



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



Ministero dello Sviluppo Economico

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Specifica generale – Studio sul processo di devolatilizzazione del carbone Sulcis

Stefano Cassani, Leandro Pagliari, Roberta Mecozzi

SPECIFICA GENERALE – STUDIO SUL PROCESSO DI DEVOLATILIZZAZIONE DEL CARBONE
SULCIS

Stefano Cassani, Leandro Pagliari, Roberta Mecozzi (ENEA)

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



UNITA' TECNICA TECNOLOGIE AVANZATE
PER L'ENERGIA E L'INDUSTRIA

UTTEI

Pag.1 Di 32

Copia di

Unità UTTEI-COMSO	Classificazione UTTEI COMSO COMSO/2011/005 IL	Distribuzione: RISERVATA
Progetto Accordo di programma MSE-ENEA – Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell’ambiente		Parole chiave Trattamento termico Carbone
Attività 2.2 Utilizzo pulito dei combustibili fossili, cattura e sequestro della CO2		

Titolo:

Specifica generale

STUDIO SUL PROCESSO DI DEVOLATILIZZAZIONE DEL CARBONE SULCIS

Sommario:

Questo documento costituisce la specifica generale relativa alle prove sperimentali inerenti lo studio sul processo di devolatilizzazione del carbone del sulcis sottoposto a trattamento di pirolisi. Vengono descritte in via generale le attività di ricerca specifiche e gli impianti e attrezzature utilizzate a tale scopo.

** Redazione:
Cassani Stefano
Pagliari Leandro
Mecozzi Roberta

4							
3							
2							
1							
0		**		A. CALABRO'		S.GIAMMARTINI	
Rev	Descrizione	Redazione	Data	Convalida	Data	Approvazione	Data

INDICE

1. PREMESSA

2. ATTIVITA' DI RICERCA

3. ATTIVITA' A - CARATTERIZZAZIONE DEL MATERIALE DI ALIMENTO

3.1 Il carbone

3.2 Caratterizzazione del carbone

3.3 La pirolisi

4. ATTIVITA' B – PROVE SPERIMENTALI SU IMPIANTO LABORATORIO

4.1 Impianto di riferimento

4.2 Interventi propedeutici

4.3 Campagna sperimentale

4.4 Tempistica

5. ATTIVITA' C – PROVE SPERIMENTALI SU IMPIANTO PILOTA

5.1 Impianto di riferimento

5.2 Interventi propedeutici

5.3 Campagna sperimentale

5.4 Tempistica

6. GESTIONE DELLE PROVE

7. RELAZIONE FINALE

8. ALLEGATI

9. LISTA DI DISTRIBUZIONE

1. - PREMESSA

Il sistema paese Italia è considerato tra i maggiori paesi industrializzati, e come tale è tra i maggiori consumatori e produttori di energia, ma a fronte di questa esigenza non vi è sul nostro territorio, la presenza sostanziale di fonti energetiche, in particolare fonti fossili: petrolio, carbone, gas.

Il carbone oggi rappresenta la fonte energetica fossile maggiormente presente in natura che per i suoi costi di estrazione e per la sua diffusione crea meno problemi a carattere economico e politico.

In uno scenario in cui i prezzi dei combustibili fossili definiti nobili (petrolio, gas naturale) tendono a lievitare continuamente a fronte di una loro non definita giacenza in natura, si rende sempre più necessaria la ricerca in campo energetico rivolta a fonti maggiormente presenti come il carbone, attraverso il quale, mediante processi di trasformazione chimico-fisica, si riesce a produrre un vettore energetico definito pulito per eccellenza quale l'idrogeno.

La presenza di giacimenti minerari di carbone nell'area sud-occidentale della Sardegna non ci garantisce un sufficiente sfruttamento di tale fonte energetica a causa della composizione chimico-fisica che ne limita lo sfruttamento, soprattutto per l'eccessiva presenza di zolfo e di tar.

Nel corso degli ultimi anni l'ENEA ha sviluppato una serie di studi e ricerche inerenti la specifica valorizzazione energetica del carbone per la produzione di idrogeno attraverso il processo termico di gassificazione.

Il syngas prodotto dalla gassificazione del carbone e della biomassa è normalmente inquinato dalla presenza di idrocarburi che condensando a bassa temperatura (tars) hanno un effetto estremamente dannoso sulle apparecchiature ed i condotti su cui si depositano.

Nel caso poi, ancora più gravoso, in cui vengono utilizzati carboni particolarmente sporchi e ricchi di componenti volatili, come nel caso del carbone del Sulcis, la presenza del tar può compromettere seriamente la funzionalità dell'impianto, come del resto dimostrato dai primi tests sperimentali eseguiti con il carbone del Sulcis presso l'impianto di laboratorio di Sotacarbo.

Per questo motivo si rende necessaria la definizione di un'attività avente come obiettivo quello di fornire le indicazioni teorico-sperimentali sullo sviluppo della devolatilizzazione/pirolisi del carbone in funzione delle condizioni operative di funzionamento, quali pezzatura del carbone, temperatura del forno, tempo di residenza del solido, ecc.

Gli interessi sinergici sul processo di pirolisi che legano le Unità UTTEI e UTTRI nel suo complesso, e lo studio sulla ottimizzazione della diagnostica ad esso connessa, offrono l'opportunità di realizzare un'attività di ricerca sulla pirolisi del carbone utilizzando in sintonia le attrezzature di laboratorio UTTEI-COMSO e le strutture impiantistiche che UTTRI-RIF gestisce presso il Centro di Ricerche Enea Trisaia.

Risultano di particolare interesse in tal senso le attrezzature da laboratorio per la caratterizzazione dei materiali da processare (nel nostro caso varie tipologie di carbone), il forno a tamburo rotante da banco ed il forno a tamburo rotante in scala pilota.

2. - ATTIVITA' DI RICERCA

Il presente documento tecnico descrive le attività che ci si propone di eseguire con l'obiettivo finale di approfondire le conoscenze sul processo di devolatilizzazione e pirolisi del carbone al fine, da un lato di ottimizzare la formazione di un gas costituito dai volatili del carbone per sfruttarne termicamente il potere calorifico, dall'altro di ottenere un residuo solido ("char") da poter utilizzare in un processo di gassificazione più stabile e pulito.

La ricerca riguarderà essenzialmente le seguenti attività:

Attività A - Caratterizzazione del materiale di alimento

Nel rispetto della documentazione redatta in precedenza andranno effettuate le seguenti caratterizzazioni riferite sia al carbone Sulcis che al carbone commerciale da utilizzare come riferimento:

- analisi elementare (C, N, H, O, S, ecc.)
- analisi immediata (umidità, volatili, ceneri)
- potere calorifico
- analisi termica con apparecchiature speciali; Termogravimetria(TGA), Analisi Termica Differenziale(DTA), Calorimetria Differenziale a Scansione(DSC).

A seguito di uno studio sulle risultanze derivanti dalla caratterizzazione del materiale, individuazione dei valori dei parametri operativi di prova significativi, quali: temperatura di processo e tempo di permanenza.

Attività B - Prove sperimentali su impianto di laboratorio

Pianificazione delle prove sperimentali su impianto scala banco definendo tutti i parametri operativi e le procedure di funzionamento come riportato sulla documentazione di prova:

- programmare eventuali modifiche di impianto
- allestire eventuale componentistica mancante
- allestire strumentazione speciale di acquisizione dati
- allestire strumentazione analitica e punti di campionamento per analitica off-shore.

Eseguire le prove sperimentali attenendosi alla documentazione di prova.

