



Agenzia Nazionale per le Nuove Tecnologie,
l'Energia e lo Sviluppo Economico Sostenibile



Ministero dello Sviluppo Economico

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Progettazione, realizzazione e prime prove sperimentali dell'unità di
rigenerazione termica di soluzioni amminiche
presso la piattaforma pilota Sotacarbo

*G. Calì, F. Ferrara, M. Caboni, A. Madeddu, P. Miraglia,
F. Tedde, E. Loria*



PROGETTAZIONE, REALIZZAZIONE E PRIME PROVE SPERIMENTALI DELL'UNITÁ DI
RIGENERAZIONE TERMICA DI SOLUZIONI AMMINICHE PRESSO LA PIATTAFORMA PILOTA
SOTACARBO

G. Calì, F. Ferrara, M. Caboni, A. Madeddu, P. Miraglia, F. Tedde, E. Loria (Sotacarbo)

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente

Progetto: Studi sull'utilizzo pulito dei combustibili fossili e cattura e sequestro della CO₂

Responsabile Progetto: Antonio Calabrò, ENEA

**PIATTAFORMA PILOTA
PER LA PRODUZIONE E IL TRATTAMENTO DEL SYNGAS DA CARBONE**

PROGETTO DI RICERCA CERSE 3^a ANNUALITÀ

OR 1: Realizzazione e primi risultati della sperimentazione dell'unità di rigenerazione del solvente

RELAZIONE TECNICA

**PROGETTAZIONE, REALIZZAZIONE E PRIME PROVE
SPERIMENTALI DELL'UNITÀ DI RIGENERAZIONE TERMICA
DI SOLUZIONI AMMINICHE
PRESSO LA PIATTAFORMA PILOTA SOTACARBO**

		PROGETTO DI RICERCA CERSE 3	
Rev.	Data		
0	30.09.2011	Gabriele Cali Francesca Ferrara Monica Caboni Alessandra Madeddu Paolo Miraglia Fabrizio Tedde Eusebio Loria	

Premessa

Il presente documento è riferito alle attività indicate nell'allegato tecnico all'Accordo di collaborazione tra ENEA e Sotacarbo "Studi e sperimentazione di sistemi e tecnologie applicate ad impianti di produzione energetica da carbone equipaggiati con cattura e sequestro della CO₂".

In particolare, nell'ambito dell'obiettivo OR1 "Sperimentazione e ottimizzazione di impianti di gassificazione: produzione, trattamento e conversione del syngas prodotto dalla gassificazione del carbone in impianti equipaggiati con cattura della CO₂", è prevista la realizzazione di un sistema di rigenerazione termica di solventi a base amminica, utilizzati per la separazione della CO₂. Il presente documento è relativo alla progettazione, alla realizzazione ed alle prove preliminari effettuate su tale unità.

La rendicontazione economica di tali attività è contenuta nel documento economico relativo all'obiettivo OR1.

Indice

Premessa	2
Indice	3
1. Introduzione	4
2. Definizione della taglia e specifiche iniziali	5
3. Progettazione di dettaglio	7
3.1 Configurazione iniziale	7
3.2 Configurazione finale e progetto di dettaglio	11
4. Installazione dell'impianto, collaudi e prime prove di funzionamento	19
4.1 Montaggio ed installazione dell'impianto	19
4.2 Collaudo funzionale	21
4.3 Collaudo prestazionale	23
5. Conclusioni	24

1. Introduzione

L'unità di rigenerazione termica di solventi a base amminica, oggetto del presente documento, è stata realizzata nella piattaforma pilota Sotacarbo e verrà utilizzata per la rigenerazione delle soluzioni esauste utilizzate durante i test sperimentali effettuati sull'impianto pilota.

L'impianto pilota Sotacarbo, la cui descrizione dettagliata è riportata nel documento *“Produzione di energia elettrica e idrogeno a partire dal syngas proveniente dalla gassificazione del carbone”* (C. Frau), è costituito principalmente da una sezione di gassificazione e da due linee di trattamento del syngas.

La sezione di gassificazione è costituita principalmente da un reattore di gassificazione a letto fisso up-draft, progettato e costruito da Ansaldo Ricerche e successivamente modificato da Sotacarbo. È equipaggiato con una serie di apparecchiature ausiliarie per lo svolgimento delle varie funzioni a supporto della gassificazione, quali la produzione e l'immissione degli agenti gassificanti, il caricamento del combustibile e il controllo dei parametri di processo. La sezione di trattamento del syngas è costituita, invece, da due linee distinte, una dedicata alla produzione di energia elettrica ed una dedicata all'produzione di H₂.

Il syngas grezzo, in uscita dal gassificatore, attraversa tre colonne poste in serie: uno scrubber, un precipitatore elettrostatico ad umido ed una colonna di desolforazione utilizzando una soluzione acquosa di soda. In questa prima fase avviene il raffreddamento del syngas, la rimozione di polveri e tar ed, eventualmente, una prima desolforazione (necessaria nel caso di gassificazione di carboni con alto tenore di zolfo).

In seguito a questo primo trattamento, la corrente di syngas viene suddivisa, una parte (circa 20-25 Nm³/h) viene inviata alla linea di trattamento a caldo, la restante parte, alla linea di produzione di energia elettrica. Qui, il syngas incontra un secondo stadio di desolforazione a freddo, utilizzando tipicamente una miscela di soda e ipoclorito di sodio in soluzione acquosa, ed infine alimenta un motore a combustione interna dotato di elettrogeneratore.

Lungo la linea di trattamento a caldo, il gas viene compresso, riscaldato (fino a circa 350-400 °C) ed inviato a un sistema di desolforazione a caldo, una volta desolfato, attraversa, una sezione integrata di CO-shift e assorbimento della CO₂, ed, infine, viene inviato all'unità di purificazione dell'idrogeno.

L'unità di desolforazione a caldo comprende due reattori (utilizzati alternativamente) riempiti con un sorbente a base di ossido di zinco, che consentono una rimozione accurata (fino a 1 ppm) dei composti dello zolfo presenti nel syngas.

La sezione di separazione della CO₂ è costituita da due reattori a bolle in cui avviene l'assorbimento della CO₂ presente nel syngas attraverso solventi a base amminica (MEA 3M, MEA 5M) ed integrata alla sezione di CO-shift. Quest'ultima è costituita da due diversi stadi in cui avviene la reazione di shift a temperature diverse: lo stadio di shift di alta temperatura a circa 350 °C e quello di bassa a circa 250 °C .

Infine, il syngas viene purificato in una unità PSA (pressure swing adsorption) da cui viene estratto con una concentrazione di idrogeno massima pari al 98% (dai test sperimentali effettuati).

