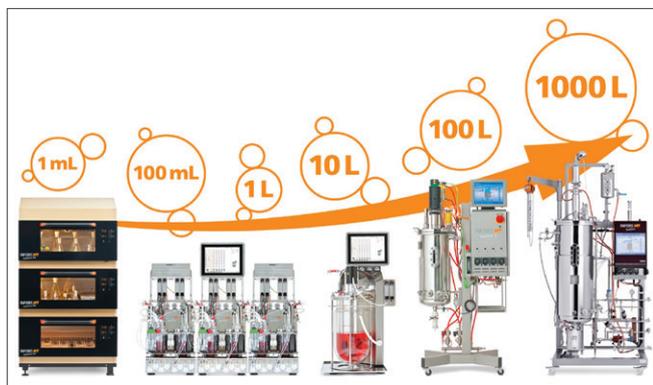




LO SCALE-UP È INGEGNERIA CHIMICA, MA I PROBLEMI NASCONO NELLA MANCATA CONSIDERAZIONE DEGLI ASPETTI CHIMICI



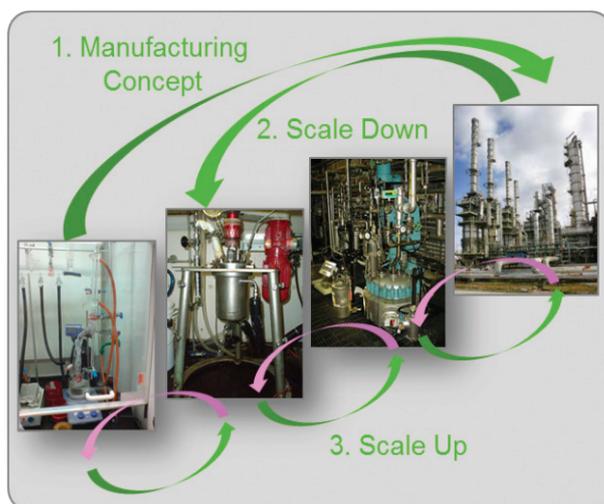
Lo scale-up di una reazione chimica per riprodurre i dati di laboratorio nell'impianto industriale e per gestire con sicurezza l'aumento di scala di un processo è problematico solo per i reattori ed i processi di cristallizzazione, dove sono richiesti diversi stadi successivi di prove a dimensione crescente.

Lo scale-up è la procedura con la quale una scoperta diventa innovazione. Le principali difficoltà in questo passaggio sono dovute alla diversità della velocità di trasferimento di calore, dei tempi di mescolamento, della velocità di trasferimento di massa fra il laboratorio e l'impianto industriale, che diventano determinanti in presenza di due fasi (liquido-liquido, gas-liquido, gas-solido) e in aggiunta all'aumento dei tempi di residenza, che possono provocare facilmente reazioni parassite, condizioni che si verificano all'au-

mentare delle dimensioni delle apparecchiature. Per trasferire in laboratorio un reagente in un pallone si impiega qualche secondo, mentre per trasferire un liquido vischioso in un reattore ci vogliono ore e questo allungamento dei tempi avviene anche per i trasferimenti di calore. Il tempo di mescolamento dipende da molti fattori: dalla forma dell'agitatore, da quella del recipiente e delle sue caratteristiche interne, dalla velocità di rotazione e dalla viscosità del liquido. Inoltre il fatto che il sistema di raffreddamento risulti meno efficace nel processo industriale rispetto al laboratorio porta ad un aumento della differenza di temperatura fra il reattore ed il sistema di raffreddamento o di riscaldamento, particolarmente con liquidi molto vischiosi; in processi esotermici ciò è causa di *runaway*. Per questo, per uno scale-up in sicurezza, occorre effettuare anche misure calorimetriche a livello di laboratorio. In un sistema di reazione a due fasi la velocità di una reazione può dipendere dalla velocità di trasferimento di massa che, a sua volta, dipende dall'area interfacciale, la quale deriva dal tipo di agitazione. Occorre alle volte cambiare la chimica durante lo scale-up per mantenere la selettività ottenuta, specialmente quando i sottoprodotti si formano dagli intermedi, e per aumentare la sicurezza nelle reazioni fortemente esotermiche.