Considerando soltanto 3 le variabili, si può ipotizzare di prendere una temperatura T di riferimento, t un tempo di residenza del solido e un tempo t' di permanenza del gas, e su questi apportare una variazione in eccesso e/o in difetto, per una sequenza totale di 8 prove su carbone Sulcis, eventualmente replicabili su carbone commerciale e/o su carbone Sulcis con pezzatura diversa, per un totale di circa 12 prove.

Attività C - Prove sperimentali su impianto pilota

Pianificazione delle prove sperimentali su impianto pilota definendo tutti i parametri operativi e le procedure di funzionamento come riportato sulla documentazione di prova. Le prove su

impianto scala banco saranno servite per fornire le prime indicazioni sui valori dei parametri operativi ottimali, a tale scopo uno studio attento sui risultati ottenuti ci può permettere di limitare il numero di prove sperimentali da effettuare sull'impianto pilota di dimensione superiori, con un rapporto sull'alimentazione materiale di circa 1:50, e di conseguenza con problemi gestionali significativamente superiori. Le procedure per pianificare le prove saranno orientativamente le stesse:

- programmare eventuali modifiche di impianto
- allestire eventuale componentistica mancante
- allestire strumentazione speciale di acquisizione dati
- allestire strumentazione analitica e punti di campionamento per analitica off-shore.

Eeguire le prove sperimentali attenendosi alla documentazione di prova.

Allo scopo di ridurre il numero di prove si può ipotizzare di eliminare una variante dei tre parametri di riferimento, individuando e ottimizzando il tempo di permanenza del gas (t') per un totale di 4 prove da replicare parzialmente con pezzatura diversa e da comparare, eventualmente, con una prova utilizzando carbone commerciale, per un totale di circa 7 prove.

Controllo e caratterizzazione degli effluenti

Le attività connesse al controllo ed alla caratterizzazione dei flussi solidi e gassosi si riducono essenzialmente al monitoraggio ed alla determinazione dei parametri analitici necessari, unitamente ai rilievi effettuati sui parametri operativi, ad acquisire ulteriori elementi utili alla valutazione del processo.

L'insieme delle attività connesse alla supervisione ed al monitoraggio dell'impianto si pone infatti l'obiettivo di un costante e progressivo affinamento, nel corso delle prove, delle migliori condizioni di trattamento termico del materiale in esame.

Elaborazione dei risultati

Un'analisi accurata sull'acquisizione dei dati relativi agli effluenti in ingresso e uscita dall'impianto in relazione alle variazioni applicate ai parametri operativi, ci dovrà fornire tutte le informazioni possibili al fine di definire un esaustivo studio sulla devolatilizzazione/pirolisi del carbone in funzione delle condizioni di processo e ci permetterà la redazione di un elaborato "Report Finale di Prova".

3. - ATTIVITA' A - CARATTERIZZAZIONE DEL MATERIALE DI ALIMENTO

3.1 Il carbone

Il carbone rappresenta una delle principali fonti di energia elettrica e lo scenario prospettato nel World Energy Outlook 2008 prevede una ulteriore forte crescita della sua domanda nei prossimi anni. Il carbone è un solido costituito da numerosi composti chimici di elevato peso molecolare, formatosi nel corso di milioni di anni per l'azione di calore e pressione su residui vegetali inizialmente umidificati. Il suo rango è determinato dal livello della conversione del materiale organico originale in carbone e dipende sia dal tipo di vegetazione da cui si è originato che dalla profondità del giacimento, dalle pressioni e temperature a cui è stato sottoposto e dalla durata del processo. Infatti al crescere della durata del processo di carbonizzazione, il carbone che si ottiene presenta minore umidità, un maggior contenuto di carbonio, un maggiore potere calorifico e maggiore durezza. La lignite è il carbone più giovane e di minor rango, poi si trova il carbone sub-bituminoso come quello del Sulcis, il carbone bituminoso e infine il carbone antracitico.

Il carbone ha una struttura complessa dominata dal materiale organico presente in diverse forme petrografiche quali: la fusite, la vitrite, la clarite e la durite che derivano tra l'altro dalla lignina, dai grassi e dai residui animali decomposti. Inoltre sono presenti materiali inorganici, prevalentemente alumino-silicati e piriti.

Rispetto ai carboni di alto rango, i carboni sub-bituminosi come quello del Sulcis, presentano un maggior numero di gruppi carbossilici e di legami etere.

L'acqua può occupare gli spazi tra anelli vicini e paralleli e formare legami idrogeno con i carboni insaturi, aumentando ulteriormente la stabilità. Questo tipo di acqua è chimicamente parte del carbone e può rappresentare il 10-30% in peso del carbone.

3.2 Caratterizzazione del Carbone

Questa fase sperimentale riguarda la caratterizzazione dei carboni impiegati nelle fasi sperimentali successive.

Verranno effettuate le prove ASTM D 5142 e ASTM E 1131 per la determinazione del contenuto di umidità, volatili, carbonio fisso (materiale combustibile) e ceneri variandone alcuni parametri operativi e si sono confrontati i risultati dei due metodi.

Verranno eseguite, in collaborazione tra i laboratori di chimica UTTEI/COMSO e UTTRI/RIF, le analisi elementari per la determinazione del contenuto di Carbonio, Idrogeno, Azoto, Zolfo e per differenza di Ossigeno.

Materiali e metodi

I carboni considerati sono:

- carbone Sulcis e carbone Sulcis A, forniti da Carbosulcis S.p.A
- carbone antracitico russo
- miscela al 50% russo-Sulcis A

I campioni verranno macinati a mano in un mortaio di agata e sottoposti a vagliatura. La frazione considerata sarà il passante a 250µm (60 MESH).

La prima tecnica analitica impiegata è la termogravimetria, tipologia di analisi in cui il peso di un campione soggetto ad una variazione programmata della temperatura in un'atmosfera controllata, viene monitorato nel tempo. In questo caso è accoppiata con DSC in cui la temperatura del campione è confrontata con quella di un riferimento inerte sottoposto allo stesso processo. I risultati delle analisi termogravimetriche dipendono da: tipologia di atmosfera, velocità di riscaldamento, tempo di permanenza, dimensione delle particelle e tipologia di carica.

Saranno confrontati tra loro due metodi ASTM per la determinazione del contenuto di umidità, volatili e ceneri.

Il metodo ASTM D5142 riguarda la proximate analysis specificatamente per i campioni di carbone o coke sia in muffola che in termobilancia, mentre il metodo ASTM E1131 è specifico per la termogravimetria su campioni solidi o liquidi. I due metodi si differenziano per la modalità di conduzione della fase di pirolisi e di ossidazione e per i tempi della prova che sono molto diversi tra loro. La fase di ossidazione causa tra l'altro, l'espulsione di tutta l'acqua presente, la perdita di CO₂ e la conversione della pirite in ossidi di ferro e ossidi di zolfo.

L'analisi elementare prevede la misura della composizione percentuale degli elementi C, H, N e S, mentre la valutazione del contenuto di O avviene in questo caso per differenza. Il campione opportunamente macinato finissimo in un mortaio di agata è prima essiccato in stufa a 105°C per 24h e poi pesato ed incapsulato in una capsula di stagno e alimentato all'auto-campionatore dell'analizzatore EA 1110 CHNS-O della ThermoQuest. All'interno dello strumento il campione viene lavato da un flusso di elio e successivamente fatto cadere in un reattore verticale di quarzo tenuto a 1000°C dove incontra una miscela di elio-ossigeno e si realizza una violenta reazione esotermica (flash combustion). In queste condizioni ogni tipo di sostanza (anche quelle termicamente resistenti) viene completamente ossidata. Per rendere la combustione quantitativa, la miscela di gas sviluppata è fatta passare attraverso uno strato catalitico sempre all'interno del tubo di quarzo. Su un primo strato di WO₃ i gas vengono ulteriormente ossidati, sullo strato successivo di Cu gli ossidi di azoto e l'anidride solforica sono ridotti ad azoto elementare e anidride solforosa mentre l'ossigeno in eccesso viene bloccato. Successivamente la miscela viene inviata ad una colonna gascromatografica (Porapak PQS) dove i singoli gas vengono separati ed eluiti nell'ordine come azoto, anidride carbonica, acqua e anidride solforosa e rilevati impiegando un rilevatore TCD (rilevatore a conducibilità termica).