Oltre ai normali test, effettuati nella sezione di separazione della CO₂, ulteriori test con soluzioni amminiche sono stati effettuati nella colonna a riempimento, progettata, e normalmente utilizzata, per effettuare il secondo stadio di desolforazione a freddo con soluzione acquosa di soda ed ipoclorito di sodio. Durante tali prove è stata testata la rimozione della CO₂ con soluzioni di MEA in diverse concentrazioni e la rimozione dell'H₂S utilizzando MDEA 3M.

2. Definizione della taglia e specifiche iniziali

L'unità di rigenerazione, oggetto del presente documento, ha un duplice scopo: consentire lo studio del processo di rigenerazione delle ammine ed abbattere i costi delle prove di assorbimento della CO₂, determinati dall'acquisto di soluzioni assorbenti e dallo smaltimento delle stesse. L'unità di rigenerazione delle ammine è in grado di rigenerare in continuo e in batch le soluzioni amminiche provenienti dalle sezioni di abbattimento CO₂.

In generale tale impianto è molto flessibile e semplice da utilizzare e non necessita di lunghi periodi di accensione e spegnimento. Le principali specifiche che caratterizzano l'impianto sono le seguenti:

- portata di soluzione amminica da rigenerare: 50 l/h;
- efficienza di desorbimento almeno pari al 97%;
- contenuto CO₂ nella soluzione da rigenerare: max 30% b.w;
- solventi da rigenerare: MEA 30% b.w. o in alternativa mix MEA e MDEA;
- possibilità di strippaggio contemporaneo di CO₂ ed H₂S;

- uscita della CO₂ strippata dall'unità di rigenerazione con una sovrappressione di 250 mbar;
 - alimentazione del ribollitore della colonna di stripping tramite un riscaldatore di tipo elettrico.
- Inoltre, attualmente l'impianto è dotato di un sistema di gestione dell'unità (PLC), con quadro elettrico per la conduzione in modalità manuale dell'unità di rigenerazione, che verrà implementato per la conduzione in remoto.

Le condizioni di progetto dei flussi in ingresso e in uscita utilizzate per la progettazione dell'unità di rigenerazione sono le seguenti:

- alimentazione all'unità di rigenerazione (soluzione ricca in CO₂)
 1. portata 50 l/h
 2. pressione massima 0,5 barg
 3. portata CO₂ assorb. 5 kg/h
 4. T max 35°C
- uscita dall'unità di rigenerazione (soluzione rigenerata)
 1. portata 50 l/h circa
 2. pressione massima 0,5 – 1 barg
 3. portata CO₂ residua <3% CO₂
 4. T max 40°C
- uscita dall'unità di rigenerazione (gas desorbito)
 1. portata CO₂ >97%
 2. pressione 250 mbarg
 3. portata MEA residua tracce
 4. portata H₂O residua satura a T max
 5. T max 45°C

3. Progettazione di dettaglio

La progettazione di dettaglio del sistema è stata affidata alla Hysytech, che, in collaborazione con i tecnici Sotacarbo, ha studiato e definito, in diverse fasi, le soluzioni ottimali per l'unità di rigenerazione.

3.1 CONFIGURAZIONE INIZIALE

Si riporta di seguito (figura 3.1) la configurazione prevista inizialmente per il sistema di rigenerazione.

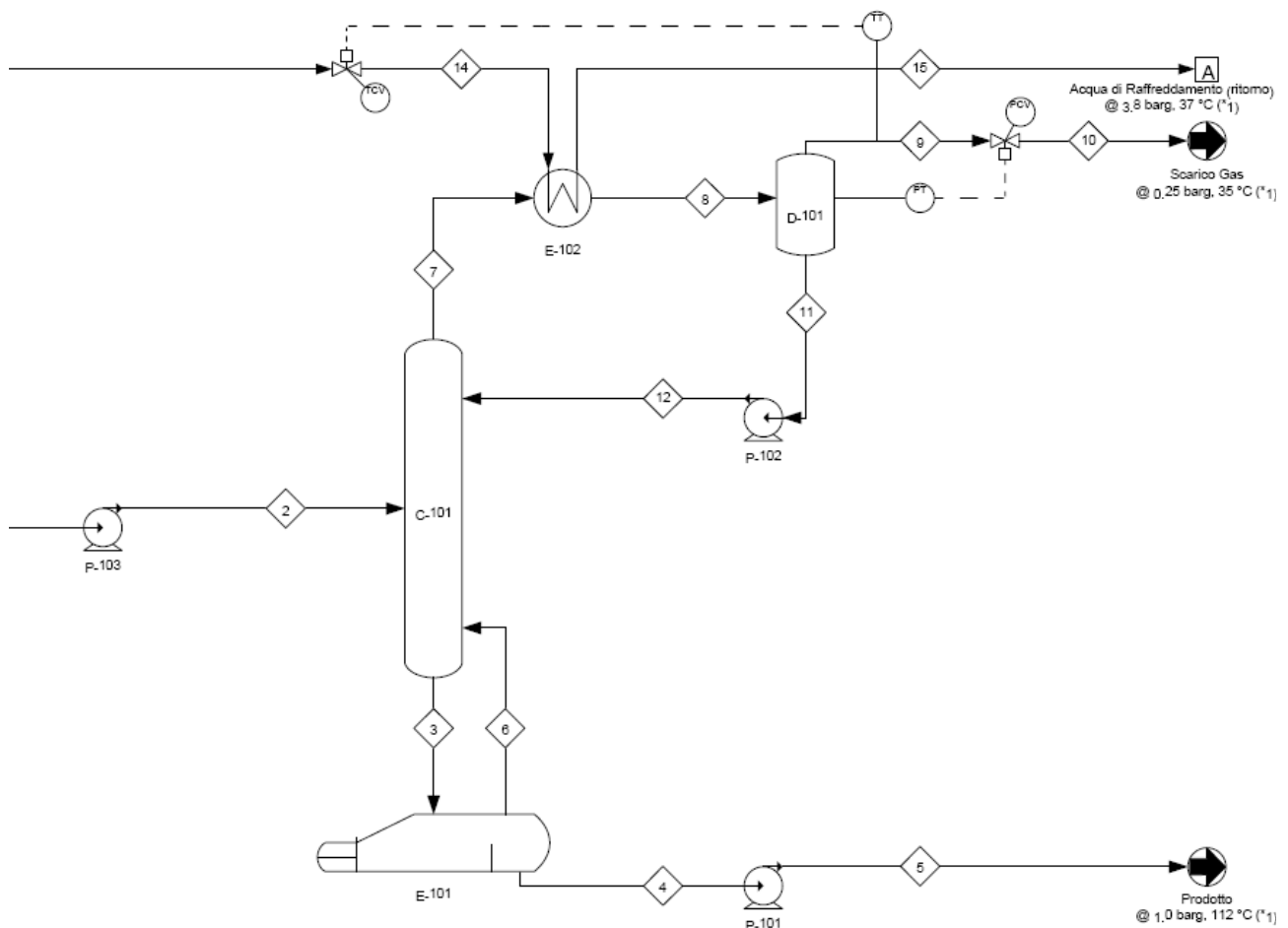


Figura 3.1. Configurazione iniziale dell'unità di rigenerazione

L'unità è stata concepita per effettuare la rigenerazione in modalità continua di una soluzione di ammine carica di CO₂ tramite una colonna di stripping che utilizza, come desorbente, la soluzione da rigenerare. Questa, dopo esser stata parzialmente vaporizzata da un ribollitore, viene re-immessa nella colonna stessa.

