da processo PGC 5000 di ABB è in grado di controllare fino a quattro forni simultaneamente, operanti individualmente o insieme, in varia combinazione, offrendo performance elevate, flessibilità e un'interfaccia uomo-macchina molto intuitiva.

Particolare di un  
Gascromatografo



## Bibliografia

- [0] Trifirò F., Quali strategie per la chimica di fronte a materie prime diverse ?  
La Chimica & l'Industria, 90-9, 2008
- [1] Clemons, J., "Process Chromatography",  
Encyclopedia of Analytical Chemistry,  
John Wiley, A-21-07, 2000
- [2] Converse, Jimmy G., "Multidimensional  
Sample Manipulation Techniques",  
AD-Symposium, New Orleans, LA, 1990
- [3] Converse, Jimmy G., "Improve On-line  
Chemical Concentration Measurement",  
Chemical Engineering Progress,  
March 1991