3.3 La pirolisi

Il processo della pirolisi consiste nella degradazione termica di un materiale ottenuta in assenza di agenti ossidanti. L'azione del calore si esplica attraverso la rottura delle molecole complesse e la formazione di un prodotto più leggero. I prodotti della pirolisi sono un syngas di pirolisi, una frazione liquida ottenibile per condensazione dei vapori (tar) e un residuo solido ancora combustibile (char). La distribuzione delle tre fasi dipende oltre che dal tipo di materiale trattato, dalle condizioni operative con cui viene condotta la pirolisi, in particolare dalla temperatura e dal tempo di esposizione del materiale a tale trattamento. Tempi lunghi (ordine dei minuti) e temperature moderate (intorno ai 500°C) favoriscono la produzione di residuo solido (char), mentre tempi brevi (ordine dei secondi) e temperature medio-elevate (intorno ai 600°C) favoriscono la formazione della frazione liquida e tempi brevi (ordine dei secondi) ad altissime temperature (intorno ai 1000°C) quella della frazione gassosa.

La pirolisi del carbone è un processo importante in quanto costituisce il primo passo di processi come la gassificazione, il “coal to liquid”, la combustione, ecc..

Sebbene in questi processi la pirolisi avvenga in intervalli di tempo molto brevi e a temperature molto elevate, come nel caso della combustione del polverino di carbone o nella gassificazione in letto fluido, è noto quanto questa fase possa globalmente influenzare il processo successivo.

Prodotti e fasi della pirolisi

A seconda della Temperatura a cui è esposto il carbone durante la pirolisi e dei tempi di residenza, ossia a seconda della severità del processo di pirolisi, si distinguono diverse fasi che sono collegate alla decomposizione termica di specifici gruppi funzionali del carbone e alle reazioni di ripolimerizzazione e cross-linking dei frammenti: la pirolisi primaria, secondaria e terziaria, a cui si accompagneranno prodotti diversi.

Durante la pirolisi primaria si ha la formazione di acqua derivante: dalla rottura dei legami H, dalla decomposizione dei gruppi carbossilici per temperature inferiori ai 300°C e dei fenoli per temperature tra i 300-450°C. Si ha inoltre formazione di CO₂ e inizia la produzione di idrocarburi leggeri alifatici e di Tar, creazione dei radicali liberi e astrazione di un idrogeno dalle catene adiacenti. Le sostanze organiche leggere sono rilasciate come vapori o Tar diffondendo dalla massa interna del carbone attraverso i pori fino alla superficie e poi diffondendo e vaporizzando dalla superficie alla massa gassosa sovrastante, mentre frammenti più grossi non riescono ad uscire. La fine della pirolisi primaria è determinata dall'esaurimento degli idrogeni disponibili per reagire con i radicali liberi appena formati. A causa del rilascio di CH₄, CO₂ e H₂O, saranno quindi in un secondo tempo favorite le reazioni di cross-linking tra gruppi funzionali adiacenti e di propagazione delle reazioni radicaliche: siamo alla pirolisi secondaria. Durante la pirolisi secondaria si liberano metano, HCN, CO, H₂, fenoli, olefine e si ha una ulteriore aromatizzazione del carbone. Durante la pirolisi terziaria prevalgono i fenomeni di cracking termico e la produzione di gas diminuisce ed è costituita prevalentemente da H₂, CH₄, CO, CO₂. Il char residuo è composto dai frammenti non rilasciati e ricombinati, e dalla parte minerale.

La composizione del gas uscente quindi comprende gas e vapori. Tra i gas i componenti in genere presenti sono: CO₂, C₂H₄, C₂H₆, C₄H₈, CO, H₂, CH₄, C₃H₆, C₃H₈, NH₃, H₂S, HCN, C₂H₂, C₅+, HCl. Tra i vapori predominano acqua, benzolo, toluolo, xiloli, idrocarburi paraffinici, naftenici, etilenici, acetilenici, ciclopentadiene, stirolo, naftalina e omologhi, composti ossigenati (cumarone), solforati (tiofeni, solfuro di carbonio), azotati (piridina, chinolina, pirrolo), acidi (fenoli).

All'aumentare della temperatura di pirolisi diminuiscono le percentuali in peso di ossigeno ed idrogeno nel char a causa della formazione di acqua, ossidi di carbonio e idrocarburi leggeri che posseggono rapporti O/C e H/C più elevati del carbone di partenza. Il contenuto di zolfo del char residuo è sempre minore rispetto al carbone di partenza. Tuttavia la dipendenza del tenore di zolfo dalla temperatura varia a seconda del tipo di carbone considerato perché l'influenza del materiale inorganico presente è molto marcata. Il contenuto di azoto invece tende ad aumentare nel char.

La composizione elementare del Tar invece presenta spesso un leggero arricchimento di zolfo e idrogeno ed una diminuzione dell'ossigeno presente. Tutto lo zolfo presente nel Tar è di natura organica. In carboni con elevato contenuto di pirite, si può manifestare invece un incremento dello zolfo organico nel Tar e nel char rispetto al carbone di partenza, dovuto all'incorporazione dello zolfo, derivante dalla decomposizione della pirite, nella struttura organica. Al crescere della temperatura, il tenore di idrogeno diminuisce.

Pirolisi e devolatilizzazione del Carbone Sulcis

L'oggetto della presente sperimentazione è quello di aumentare le conoscenze relative al comportamento di un carbone di basso rango come quello del Sulcis in fase di pirolisi, con il fine di individuare le variabili che caratterizzano il processo e scegliere i parametri di processo più significativi da indagare sugli impianti presenti presso il Centro Enea Trisaia con il fine ultimo di sviluppare un pre-trattamento che permetta di ottenere mediante la pirolisi: un char di migliore qualità per i processi di gassificazione, l'allontanamento del tar e la sua successiva valorizzazione termica.

Materiali e metodi

I carboni considerati verranno distinti in più campioni:

- carbone Sulcis fornito da Carbosulcis S.p.A.
- carbone Sulcis A (frazione < 4mm) fornito da Carbosulcis S.p.A.
- carbone Sulcis B (frazione tra i 4 mm e i 10 mm) fornito da Carbosulcis S.p.A.
- carbone antracitico Russo

I campioni quando necessario, verranno macinati a mano in un mortaio di agata e sottoposti a vagliatura. Nel caso del carbone Sulcis il campione è essiccato a 105°C, mentre nel caso dei carboni Sulcis A e B e Russo sono utilizzati tal quali.

Pirolisi in TGA-DSC

La prima tecnica analitica impiegata è la termogravimetria, tipologia di analisi in cui il peso di un campione soggetto ad una variazione programmata della temperatura in un'atmosfera controllata, viene monitorato nel tempo. In questo caso è accoppiata con DSC in cui la temperatura del campione è confrontata con quella di un riferimento inerte sottoposto allo stesso processo. Le temperature del campione e del riferimento sono misurate a mezzo di 12 termocoppie posizionate sul fondo del braccetto porta campione. I risultati delle analisi termogravimetriche dipendono da: tipologia di atmosfera, velocità di riscaldamento, tempo di permanenza, dimensione delle particelle e tipologia di carica.