La soluzione da trattare proviene da un serbatoio di accumulo, da cui viene inviata alla colonna tramite una pompa centrifuga.

La colonna di stripping è dotata di un opportuno riempimento atto a massimizzare la superficie di contatto tra le due fasi (liquido e gas) favorendo la separazione della CO₂ disciolta e riducendo al minimo le perdite di carico per la corrente gassosa che sale.

Sul fondo della colonna è posizionato, in modo opportuno, il ribollitore elettrico (E-101) che fornisce alla colonna il calore necessario per il suo funzionamento. La pompa P-101 invia, infine, il liquido di fondo colonna ad un secondo serbatoio di accumulo.

In testa alla colonna è collocato il condensatore E-102 (a piastre realizzato in AISI 316) che ha la funzione di condensare i vapori della soluzione presenti nel gas in uscita dalla parte alta della colonna (stream 7). Tali vapori, una volta condensati, vengono raccolti nel drum (D-101) e riciclati in testa alla colonna tramite la pompa P-102. Il gas, in uscita dall'unità di rigenerazione, che a questo punto è formato essenzialmente da CO₂ e vapor d'acqua, viene scaricato attraverso la valvola di controllo della pressione posta in testa alla colonna.

Il condensatore utilizza acqua tecnica per il raffreddamento la cui temperatura è pari a 25-30 °C e, durante il processo, subisce un incremento di temperatura pari a circa 10 °C. La colonna C-101 ed il drum D-101 sono dotati di controlli di livello; un loop di controllo della temperatura comanda il riscaldatore elettrico E-101, mentre un loop di controllo della pressione gestisce la pressione di lavoro della colonna.

Normalmente l'unità funziona in modalità batch, sfruttando due serbatoi di carico e scarico, ma è stata progettata per poter lavorare anche in continuo.

Il quadro di controllo dell'unità è stato progettato per condurre in modalità manuale i transitori di start-up e shut-down della colonna; richiede quindi l'intervento dell'operatore per le sequenze di azionamento ed accetta il set-point della pressione di scarico del gas desorbito, il set-point della temperatura del ribollitore e, quando le condizioni di operazione lo consentono, il set-point della portata di riflusso in testa alla colonna. Le variabili di controllo e le temperature principali sono visualizzabili a pannello e rese disponibili per la ripetizione dei segnali.

Il quadro di controllo gestisce segnali prevalentemente del tipo:

- 4 - 20 mA
- 0 - 10 VDC
- Digitali input/output (0 - 24VDC; 0 - 115 VAC; 0,00230 VAC).

I controller sono stati predisposti per l'impostazione dei set-point, la visualizzazione di tutte le variabili di processo sul quadro e per la ripetizione dei segnali.

Il quadro di controllo è stato, infine, progettato per essere collocato in zona sicura (non classificata ai sensi della normativa ATEX), protetto dalla pioggia, dalla polvere e dalla luce diretta del sole.

Caratteristiche dei componenti inizialmente previsti

Il riscaldatore elettrico è caratterizzato da una potenza di 14,5 kW con elementi corazzati e corpo realizzati in AISI 316.

Il condensatore è di tipo a piastre realizzato in AISI 316.

La colonna è stata progettata per essere realizzata in AISI 316 ed AISI 304 e dotata di riempimento (1400 mm di altezza) di tipo Raschig da 12 mm, con diametro esterno pari a 114,3 mm ed uno spessore minimo delle pareti pari a 2,3 mm.

E' stato previsto l'inserimento di tre pompe (ricircolo, riflusso ed alimentazione) centrifughe o, in alternativa, a ingranaggi, in acciaio inox, sulle parti bagnate dal solvente, e teflon, o altri materiali compatibili con le condizioni di impiego, per le guarnizioni di tenuta.

Capacità e prestazioni dell'impianto

L'unità è stata inizialmente progettata per una capacità di 50 l/h di solvente da rigenerare alimentato, ed un fattore di servizio pari a 0,9, corrispondente a 7.920 ore, (330 giorni di servizio e 35 giorni di fermo programmato non necessariamente continuativi). Le prestazioni richieste per la colonna devono consentire il desorbimento del 97 % della CO₂ contenuta nella soluzione esausta.

Specifiche dei flussi

L'**alimentazione** è costituita da una soluzione acquosa di MEA 5M (valore massimo della concentrazione considerato in fase di progetto), ricca di CO₂ e dovrà essere caratterizzata come segue:

- Portata totale: 50 l/h
- Portata CO₂: 4,0 kg/h
- Temperatura: 25 °C
- Pressione 0,4 barg
- Composizione: MEA 27%; CO₂ 10%; H₂O 63% (valori massimi espressi in termini di concentrazioni massiche).

I flussi in uscita sono rappresentati dal **prodotto** e dallo **scarico gas**.

Il **prodotto** è costituito da una soluzione acquosa di MEA 5M proveniente dal fondo della colonna di stripping e dovrà essere caratterizzato come segue:

- Portata: 35 kg/h
- Temperatura: 112 °C
- Pressione 1,0 barg
- CO₂ in soluzione: < 3% della CO₂ contenuta nella soluzione in ingresso (da rigenerare).

Lo **scarico gas** dovrà essere composto da CO₂ gassosa e vapor d'acqua e caratterizzato come segue:

- Portata: 4,1 kg/h
- Temperatura: 35 °C
- Pressione 0,25 barg.

Specifiche dei servizi

Il funzionamento dell'unità di rigenerazione richiede una serie di servizi industriali le cui specifiche sono di seguito riportate:

- Alimentazione elettrica: 400 V AC 45 Amp (3ph + N + Gr) 50Hz, potenza impegnata stimata inferiore a 18 kW
- Aria strumenti: fornita alla pressione minima di 6 barg, con un contenuto d'olio massimo pari a 0,003 ppm e di polveri pari a 0,01 µm, deumidificata con punto di rugiada -20 °C (max)
- Acqua di raffreddamento: portata totale 297 kg/h, T_{IN} 27 °C, P_{IN} 4,0 barg, T_{OUT} 37 °C, P_{OUT} 3,8 barg.

3.2 CONFIGURAZIONE FINALE E PROGETTO DI DETTAGLIO

Lo schema dell'unità di rigenerazione inizialmente previsto e descritto nel precedente paragrafo 3.1, ha subito, durante le successive fasi di studio, alcune modifiche volte a migliorarne il funzionamento ed a rendere il sistema più adatto alle attività di ricerca previste.