Lo scale-up avviene nelle seguenti fasi a partire dai dati di laboratorio (i primi risultati della ricerca): al

bench-scale o micropilota (che più delle volte coincide con i dati di laboratorio), poi al pilota (ci possono essere più pilota a crescente dimensione), poi al reattore di mock-up (reattore simulato per studiare gli aspetti fisici e la forma delle apparecchiature), poi all'impianto dimostrativo (almeno 1/10 dell'industriale) ed infine all'impianto industriale. È riportato di seguito, come esempio che illustra tutte



queste fasi, lo scale-up dell'ossidazione del *n*-butano ad anidride maleica a letto fluido. Si è partiti con un reattore da laboratorio in vetro da 0,5 l di catalizzatore con 4 cm di diametro a pressione atmosferica; successivamente si è operato su un pilota con 1 l di catalizzatore e 5,2 cm di diametro con una pressione di 3 bar; poi è stato utilizzato un mock-up negli Stati Uniti per studiare la fluidodinamica; infine è stato realizzato un impianto dimostrativo con la stessa velocità superficiale, backmixing, densità e dimensioni delle bolle del reattore industriale (è servito per realizzare l'impianto industriale e nel miglioramento successivo del catalizzatore). L'impianto dimostrativo aveva un'altezza di 15 m e diametro di 1 m, mentre il reattore industriale era alto 15 m con diametro di 7 m.

I problemi dello scale-up di una polimerizzazione sono legati essenzialmente ai cambiamenti della viscosità durante le diverse fasi in cui è realizzato il processo, che comporta variazioni dei trasferimenti di massa e di calore. Anche i problemi dello scale-up di processi di fermentazione sono determinati dalla variazione del miscelamento e dalle diverse concentrazioni di ossigeno. Altri aspetti dello scale-up sono lo scale-down, ossia l'elaborazione di un flow-sheet dell'impianto a partire dai dati di laboratorio, quindi per realizzare una simulazione del processo, utile allo scopo di determinare quale tipo di pilota è necessario impiegare. Inoltre a partire dai dati di laboratorio viene elaborato anche il Life Cycle Assessment (LCA), che è ancora una simulazione del processo eseguita per prevedere il suo impatto ambientale, che può essere utile per decidere se sia meglio non proseguire. La seconda operazione chimica problematica nello scale-up è la cristallizzazione, che è più difficile dello scale-up dei reattori. I problemi principali sono, come nei reattori, le diverse condizioni di miscelazio-

ne, la non omogeneità della temperatura e della composizione che si verificano aumentando le dimensioni delle apparecchiature. Tuttavia, nella cristallizzazione, l'obiettivo non è solo riprodurre la resa e la selettività in un prodotto come nei reattori, ma anche la struttura cristallina, la morfologia e le dimensioni dei cristalli. Bisogna inoltre considerare che il mezzo di reazione è sempre una sospensione,

sistema difficile da trattare. Nella cristallizzazione bisogna utilizzare lo stesso solvente e le stesse soluzioni con le stesse impurezze sia nel laboratorio che nel pilota e nell'industriale e questo non è sempre attuabile. Inoltre le fasi successive della cristallizzazione debbono essere soggette a scale-up (ossia a prove con dimensioni crescenti), come quelle di filtrazione, centrifugazione, lavaggio dei cristalli, loro essiccamento e macinazione. Questi stadi possono modificare i risultati ottenuti nel cristallizzatore. Infine, è soprattutto difficile scalare prodotti cinetici (ossia instabili).

Un esempio dello scale-up di una cristallizzazione è il seguente, e si tratta di un prodotto che ha due forme morfologiche I e II che cristallizzano sotto forma di aghi con bassa densità (0,05 g/ml): 1° livello, studio veloce della solubilità in un cristallizzatore automatico con misure di torbidità da 1 ml con 10 solventi diversi; 2° livello, studio delle curve di solubilità e di metastabilità su un cristallizzatore da 50 ml su 4 solventi scelti dopo questa prima fase; 3° livello, primo screening dei diversi parametri di cristallizzazione con quattro solventi in un cristallizzatore da 50 ml; 4° livello, cambiamento degli obiettivi e secondo screening dei parametri operativi per produrre un'altra forma morfologica in un cristallizzatore da 50 ml ed aggiungendo un ulteriore stadio, quello della filtrazione; 5° livello, ottimizzazione dello studio con un solo solvente ed aggiungendo un ulteriore stadio, l'invecchiamento dei cristalli in un cristallizzatore di 50 ml; 6° livello, studio su un cristallizzatore da 600 ml; 7° livello, studi su un micropilota da 2 l; 8° livello, studio su un pilota da 50 l; 9° livello, cristallizzatore industriale 700 l.

In conclusione le diverse fasi dello scale-up si realizzano coniugando gli aspetti ingegneristici, con quelli chimici, economici, igienici, ambientali e di sicurezza.