Figura 1: Bilancia Termogravimetrica e dettaglio del braccetto di misurazione con il crogiuolo del campione e del riferimento

Pirolisi in fornello tubolare con cattura del Tar

Per poter valutare i risultati su un quantitativo di campione più significativo, vengono effettuate le pirolisi in un fornello tubolare orizzontale. La Figura 2 schematizza l'apparato sperimentale. Campioni di circa 5 g vengono inseriti in una navicella di allumina e posizionati all'interno di un tubo di quarzo di 25 cm di lunghezza e 3 cm di diametro chiuso con un tappo di Teflon all'interno del quale passano due tubi in acciaio inossidabile per l'ingresso del gas inerte N_2 (tubo lungo) e l'uscita dei prodotti (tubo corto) ed una termocoppia di tipo K per la misura della Temperatura del campione, collegata ad un lettore di termocoppie XS. Il gas è alimentato al reattore attraverso un flussimetro alla portata di 200 ml/min. Prima di ogni prova il tubo di quarzo è degassato per almeno 30 minuti per eliminare tutta l'aria presente.

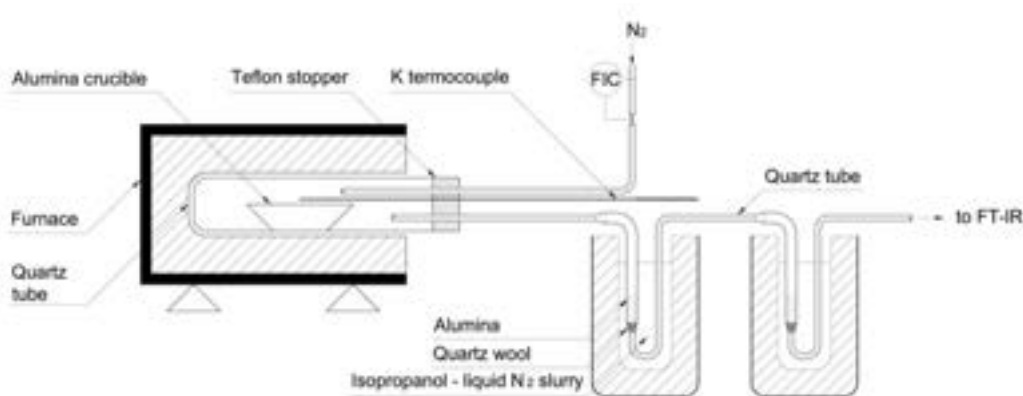


Figura 2: apparato sperimentale per le prove di pirolisi in fornello tubolare

Dopo il degassaggio il tubo è inserito nel forno, lasciando l'estremità con il tappo all'esterno per circa 10 cm per evitare il surriscaldamento dello stesso e favorire una prima condensazione dei Tar idonea ad essere prelevata. Il forno viene portato alle temperature fissate (300, 400, 500, 600, 700, and 800 °C) alla velocità di 5 °C min⁻¹ viene effettuata una isoterma alla temperatura finale programmata di 30 minuti. Nelle pirolisi veloci il tubo è invece inserito a forno già caldo. In questo caso vengono raggiunte velocità di riscaldamento superiori ai 300°C/min non lineari

I gas uscenti vengono convogliati in una serie di trappole (dettaglio Figura 3) il cui scopo è quello di bloccare i prodotti condensabili e di impedire che sporcassero le tubazioni e la cella dello strumento di rivelazione a valle FT-IR.

La trappola principale è messa a punto come segue: un tubo ad U di quarzo è stato riempito con della lana di quarzo per uno spessore di circa 1 cm e con della lana di allumina per circa 2 cm, ed è posizionato all'interno di un Dewar (recipiente crioscopico di vetro con all'interno il vuoto che garantisce il massimo isolamento) contenente uno slurry di alcool isopropilico e azoto liquido a - 85°C. Durante la prova, al di sopra del Dewar è posizionato un tappo di gomma-piuma forato per garantire un ulteriore isolamento dall'ambiente esterno. La trappola secondaria è costituita da una semplice bottiglia dreshel vuota..

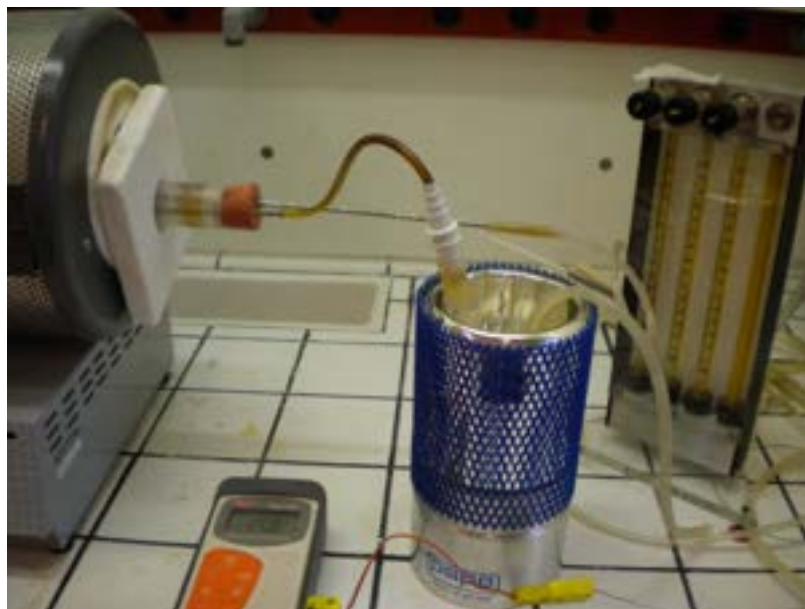


Figura 3: dettaglio della sezione di uscita del gas e della trappola fredda

La navicella contenente il campione, il tubo di quarzo, le tubazioni e la trappola vengono pesate all'inizio e alla fine di ogni prova.

Valutazione FT-IR dei gas evoluti

La valutazione qualitativa dei gas evoluti durante le prove di pirolisi viene effettuata mediante spettrometria FT-IR. Questa tecnica permette di ricavare lo spettro di assorbimento nelle frequenze proprie dell'infrarosso, della miscela gassosa che sta passando. Il principio su cui si basa tale tecnica è che le molecole si muovono e ogni legame danno luogo a delle vibrazioni: di stiramento se varia la distanza interatomica, di deformazione se variano gli angoli del legame. Le molecole quando sono investite da una radiazione IR possono assorbirla se la sua frequenza coincide o è multipla di una possibile frequenza di vibrazione della molecola, e se la frequenza di oscillazione del campo elettrico della radiazione elettromagnetica ha la stessa frequenza del campo elettrico oscillante del dipolo molecolare. Nel caso di molecole pluriatomiche aumentano i gradi di libertà ed il numero di oscillazioni possibili, tuttavia ciascun gruppo di atomi conserva frequenze vibrazionali caratteristiche. Questo permette l'individuazione dei gruppi funzionali presenti nelle molecole. L'analisi FT-IR prevede che la radiazione emessa dalla sorgente sia divisa in due raggi ognuno dei quali effettuerà un percorso diverso prima di arrivare ad investire il campione. Tali raggi ricombinandosi daranno luogo ad una interferenza costruttiva o distruttiva ossia daranno luogo ad un interferogramma che sarà poi trasformato nello spettro del gas attraverso la trasformata di Fourier.

La figura 4 illustra il collegamento tra TGA-DSC e FT-IR ed un dettaglio dell'attacco della transfer-line sulla cella e del controllore di Temperatura .