Le modifiche principali hanno riguardato i seguenti aspetti:

- Temperatura di uscita del prodotto
- Posizionamento del quadro di controllo e relativo grado di protezione IP (Index Protection)
- Aggiunta, nel quadro di controllo, di un modulo di comunicazione remota
- Modifica del sistema di recupero dei vapori di solvente dal gas in uscita dalla colonna di stripping.

Secondo le valutazioni effettuate durante la prima fase progettuale, il solvente rigenerato sarebbe uscito dalla colonna alla temperatura di circa 112 °C. Nel caso in cui si voglia testare contemporaneamente il processo di assorbimento della CO₂ e quello di rigenerazione dei solventi utilizzati, una temperatura così alta potrebbe rappresentare un problema. Il processo di assorbimento della CO₂, tramite soluzioni amminiche, avviene, infatti, ad una temperatura di circa 30°C ed un eventuale innalzamento della temperatura di processo, è causa di un peggioramento delle prestazioni (le reazioni in gioco sono esotermiche). Poiché il processo di rigenerazione è favorito, invece, dalle alte temperature ed avviene, tendenzialmente, ad una temperatura di circa 110-120 °C, l'utilizzo contemporaneo della sezione di separazione della CO₂ e dell'unità di rigenerazione, ha richiesto l'inserimento di uno scambiatore, per ridurre la temperatura del solvente rigenerato in uscita dalla colonna a circa 50°C.

Il layout definitivo dell'unità di rigenerazione prevede l'installazione del quadro di controllo a bordo impianto, in zona non classificata ai sensi della normativa ATEX ma nelle vicinanze del sistema. Questa variazione, che ha portato alla scelta di un tipo di quadro caratterizzato da grado di protezione IP superiore, consente all'operatore di tener sotto controllo il funzionamento del sistema durante l'azionamento manuale delle diverse apparecchiature.

Le esigenze della sperimentazione, e quindi la necessità di monitorare il processo di rigenerazione seguendo la variazione dei parametri in gioco, ha reso indispensabile un ampliamento del progetto iniziale con l'inserimento di un modulo di comunicazione remota. Quest'elemento consente di portare i segnali fino alla sala controllo dell'impianto pilota e di monitorarli in continuo

durante il funzionamento dell'unità. Questa modifica predispone, inoltre, il sistema ad un ulteriore futuro ampliamento mirato alla gestione automatica e da remoto del processo.

La modifica più rilevante, elaborata durante la seconda fase di progettazione, ha riguardato il sistema per il recupero dei vapori di solvente dalla corrente di gas in uscita dalla colonna di stripping. Il sistema iniziale, costituito da condensatore, drum e pompa di riflusso, è stato sostituito da un sistema più semplice composto da condensatore e guardia idraulica. Il condensatore è stato installato in testa alla colonna di stripping ed il rinvio delle condense alla stessa, che avviene per caduta (non più tramite la pompa di riflusso), è comandato dal livello di liquido presente nella guardia idraulica.

La figura seguente mostra lo schema definitivo (semplificato) del sistema.

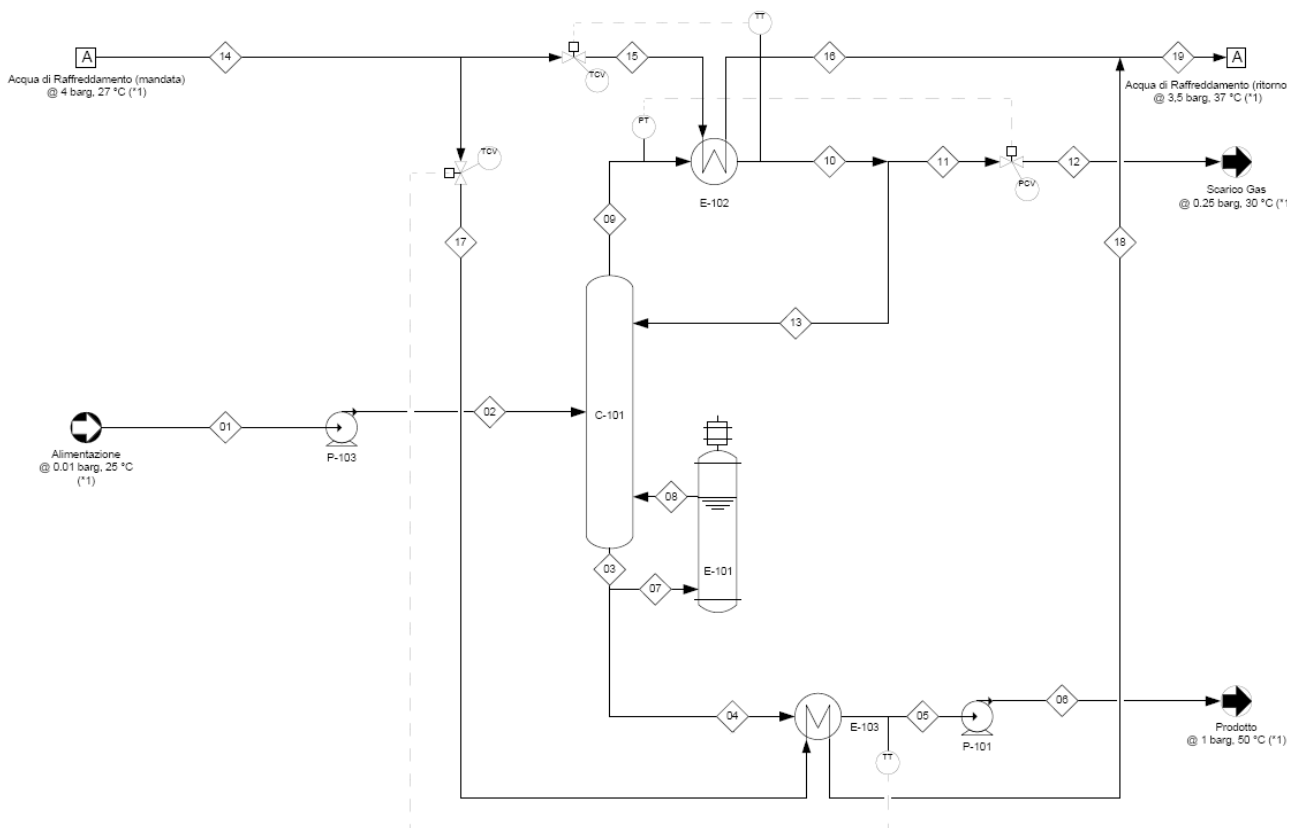


Figura 3.2. Configurazione finale dell'unità di rigenerazione

Si riporta di seguito una tabella riassuntiva dei flussi in ingresso ed uscita dalle diverse apparecchiature, in particolare, sono indicate temperature, pressioni, portate e concentrazioni determinate dai calcoli di progetto. Ciascuno stream è stato indicato col numero identificativo riportato nella precedente figura 3.2.