Figura 4: collegamento TGA-DSC e FT-IR, attacco della transfer line sulla cella riscaldata e controllore di Temperatura

4. - ATTIVITA' B – PROVE SPERIMENTALI SU IMPIANTO LABORATORIO

Le prove verranno effettuate utilizzando il forno a tamburo rotante situato presso i laboratori UTTRI-RIF all'interno della hall tecnologica di ENEA Trisaia.

Le condizioni operative ed altri parametri di riferimento, quali la pezzatura, verranno definiti a valle della attività di caratterizzazione (attività A) e studio sui risultati ottenuti.

4.1 - Impianto di riferimento

Il forno a tamburo rotante è di marca Lenton modello PTF 16\75\610; di seguito vengono indicate le principali caratteristiche:

Riscaldamento forno	Elettrico, tre zone indipendenti
Potenza massima	9.2 kw
Temperatura massima	1600°C
Temperatura di lavoro max.	1550°C
Lunghezza zona riscaldata	610 mm
Materiale Reattore	Allumina ricristallizzata
Lunghezza	1550 mm
Diametro interno	80 mm
Diametro esterno	94 mm
Volume reattore	7.79 dm ³

In Figura viene raffigurato uno schema classico di impianto per una prova di pirolisi dove il materiale, caricato in una tramoggia della capacità massima di 5 litri, è alimentato al forno attraverso una coclea di carico, la cui rotazione è regolata da un inverter che porta l'alimentazione all'inizio del reattore in allumina ricristallizzata. L'alimentazione del refluo può essere effettuata anche tramite una camera montata in alternativa alla coclea, all'interno della quale uno stantuffo azionato da un motoriduttore tramite asta filettata, spinge il materiale nel forno.

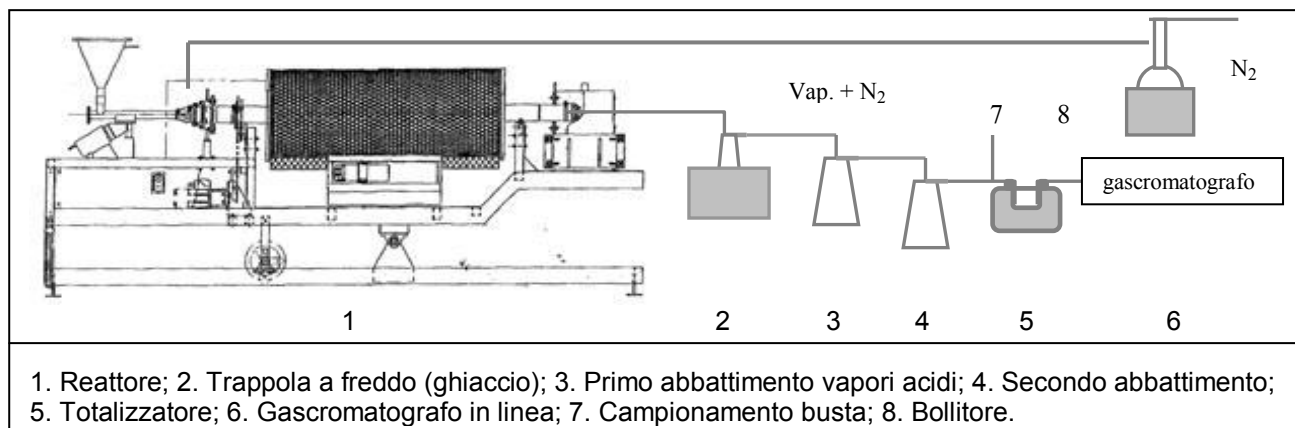
All'interno del reattore una serie di scudi sfalsati reciprocamente di 30° favoriscono il trasporto del materiale (funzione da coclea) e limitano la dispersione del calore fuori dal refrattario.

La velocità di rotazione del forno è regolabile tramite un inverter; l'inclinazione del reattore può essere variata fino a 7°.

Il residuo solido di processo è raccolto in un serbatoio posto all'uscita del reattore; i vapori sviluppati sono alimentati ad un sistema di abbattimento: il flusso gassoso raffreddato per passaggio in una trappola fredda (camicia di ghiaccio), subisce poi un lavaggio basico per gorgogliamento in una soluzione 1 M di NaOH. Un secondo gorgogliatore riempito con acqua, successivo alla soda, riduce ulteriormente il trasporto di particelle sottili (carboncino). Il gas così trattato viene misurato con un totalizzatore prima di essere analizzato e successivamente scaricato nel sistema di trattamento reflui della struttura.

L'impianto prevede anche la possibilità di gassificare, in questo caso le prove possono essere condotte utilizzando come agente gassificante il vapor d'acqua. Il vapore è prodotto all'interno di un pallone riscaldato tramite un mantello; la temperatura del vapore è mantenuta sempre tra 100 – 120°C.

Un flusso di azoto è impiegato come trasporto del vapore; l'azoto è fatto gorgogliare all'interno dell'acqua in ebollizione. Il flusso di azoto consente inoltre di lavorare in condizioni di diluizione del syngas prodotto.



I gas di reazione sono monitorati utilizzando due sistemi di campionamento e misura.

Per il primo si impiega un gas-cromatografo di processo, modello 3000A della AGILENT che permette di avere un'analisi di precisione dei principali gas di pirolisi (H_2 , O_2 , N_2 , CO , CO_2 , CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6) in un tempo pari a 2-3 minuti. Lo strumento è equipaggiato con due colonne operanti in parallelo (Molsieve 5A e Poraplot) ed è dotato di rivelatore a conducibilità termica (TCD); il gas di trasporto usato è l'argon.



Foto impianto

Il secondo sistema è costituito dal prelievo di frazioni del gas di pirolisi in apposite buste; queste ultime sono analizzate successivamente in laboratorio mediante spettrometria infrarossa in trasformata di Fourier accoppiata a spettrometria di massa.

Il potere calorifico del gas si calcola dai dati di composizione.

L'attività in oggetto prevede una serie di interventi propedeutici atti a permettere l'operabilità dei parametri operativi in base a quanto definito.

4.2 - Interventi propedeutici

Prima della esecuzione della campagna di prove presso l'impianto da laboratorio è importante eseguire una serie di interventi e di studi mirati, al fine di ottimizzare la struttura impiantistica e renderla compatibile con le prove oggetto di studio e le azioni che ci si prefigge di compiere.

Essenzialmente queste azioni sono limitate alle seguenti tematiche:

- B1.- Alimentazione
- B2.- Tipologia di Pirolisi (T, t, Q)
- B3.- Strumentazione
- B4.- Modifiche impianto
- B5.- Trattamento syngas
- B6.- Campionamenti

B1.- Alimentazione

La pezzatura del carbone, e quindi le sue dimensioni, è uno dei parametri di riferimento necessari per ottimizzare lo studio che ci si appresta ad affrontare.

Per questo motivo è opportuno replicare le prove sperimentali utilizzando la stessa matrice di carbone del sulcis, ma con due diverse dimensioni; a tal riguardo sono stati approvvigionati due quantitativi di materiali, uno inferiore a 0,4 cm.e uno compreso tra 0,4 e 0,9 cm.

A questo punto si rende indispensabile una prova di taratura per la portata di alimento carbone.

Dopo aver sflangiato la coclea dal resto dell'impianto si può caratterizzare il sistema di alimentazione con coclea utilizzando le diverse pezzature di carbone. Attraverso questa prova si riuscirà ad individuare le portate minime, massime ed alcune intermedie legate all'inverter che aziona il motore della coclea.

Essendo l'impianto munito di due sistemi si ritiene necessario effettuare le prove di portata anche utilizzando il sistema di alimentazione a stantuffo. Questo sistema è dotato di uno stantuffo collegato ad un motore variabile che regola l'avanzamento del materiale, e di conseguenza l'alimentazione, in base alla sua velocità di rotazione. Anche con questo sistema individuare le portate minime, massime e intermedie.

B2.- Tipologia di pirolisi

Lo studio precedentemente svolto (Attività A) utilizzando le apparecchiature da laboratorio ci avrà permesso di individuare la tipologia di pirolisi da eseguire (fast – intermedia – slow), ed individuare i parametri operativi variabili, quali T (temperatura), t (tempo di residenza del solido) e Q (portata del gas di trasporto).

Per permettere le necessarie variazioni è opportuno intervenire sulle variabili gestibili tramite impianto.

Per la T (temperatura) non ci sono problemi tecnici operativi, è sufficiente variare l'intervento del riscaldatore elettrico.

Per il t (tempo di residenza del solido) si deve intervenire sulla velocità di rotazione del tamburo e/o sull'inclinazione dello stesso (parametri variabili nella conformazione dell'impianto). A tale scopo si rende necessario effettuare alcune prove a freddo per trovare i giusti valori e le possibilità di variazione che legano la variabile di processo alle variabili dello stato di impianto. Nel corso di queste prove bisogna verificare se la conformazione geometrica del reattore in allumina permette il rimescolamento e quindi lo scambio termico durante il processo; potrebbe verificarsi che il carbone invece di mescolarsi scivola verso lo scarico, in questo caso provvedere ad apportare, se possibile, modifiche al sistema di alimentazione e trascinamento o intervenire sulla inclinazione del reattore e/o sulla velocità di rotazione.

Per individuare il tempo di permanenza minimo, posizionare il tamburo alla massima inclinazione ed azionare il motore di rotazione al massimo, quindi alimentare carbone ad una portata minima inserendo un oggetto colorato di pari dimensioni e verificare il tempo necessario all'oggetto per attraversare tutto il reattore fino alla tramoggia di scarico che naturalmente è stata scollegata dall'impianto; ripetere la stessa prova variando alternativamente la velocità di rotazione e l'inclinazione del tamburo. Da queste prove si potrà avere una caratterizzazione del forno relativamente a questo parametro in rapporto anche alla pezzatura dell'alimentazione.

Per Q (portata del gas di trasporto) bisogna intervenire sul flussaggio di gas inerte di trasporto (azoto), regolando pressione e portata. L'individuazione di tali valori viene effettuata attraverso lo studio in TGA del processo di pirolisi.

B3.- Strumentazione

Oltre alla strumentazione tipica dell'impianto che rileva temperature, pressioni e portate operative, si valuterà nel corso dello studio dei risultati emersi dalle prove in TGA e DSC, l'opportunità o meno di monitorare il processo attraverso l'implementazione di ulteriori punti di misura.

B4.- Modifiche impianto

Nel corso dell'allestimento dell'impianto andranno studiate alcune modifiche da apportare per ottimizzare le condizioni di processo e di acquisizione dati; tra queste si individuano le seguenti criticità:

- linea di flussaggio azoto preriscaldata;
- riscaldamento camera di calma
- coibentazione uscita gas dal reattore;
- realizzazione di un sistema di accumulo del char in due contenitori separati posti a valle del reattore (la realizzazione di questo sistema permette di effettuare due prove consecutive senza eseguire la bonifica dell'impianto stesso, con conseguente dimezzamento dei tempi di durata della campagna sperimentale nel suo complesso).

B5.- Trattamento syngas

In uscita dal reattore, il syngas prodotto deve attraversare una serie di trappole dedicate al raffreddamento, al lavaggio ed alla condensazione del tar prodotto.

A tale scopo sarebbe opportuno avvalersi dei seguenti sistemi:

- un primo gorgogliatore freddo con camicia di raffreddamento

- un secondo gorgogliatore freddo di supporto al primo
- un sistema di lavaggio basico per l'abbattimento degli acidi residui contenuti nel syngas
- un sistema filtrante per il particolato fine
- una torcia di smaltimento syngas

Come per il sistema di scarico del char, anche per le apparecchiature di bonifica del syngas, sarebbe opportuno duplicare il tutto per permettere la esecuzione di due prove giornaliere.

B6.- Campionamenti

Per la caratterizzazione del syngas in uscita si rende necessario effettuare, oltre alle analisi gascromatografiche on-line, anche una serie di campionamenti tramite buste per le analisi in laboratorio. Tali campionamenti verranno effettuati a valle del sistema di raffreddamento e condizionamento del syngas

Altri campionamenti verranno effettuati sui reflui liquidi (tar) e solidi (char) per una caratterizzazione dei prodotti di pirolisi.

Al fine di giungere anche alla definizione di un bilancio in materia, è previsto il prelievo e la quantizzazione di tutti i reflui in ingresso ed in uscita.

4.3 - Campagna sperimentale

La campagna sperimentale vera e propria si svolgerà a valle di una attenta analisi di quanto elaborato nel corso dell'attività di cui al punto "A" (caratterizzazione delle matrici).

Tale elaborazione ci fornirà essenzialmente le informazioni necessarie al fine di impostare i parametri operativi di processo.

Riscontrato il valore della temperatura (T) ottimale di pirolisi, verrà indicato un ulteriore valore da testare, o inferiore o superiore a seconda di quanto riscontrato nell'Attività A.

Per quanto riguarda il tempo di permanenza del solido (t), le prove in bianco ci indicheranno quale sarà il tempo minimo di permanenza del solido all'interno del reattore; a questo valore se ne aggiunge un altro di valore superiore, presupponendo che il tempo minimo riscontrato nel corso delle prove in bianco ci dia un valore comunque sufficientemente alto.

Sul tempo di permanenza del gas grezzo (t) all'interno del reattore bisogna fare alcune considerazioni a valle delle prove effettuate in laboratorio; orientativamente ci possiamo postare sulla possibilità di avere una portata gas di trasporto (azoto) indicativa, e da questa porre una variazione in eccesso o in difetto.

Ultima variante di prova è la pezzatura della matrice; a tale scopo le prove sono replicate con i due carboni approvvigionati di dimensioni diverse .

Calcolando le 3 variabili di temperatura, le 2 variabili sul tempo di permanenza del solido, le 2 variabili sul tempo di permanenza del gas e le 2 variabili sulla pezzatura, si arriva ad un totale di 8 prove sperimentali, di cui due da replicare con pezzatura diversa .

Bisogna inoltre considerare la necessità di effettuare alcune prove (almeno 2) utilizzando il carbone commerciale replicando le prove maggiormente significative.

Il tutto comporta un totale di 12 prove.

Controllo e caratterizzazione dei flussi solidi e gassosi

Le attività connesse al controllo ed alla caratterizzazione dei flussi solidi e gassosi si riducono essenzialmente al monitoraggio ed alla determinazione dei parametri analitici necessari ad acquisire ulteriori elementi utili alla valutazione del processo, unitamente ai rilievi effettuati sui parametri operativi

L'insieme delle attività connesse alla supervisione ed al monitoraggio dell'impianto si pone infatti l'obiettivo di un costante e progressivo affinamento, nel corso delle prove, delle migliori condizioni di trattamento termico del materiale in esame.

La caratterizzazione dei flussi, siano essi interni od in uscita dall'impianto, risulta d'altra parte necessaria al fine di ottimizzare il processo in funzione dello scopo della presente campagna sperimentale. Altresì tale caratterizzazione si rende necessaria al fine di valutare inoltre l'impatto ambientale del processo stesso e, se è il caso, alla introduzione, sia in fase di trattamento termico che di depurazione fumi, degli opportuni interventi per la minimizzazione di tale impatto mediante il controllo e la riduzione dei rilasci inquinanti.