Stream		01	02	03	04	05	06	07	08	09	10
Description		Alimentazione	Alimentazione colonna	Liquido in uscita dalla colonna	Soluzione rigenerata	Soluzione raffreddata	Prodotto	Liquido al ribollire	Gas dal ribollire	Gas dalla colonna	Miscela dal condensatore
Phase		LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	GAS ***	GAS	GAS-LIQ
T [°C]	Nor	25	25	110	111	50	50	110	111	98	35
	Max	35	35	112	113	60	60	112	113	100	45
	Min	10	10	109	109	35	35	108	109	95	25
p [barg]	Nor	0,01	0,40	0,40	0,40	0,40	1,00	0,40	0,40	0,40	0,40
	Max	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	1,50	0,50	0,50	0,50	0,50
	Min	0,00	0,30	0,30	0,30	0,30	0,50	0,30	0,30	0,30	0,30
Flowrate	Nor [kmol/h]	2,00	2,00	2,53	1,98	1,98	1,98	0,64	0,64	0,27	0,27
	Nor [l/h]	48,8	48,8	56,6	42,9	42,9	42,9	13,8	14.454,0	5.982,3	2.579,9
	Nor [kg/h]	48,0	48,0	56,3	43,0	43,0	43,0	13,2	13,2	7,8	7,8
	Max [kg/h]	60,0	60,0	69,5	53,7	53,7	53,7	15,8	15,8	9,8	9,8
	Min [kg/h]	30,0	30,0	35,7	26,9	26,9	26,9	8,8	8,8	4,8	4,8
[%] weight	CO ₂	10,0	10,0	5,0	Tracce	Tracce	Tracce	5,0	19,0	64,0	64,0
	MEA	27,0	27,0	23,0	30,0	30,0	30,0	23,0	1,0	Tracce	Tracce
	H ₂ O	63,0	63,0	72,0	70,0	70,0	70,0	72,0	80,0	36,0	36,0
[%] molar	CO ₂	5,6	5,6	2,3	Tracce	Tracce	Tracce	2,3	9,8	42,4	42,4
	MEA	10,6	10,6	8,5	11,2	11,2	11,2	8,5	0,4	Tracce	Tracce
	H ₂ O	83,8	83,8	89,2	88,7	88,7	88,7	89,2	90,7	57,5	57,5

Stream		11	12	13	14	15	16	17	18	19
Description		Gas dal serbatoio	Scarico gas	Liquido alla colonna	Acqua di raffreddamento (mandata)	Acqua di raffreddamento al condensatore	Acqua di raffreddamento dal condensatore	Acqua di raffreddamento al raffreddatore	Acqua di raffreddamento dal raffreddatore	Acqua di raffreddamento (ritorno)
Phase		GAS	GAS	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO	LIQUIDO
T [°C]	Nor	35	35	35	27	27	37	27	37	37
	Max	45	45	45	30	30	42	30	42	42
	Min	25	25	25	20	20	28	20	28	28
p [barg]	Nor	0,40	0,25	0,40	4,00	3,80	3,50	3,50	3,50	3,50
	Max	0,50	0,40	0,50	4,50	4,20	4,20	4,20	4,20	4,20
	Min	0,30	0,00	0,30	2,10	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Flowrate	Nor [kmol/h]	0,12	0,12	0,15	23,71	10,61	10,61	13,10	13,10	23,71
	Nor [l/h]	2.579,9	2.579,9	2,8	427,8	191,3	191,3	236,4	236,4	427,8
	Nor [kg/h]	4,9	4,9	2,8	427,1	191,1	191,1	236,1	236,1	427,1
	Max [kg/h]	6,2	6,2	3,6	450,0	198,9	198,8	251,2	251,2	450,0
	Min [kg/h]	3,1	3,1	1,7	362,4	139,1	139,1	223,3	223,3	362,4
[%] weight	CO ₂	98,0	98,0	4,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	MEA	Tracce	Tracce	Tracce	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	H ₂ O	2,0	2,0	96,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
[%] molar	CO ₂	96,1	96,1	1,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	MEA	Tracce	Tracce	Tracce	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	H ₂ O	3,9	3,9	98,2	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Tabella 3.1. Stream unità di rigenerazione

Si riportano di seguito le caratteristiche tecniche delle apparecchiature costituenti l'unità di rigenerazione.

Colonna di separazione (C-101)

La colonna di separazione è del tipo a riempimento progettata per la rigenerazione termica di una portata di 50 l/h di soluzioni amminiche utilizzate in processi di assorbimento della CO₂, le cui caratteristiche principali sono di seguito riportate:

Materiale: AISI 316

Ingombri: altezza tot. 4000 mm; diametro max 300 mm

Pressione di progetto : 1 barg

Temperatura di progetto:	180 °C
Temperatura d'esercizio:	113 °C
Diametro esterno del corpo:	168 mm
Spessore di parete minimo:	3 mm
Altezza totale riempimento:	1200 mm (3x400 mm)
Tipo di riempimento:	anelli 316
Massimo livello di liquido:	250 mm
Certificazioni:	PED

Ribollitore (E-101)

Il ribollitore è un riscaldatore a resistenza di tipo corazzato ad immersione su flangia, progettato su misura in base alle specifiche esigenze dell'unità di rigenerazione. È composto da 15 elementi corazzati in titanio elettrosaldati su flangia (DN250 PN16-UNI 6093-AISI 316L ricoperta dal lato fluido con foglio di titanio sp. 2 mm), le cui caratteristiche principali ed uno schema semplificato dello stesso (figura 3.3) sono di seguito riportate:

Materiale:	Titanio
Grado di protezione:	IP 65
Ingombri:	altezza tot. 2600 mm; diametro 400 mm
Potenza:	14,5 kW (tensione 400V/3Ph)
Pressione di progetto:	0,49 barg
Pressione di esercizio:	0,2-0,8 barg
Temperatura di progetto:	190 °C
Temperatura in uscita:	115 °C
Temperatura di esercizio max:	130 °C
Diametro esterno del corpo:	273 mm
Portata max:	60 l/h
Caratteristica elementi corazzati:	Diametro 16 mm, sviluppo 3468 mm ripiegati a U con lunghezza sotto battuta pari a 500 mm, potenza unitaria 967 W, tensione 231 V, potenza specifica 1,0 W/cm ²
Spessore di parete minimo:	3 mm
Massimo livello di liquido:	1200 mm

Certificazioni: PED

Sicurezze: termoresistenza per controllo di sovratemperatura della guaina (temperatura di settaggio 150 °C);
 termoresistenza per controllo temperatura fluido (temperatura di settaggio 115 °C)