In linea generale viene programmato che i macroinquinanti gassosi ed il carbonio totale siano seguiti e monitorati dall'alimentazione sino a tutti i flussi, sia gassosi che solidi effluenti dal processo, attraverso l'utilizzo di apparecchiatura dedicata, sia a livello continuo che puntuale, contemporaneamente in tutti i punti di prelievo.

Il syngas verrà monitorato dalla sua fase di produzione in uscita al tamburo, fino a valle della linea di purificazione e quindi prima della sua combustione in fiaccola.

In linea generale viene programmato per gli effluenti in uscita il seguente monitoraggio:

per il char:

- analisi immediata
- analisi elementare (C,H,N,S)
- potere calorifico
- analisi termo gravimetrica

per il syngas:

- analisi sul condensato a bassa temperatura
- analisi sul syngas in uscita dall'impianto

gascromatografia
analisi elementare
potere calorifico

4.4 - Tempistica

Considerando la necessità di allestire l'impianto prima, e di fare i bilanci a fine prova, senza trascurare le operazioni di pulizia e bonifica componenti, si può ipotizzare la possibilità di effettuare 4 prove settimanali a valle della modifica realizzata sul sistema di accumulo char, e purificazione syngas, il che comporta un impegno per tutta la campagna sperimentale sull'impianto da laboratorio, di circa 3 settimane per effettuare le 12 prove previste.

A fine attività verrà elaborato un documento attinente i risultati ottenuti nel corso delle prove sperimentali i cui parametri e risultati saranno studiati scientificamente per individuare i parametri sperimentali da inserire nelle prove da effettuare su impianto pilota.

Tale documento sarà un report intermedio da inserire in seguito nel "report" finale che ingloberà tutte le attività di ricerca relative al presente accordo di collaborazione UTTEI-COMSO / UTTRI-RIF.

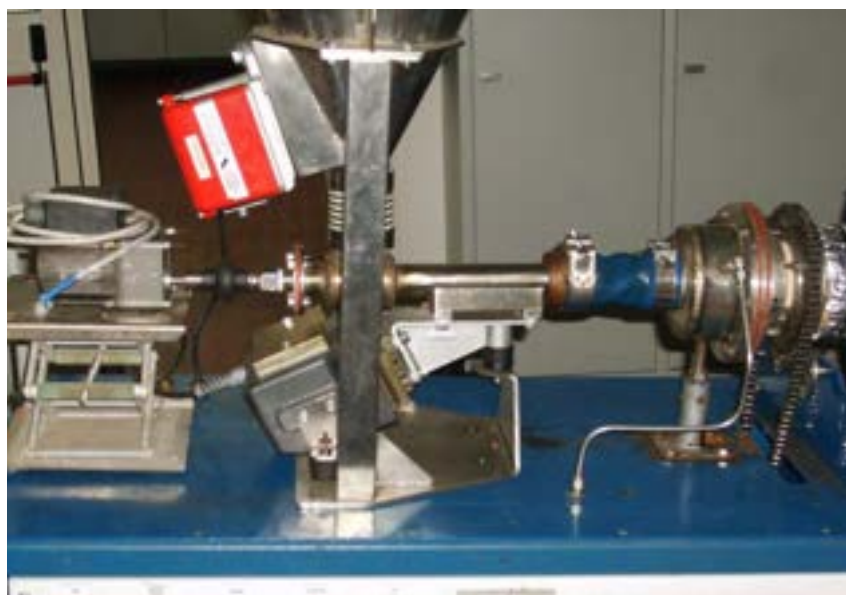


Impianto da laboratorio

Impianto da laboratorio – camera di calma



Impianto da laboratorio - alimentazione



5. - ATTIVITA' C – PROVE SPERIMENTALI SU IMPIANTO PILOTA

La Campagna Sperimentale oggetto della presente attività verrà eseguita presso l'impianto di pirolisi situato all'interno del Centro di Ricerche Enea Trisaia nell'area impiantistica UTTRI-RIF.

Tale impianto realizzato a metà degli anni '90 ha subito una serie di modifiche e revisioni e attualmente è costituito come riportato di seguito. La sua configurazione è stata recentemente studiata per eseguire prove di pirolisi e gassificazione di materiale di scarto per la loro valorizzazione energetica. Per la esecuzione della campagna sperimentale di riferimento sono previste alcune modifiche atte a migliorare le condizioni operative ed a monitorare le varie fasi di processo con idonea strumentazione.

5.1 - Impianto di riferimento

L'impianto di riferimento al presente documento è costituito (vedi **assieme impianto**) da un forno a tamburo rotante denominato HT 11-S, acquistato presso la società tedesca PLEQ, da un sistema di alimentazione, da un circuito per il trattamento dei prodotti generati dal processo di termodistruzione e da una torcia finale per bruciare in fiaccola il gas, ultimo prodotto del processo.

Per ottimizzare la descrizione dell'impianto è bene seguire il percorso che deve fare il materiale trattato ed il gas generato dal processo, a tal riguardo si fa riferimento allo **schema impianto** allegato.

Il materiale stoccato nel serbatoio di accumulo S-7 viene inviato al forno P-1 attraverso la tramoggia S-8 tramite la coclea di alimentazione C-1.

Nel forno avviene il riscaldamento indiretto tramite fasce scaldanti sotto atmosfera inerte di azoto (assenza di ossigeno) dove, subendo una degradazione termica, si trasforma in un residuo solido a matrice essenzialmente carboniosa (char) ed in una miscela di sostanze organiche allo stato gas-vapore (syngas), composta essenzialmente da H₂, CH₄, N₂, H₂S ed altri idrocarburi condensabili (tar).

L'eventuale azoto di copertura, avente anche la funzione di mezzo di trasporto del syngas, viene inviato al forno previo preriscaldamento attraverso una serpentina (economizzatore E-3), che utilizza il calore dei fumi combusti nella torcia a GPL (T-1).

Il residuo solido a causa della rotazione del tamburo viene scaricato e raccolto nel serbatoio S-1 raffreddato ad acqua anch'esso sotto battente di azoto.

Il syngas prodotto viene inviato al quencher E-1, dove ad opera di un solvente spruzzato da due ugelli subisce un raffreddamento fino ad una temperatura di circa 250 °C, temperatura controllata da una valvola di regolazione che varia la portata del fluido.

Il solvente spruzzato in controcorrente al flusso di syngas determina una prima estrazione della frazione condensabile pesante (tar) che viene raccolta nel serbatoio S-2. Un quantitativo di solvente puro viene stoccato in un serbatoio adiacente (S3) per avere sempre a disposizione il prodotto puro; mentre il serbatoio S-4, collegato all'impianto, permette lo spillamento per effettuare il campionamento durante le prove.

Il syngas depurato della frazione catramosa viene inviato in uno scambiatore di calore (E-2) dove subisce un ulteriore raffreddamento fino alla temperatura di circa 50 °C.

Tale raffreddamento permette la rimozione della frazione condensabile leggera (gasoli) che viene raccolta nel serbatoio sottostante (S-5).

Così depurato di tutta la frazione condensabile, il syngas attraversa un filtro demister (F-1) dove subisce la filtrazione dell'eventuale particolato grossolano, e quindi viene inviato ad una colonna di lavaggio CL-1 dove, ad opera dello spruzzamento in controcorrente di una soluzione di soda, subisce una depurazione di eventuali gas acidi presenti (H₂S, HCl, ecc.).

Il gas in uscita dalla colonna di lavaggio viene infine inviato in una torcia T-1 con fiamma pilota a GPL dove viene combusto insieme al GPL stesso che funge da combustibile di supporto e da gas di trasporto tramite un sistema di aspirazione a venturi; successivamente i fumi prodotti vengono immessi in atmosfera attraverso un camino.