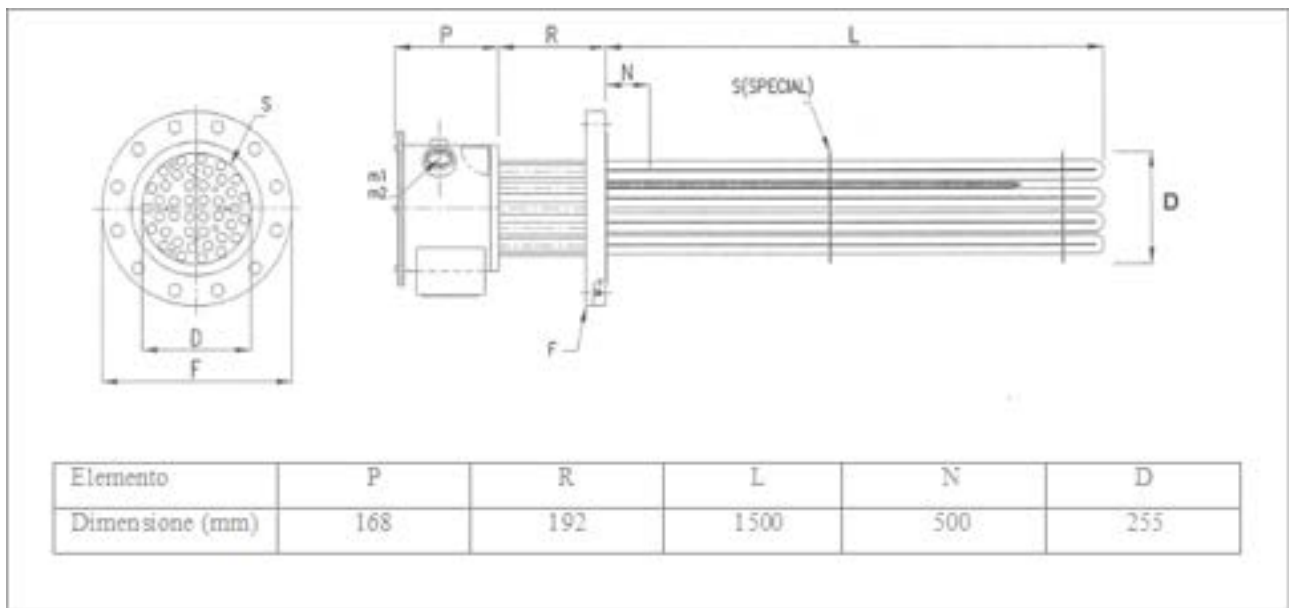


Figura 3.3 Ribollitore

Scambiatore soluzione rigenerata (E-103)

Lo scambiatore di calore è del tipo a piastre saldobrasate costituito da un pacco di piastre in acciaio AISI 316. Durante l'assemblaggio, ogni seconda piastra del pacco-piastre, è stata girata di 180° rispetto alla precedente; in questo modo sono stati creati due circuiti distinti nei quali i due fluidi restano separati. La direzione dei due flussi risulta in parallelo e contro corrente.

Si riportano di seguito le caratteristiche principali dello scambiatore:

Materiale piastre: AISI 316, brasatura in rame al 99,99%

Ingombro: altezza tot. 1700 mm; diametro 500 mm

Potenza: 5 kW (tensione 400V/3Ph)

Pressione di progetto: 1 barg

Temperatura di progetto: 180 °C

Pompe di alimentazione e ricircolo (P-101/P-103)

Le pompe di alimentazione e ricircolo, che hanno il compito di elaborare l'ammina entrante e uscente dall'impianto, sono di tipo alternativo a pistone con ritorno a molla ed hanno le seguenti caratteristiche principali:

Pompa P-101

Pressione di Progetto	6 bar
Temp. di Progetto:	60 °C
Materiale Corpo	AISI316
Potenza Installata	0,25kW
Alimentazione Elettrica	230/400V
Portata Massima	96 l/h

Pompa P-103

Pressione di Progetto	6 bar
Temp. di Progetto:	60 °C
Materiale Corpo	AISI316
Potenza Installata	0,25kW
Alimentazione Elettrica	230/400V
Portata Massima	96 l/h

Quadro elettrico di controllo e sistema di controllo del processo

Il quadro elettrico di controllo è realizzato in modo da poter monitorare tutte le variabili misurate sul campo, ed effettua tutte le operazioni previste dal controllo automatico del processo, durante il funzionamento normale dell'impianto. Regola, inoltre, tutte le operazioni di sicurezza previste in caso di malfunzionamento (interblocchi) e permette all'operatore di realizzare lo spegnimento di emergenza tramite l'apposito pulsante. Tutte le variabili di processo ed i loro set-point sono visualizzati sul quadro e resi disponibili per la loro ripetizione tramite collegamento seriale.

Le caratteristiche tecniche del quadro sono:

Tensione di esercizio:	400 V -230 V;
Tensione ausiliari:	0-115-230VAC/24VDC;

Frequenza: 50 Hz
 Corrente nominale: 40A;
 potenza totale: 18 kW;
 Grado di protezione: IP55.

Tutti i loop di controllo possono essere comandati, impostati e monitorati sul quadro attraverso i diversi moduli di controllo, interruttori, pulsanti e spie luminose poste su di esso. Gli allarmi di malfunzionamento sono visualizzati tramite apposite spie applicate sul quadro.

L'impianto è dotato di opportuni strumenti e componenti di sicurezza che permettono di identificare condizioni anomale di funzionamento.

Si riporta di seguito uno schema riassuntivo degli allarmi e del tipo di intervento previsto per ciascun allarme:

Descrizione	Intervento	Richiesta reset
Basso livello in colonna	Solo allarme	NO
Alto livello in colonna	Solo allarme	NO
Bassissimo livello in colonna	Blocco P-101 e E-101	SI
Altissimo livello in colonna	Blocco P-103	NO ma necessario riavvio manuale
Alta temperatura ribollitore	Solo allarme	NO
Altissima temperatura ribollitore	Blocco P-101 e E-101	SI
Alta temperatura ingresso P-103	Solo allarme	NO
Altissima temperatura ingresso P-103	Blocco P-101 e E-101	SI
Guardia idraulica scarica	Blocco P-101, E-101 e P-103	SI
Alta temperatura in colonna	Solo allarme	NO

Tabella 3.2. Allarmi e blocchi del sistema di controllo

Il **controllo della portata di alimentazione** alla colonna è gestito tramite una pompa dosatrice dotata di inverter. Il funzionamento della pompa di alimentazione (P-103) è bloccato, nel caso di intervento delle logiche di interblocco legate all'altissimo livello della colonna e nel caso di mancanza acqua nella guardia idraulica. Dopo l'intervento di un interblocco, la pompa può ripartire solo se l'allarme che ha generato l'interblocco cessa, e l'operatore riavvia manualmente le pompe, attraverso l'apposito interruttore su quadro elettrico di controllo.

Il **controllo del livello in colonna** è effettuato da un modulo che regola la portata della pompa P-101 (scarico prodotto) in funzione del set-point inserito dall'operatore. Dallo stesso modulo, sono

impostabili due soglie di allarme per il livello basso ed il livello alto del reattore; questi due allarmi non sono collegati a nessuna logica di controllo e forniscono solo un'indicazione della deviazione.

Gli interventi di sicurezza sul livello di liquido in colonna sono collegati a due livellostati di bassissimo livello e di altissimo livello. Il livellostato di bassissimo livello comanda l'arresto della pompa del prodotto (P-101) ed interrompe l'alimentazione elettrica del ribollitore (E-101).

Il **controllo della pressione operativa** è realizzato tramite un blocco che regola l'apertura della valvola di controllo della pressione, in funzione del set-point inserito dall'operatore. Dallo stesso modulo, è possibile impostare la soglia di allarme per alta pressione che non è collegata a nessuna logica di controllo e fornisce soltanto un'indicazione della deviazione.

In caso di malfunzionamento, la sovrappressione è scaricata automaticamente da una valvola di sicurezza posta in testa alla colonna (tarata alla pressione di 1 barg).

L'impianto è dotato, inoltre, di una valvola rompi vuoto, necessaria a mettere in sicurezza l'impianto in caso di depressione causata dalla condensazione del liquido di processo, durante un'eventuale fase incontrollata.

Il **controllo della temperatura di scarico gas** viene effettuato attraverso un blocco che regola la portata dell'acqua di raffreddamento al condensatore (E-102), in funzione di una temperatura di set-point inserita dall'operatore. Dallo stesso modulo, è possibile impostare una soglia di allarme per l'alta temperatura di scarico gas; tale modulo non è collegato a nessuna logica di controllo.

Il **controllo della temperatura del prodotto** viene effettuato attraverso un blocco che regola la portata dell'acqua di raffreddamento allo scambiatore (E-103), in funzione di una temperatura di set-point inserita dall'operatore. Dallo stesso modulo, è possibile impostare una soglia di allarme per alta temperatura prodotto, tale modulo non è collegato a nessuna logica di controllo.

Il **controllo della temperatura del ribollitore** avviene mediante due termoresistenze, di cui, una misura la temperatura del fluido di processo all'interno del ribollitore, l'altra, misura la temperatura di guaina delle resistenze. Il blocco dedicato regola la temperatura del ribollitore sulla base del set-point fissato per la temperatura del fluido di processo. Dallo stesso blocco è possibile impostare una soglia di allarme per alta temperatura, che non è collegata a nessuna logica di controllo e fornisce soltanto un'indicazione della deviazione.

La termoresistenza che misura la temperatura di guaina svolge un'azione di sicurezza, l'allarme di altissima temperatura interviene arrestando la pompa di ricircolo (P-101) e l'alimentazione del ribollitore (E-101).

4. Installazione dell'impianto, collaudi e prime prove di funzionamento

L'unità di rigenerazione delle ammine è stata consegnata e installata presso la piattaforma sperimentale Sotacarbo i primi giorni del mese di agosto (dal 03/08/2011 al 09/08/2011).

I collaudi sono stati effettuati in due fasi:

- Il collaudo funzionale con la verifica delle singole apparecchiature e dell'intero impianto in data 28/07/2011, a Torino presso la sede della ditta fornitrice Hysytech
- Il collaudo prestazionale con la verifica dello start-up e delle prestazioni dell'impianto dal 10/08/2011 al 11/08/2011, presso la sede Piattaforma sperimentale Sotacarbo.

4.1 MONTAGGIO ED INSTALLAZIONE DELL'IMPIANTO

L'impianto è stato assemblato su uno skid, realizzato appositamente, e consegnato insieme all'impianto stesso. Nelle figure seguenti sono riportate le fasi di installazione e di montaggio più rappresentative.

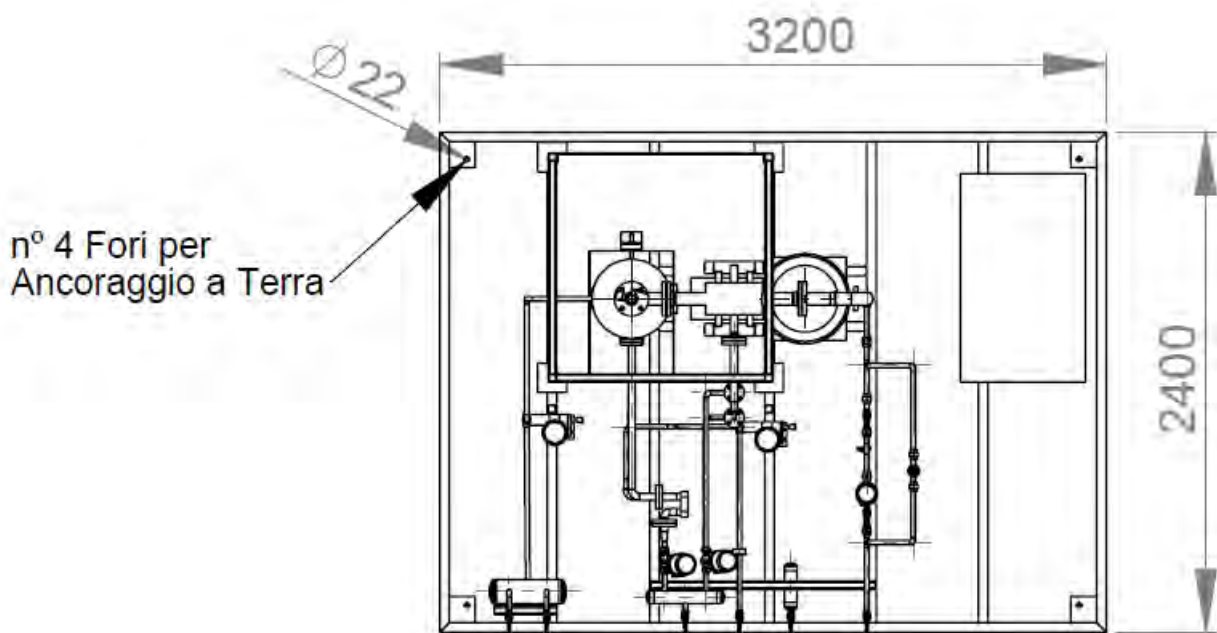


Figura 4.1 Layout con i punti di ancoraggio

Lo skid, come riportato nella figura 4.1, è stato ancorato, mediante quattro tiranti in acciaio, ad una piattaforma in cemento armato, appositamente realizzata. La struttura della colonna è fissata allo skid di base tramite 16 bulloni M16.

Dopo aver fissato la struttura di base, è stata posizionata e fissata la struttura portante della colonna (Figura 4.2); è stato installato il quadro di regolazione e controllo con i relativi collegamenti elettrici e realizzato il piping di collegamento tra Ribollitore (E-101) e Colonna (C-101).



Figura 4.2 Foto dei punti di ancoraggio

Punto di ancoraggio

Infine, per poter effettuare i collaudi, sono state collegate all'unità le linee di adduzione e di scarico dei seguenti fluidi:

- ingresso e uscita acqua di raffreddamento,
- ingresso ammina da rigenerare,
- uscita ammina rigenerata.

Si riporta, di seguito, un'immagine complessiva dell'unità di rigenerazione.



Figura 4.3 Foto dell'intero impianto

4.2 COLLAUDO FUNZIONALE

Il collaudo funzionale si è svolto a Torino, presso la sede del fornitore (Hysytech S.r.l.), ed è stato eseguito utilizzando acqua come fluido di prova. In una prima fase del collaudo, è stata effettuata un'ispezione visiva delle apparecchiature dell'impianto e dei relativi collegamenti elettrici e meccanici. Successivamente è stato effettuato il controllo dimensionale dell'impianto e la corrispondenza con quanto indicato nella progettazione di dettaglio. Infine, è stata verificata la corretta realizzazione del piping per i fluidi di servizio all'impianto: acqua, aria compressa e ammine.

Terminate le verifiche preliminari, è stato effettuato il set-up dell'impianto le cui fasi principali sono state le seguenti:

- posizionamento di tutte le valvole manuali secondo specifica per poter effettuare il successivo start-up dell'impianto;
- accensione del quadro di regolazione e controllo e verifica del funzionamento dei seguenti allarmi: allarme basso livello della guardia idraulica, allarme basso e bassissimo livello in colonna;
- riempimento manuale dell'impianto con acqua;
- impostazione dei valori di set-point dell'impianto secondo quanto riportato nella seguente tabella:

Set point Livello liquido in Colonna	155 (mm)
Set point Temperatura controllo Ribollitore	113 °C
Set point Temperatura di sicurezza Ribollitore	150 °C
Set point Temperatura controllo Prodotto	60 °C
Set point Temperatura di sicurezza P-101	90 °C
Set point Temperatura controllo Scarico Gas	20 – 50 °C
Set point Portata controllo Alimentazione	50 l/h

Tabella 4.1 Valori di set-point

Dopo aver inserito i valori di set-point, si è proceduto con l'avviamento dell'impianto, in particolare è stato acceso prima il ribollitore e solo al seguito del raggiungimento della temperatura di 95 °C sono state avviate le pompe di ingresso ed uscita delle ammine dall'impianto. Successivamente, l'impianto è stato testato per circa tre ore, verificando la funzionalità del processo, dei controlli e l'intervento in automatico delle procedure di sicurezza, di seguito elencate:

- sicurezza basso livello della guardia idraulica: il cui intervento determina lo spegnimento: del ribollitore, delle pompe di uscita ed ingresso ammine;
- sicurezza alto livello liquido in colonna: il cui intervento determina il blocco della pompa di ingresso ammine all'impianto;
- sicurezza basso livello in colonna: il cui intervento determina il blocco della pompa di uscita ammine all'impianto e lo spegnimento del ribollitore;
- sicurezza alta temperatura ingresso pompa uscita ammine: il cui intervento determina il blocco della pompa di uscita ammine dall'impianto.

Il collaudo funzionale dell'impianto di rigenerazione delle ammine ha dato esito positivo e sono stati rispettati tutti i parametri previsti.

4.3 COLLAUDO PRESTAZIONALE

Il collaudo prestazionale si è svolto presso la piattaforma sperimentale Sotacarbo ed è stato eseguito sia utilizzando acqua che ammine come fluidi di processo. Nella prima fase del collaudo prestazionale è stata effettuata un'ispezione visiva dell'intero impianto, analizzando la struttura di supporto, il piping ed i cablaggi effettuati sul quadro. Nella seconda fase, l'impianto di rigenerazione delle ammine è stato alimentato elettricamente ed è stata verificata la funzionalità degli allarmi.

Ultimata questa fase preliminare sono stati impostati i valori di set-point dei principali parametri di controllo ed è stato testato l'impianto utilizzando acqua quale fluido di controllo per verificare il funzionamento dei dispositivi di sicurezza dell'impianto con le stesse modalità utilizzate per il collaudo funzionale. Durante il test preliminare sono stati rilevati malfunzionamenti alle seguenti apparecchiature:

- sensore per il monitoraggio della portata della pompa di ingresso ammine all'impianto;
- motore del ventilatore della pompa di uscita ammine dall'impianto.

Il verificarsi dei suddetti malfunzionamenti non ha impedito il completamento della fase di collaudo prestazionale.

Nei giorni 10/08/2011 e 11/08/2011 è stato effettuato lo start-up dell'impianto di rigenerazione con ammine esauste (MEA 5M), durante il quale si è verificato un malfunzionamento del controllo di livello della colonna di rigenerazione, prontamente risolto regolando la potenza del ribollitore. I valori di set-point utilizzati durante la prova sono stati i seguenti:

Set point Livello liquido in Colonna	155 (mm)
Set point Temperatura controllo Ribollitore	105 - 113 °C
Set point Temperatura di sicurezza Ribollitore	150 °C
Set point Temperatura controllo Prodotto	60 – 90 °C
Set point Temperatura di sicurezza P-101	90 °C
Set point Temperatura controllo Scarico Gas	20 – 50 °C
Set point Portata controllo Alimentazione	50 l/h

Tabella 4.2 Valori di set-point

Durante la fase di collaudo, per valutare l'efficienza del sistema, sono state effettuate le analisi sull'ammina esausta e su quella rigenerata, per valutare la quantità di CO₂ presente nella soluzione, espressa in termini di caricamento (moli di CO₂/mole di MEA), secondo la metodica proposta da SINTEF (Trondheim, Norvegia). Si riportano di seguito i risultati delle analisi eseguite.

COLLAUDO	data analisi	pH	moli_{co2}/l	moli_{co2}/moli_{MEA}
MEA ESAUSTA	11/08/2011	10,88	0,985	0,197
MEA RIGENERATA ore 10:15	11/08/2011	11	0,85	0,170
MEA RIGENERATA ore 11:40	11/08/2011	11,05	0,76	0,152

Tabella 4.2 Valori delle analisi di laboratorio

5. Conclusioni

Il collaudo prestazionale per l'impianto è stato eseguito con una soluzione di MEA 5 molare per testare la massima potenzialità dell'unità di rigenerazione. I primi risultati hanno evidenziato un'efficienza di rigenerazione dell'ammina pari a circa il 30%, valore inferiore a quello indicato nell'ordine (97%). Pertanto per migliorare tale efficienza sarà necessario ottimizzare il settaggio dei parametri di controllo dell'impianto, con l'esecuzione di diverse prove. Inoltre sarà necessario predisporre un documento tecnico, in collaborazione con la ditta fornitrice, per la corretta conduzione dell'impianto.