Quadro di controllo e comando

Il sistema di controllo e comando dell'impianto "forno pirolizzatore a tamburo rotante" si può considerare suddiviso in quattro blocchi principali:

1) Quadro di potenza con alimentazione generale FM normale e FM emergenza con Magnetotermici relati a:

- forno
- ossidatore termico
- PP1
- PP2
- vibratore
- rotazione coclea
- presa per strumentazione (sotto emergenza)
- prese a disposizione

2) Quadro di comando e controllo relativo al forno PLEQ HT 11 S con tutti i comandi relativi al funzionamento del forno, completi di strumentazione per il controllo della temperatura e registrazione su carta della stessa (TR9).

3) Quadro ossidatore termico con sistema di accensione piezoelettrico e regolatore/ controllore della temperatura di fiamma.

4) Sistema di acquisizione dati su base magnetica costituito da un computer per il rilevamento in continuo dei parametri principali dell'impianto necessari per la elaborazione finale a campagna sperimentale ultimata.

5.2 - Interventi propedeutici

Anche per l'attività sperimentale da effettuare su impianto pilota si rende necessario effettuare una serie di interventi atti a rendere compatibile l'impianto con le prove da realizzare.

Questi interventi sono essenzialmente riconducibili alle seguenti tematiche:

- C1.- Alimentazione
- C2.- Tipologia di Pirolisi (T, t, Q)
- C3.- Strumentazione
- C4.- Modifiche impianto

C1.- Alimentazione

Il sistema di alimentazione deve essere tarato in modo tale da garantirci una portata costante nel corso delle prove.

Essendo l'impianto munito di coclea dosatrice, la taratura va effettuata separando il sistema alimentazione dal reattore, sostituito da un recipiente di accumulo.

Per avere una taratura precisa del sistema di alimentazione si rende necessario effettuare una serie di prove caricando il serbatoio di stoccaggio S7 con il materiale e variando l'inverter di alimentazione coclea in modo tale da avere la massima portata, la minima, ed alcune portate intermedie.

Tali prove andranno effettuate per ogni tipologia di materiale e per ogni pezzatura dello stesso.

Avendo in precedenza definito la portata di riferimento da mantenere nel corso della campagna sperimentale, la taratura andrà essenzialmente concentrata su tale valore.

C 2. – Tipologia di pirolisi

La caratterizzazione dei materiali e la campagna sperimentale effettuata presso l'impianto di laboratorio avrà permesso di definire quali debbano essere i valori operativi da rispettare nelle prove da effettuare presso l'impianto pilota. Questi si riconducono essenzialmente a tre parametri: Temperatura di processo, Tempo di permanenza del solido, Tempo di permanenza del gas. Al fine di ottenere la operatività dell'impianto ai valori prefissati, è indispensabile effettuare una serie di prove a freddo per individuare la metodologia da applicare per affinare i valori delle variabili.

Per la temperatura è sufficiente agire sul regolatore delle fasce scaldanti.

Per individuare le condizioni impiantistiche legate al tempo di permanenza del solido, in assenza di informazioni provenienti da attività di simulazione elaborate con programmi specifici, ci si attiene ad informazioni provenienti da prove a freddo effettuate simulando il passaggio del materiale attraverso il reattore e agendo sulle due variabili legate alla struttura meccanica dello stesso, che sono: la rotazione del tamburo e la sua inclinazione. Per cui, una volta separata la sezione alimentazione, si caratterizza l'impianto in base alla tipologia di materiale e in base alle due variabili sopra riportate, facendo attraversare il reattore da un quantitativo prestabilito, dalla flangia di collegamento coclea, al serbatoio di raccolta char (S 1).

La inclinazione e/o la rotazione del tamburo verranno variate fino all'ottenimento dei valori di tempi di permanenza richiesti.

Per agire sulla variabilità del tempo di permanenza del gas bisogna valutare la possibilità di intervenire sul sistema di alimentazione gas di trasporto, in particolare sulla portata e pressione dello stesso.

C 3 – Strumentazione

L'impianto sperimentale è dotato di strumentazione idonea per il controllo dei parametri di processo (temperature, portate, pressione, ecc.); alcune misure non rilevabili da quadro comando e controllo saranno acquisite mediante strumentazione allestita in loco. Previa taratura è possibile avere a disposizione la misura dei flussi in ingresso e uscita, come riportato di seguito:

- portata materiale di alimento: tale misura viene rilevata tramite la taratura della coclea alimentata da un motore variatore che modifica la velocità di rotazione della coclea stessa
- portata gas inertizzante di processo
- portata vapore
- acqua di raffreddamento
- gas pilota torcia
- additivi eventuali
- char

- tar pesanti
- tar leggeri
- syngas

Altri parametri sono rilevabili da strumentazione speciale allestita in loco.

C 4 – Modifiche impianto

Allo stato attuale l'impianto non necessita di alcuna modifica, sarà cura del personale addetto alle operazioni di conduzione effettuare eventuali interventi atti a garantire ed a ottimizzare la esecuzione delle prove sperimentali.

L'impianto è già predisposto per procedere ad eventuali campionamenti di reflui sia essi solidi che liquidi e gassosi, ed inoltre munito di stacchi appositamente realizzati per il collegamento diretto di apparecchiature speciali per analisi on-line.

5.3 –Campagna sperimentale

La campagna sperimentale si svolgerà attenendosi scrupolosamente al rispetto della documentazione tecnica di impianto, sia essa relativa alle operazioni di conduzione che per quanto riguarda il rispetto della sicurezza del personale e la tutela dell'impianto.

I parametri operativi oggetto di studio verranno riportati nel documento appositamente redatto "Progetto esecutivo"

RILEVAMENTI, MISURE ED ATTIVITA' ANALITICA

Controllo e caratterizzazione dei flussi solidi e gassosi

Le attività connesse al controllo ed alla caratterizzazione dei flussi solidi e gassosi si riducono essenzialmente al monitoraggio ed alla determinazione dei parametri analitici necessari ad acquisire ulteriori elementi utili alla valutazione del processo, unitamente ai rilievi effettuati sui parametri operativi

L'insieme delle attività connesse alla supervisione ed al monitoraggio dell'impianto si pone infatti l'obiettivo di un costante e progressivo affinamento, nel corso delle prove, delle migliori condizioni di trattamento termico del materiale in esame.

La caratterizzazione dei flussi, siano essi interni od in uscita dall'impianto, risulta d'altra parte necessaria al fine di ottimizzare il processo in funzione dello scopo della presente campagna sperimentale. Altresì tale caratterizzazione si rende necessaria al fine di valutare l'impatto ambientale del processo stesso e, se è il caso, alla introduzione, sia in fase di trattamento termico che di depurazione gas, degli opportuni interventi per la minimizzazione di tale impatto mediante il controllo e la riduzione dei rilasci inquinanti. Le specifiche modalità di campionamento, monitoraggio e caratterizzazione verranno più puntualmente definite nel Progetto Esecutivo.

In linea generale viene programmato che i macroinquinanti gassosi ed il carbonio totale siano seguiti e monitorati dall'alimentazione sino a tutti i flussi, sia gassosi che solidi effluenti dal

processo, attraverso l'utilizzo di apparecchiatura dedicata, sia a livello continuo che puntuale, contemporaneamente in tutti i punti di prelievo.

Il syngas verrà monitorato dalla sua fase di produzione in uscita al tamburo, fino a valle della linea di purificazione e quindi prima della sua combustione in fiaccola.

punti di campionamento e determinazioni analitiche

I punti di campionamento sono riportati nella figura **punti campionamenti** in allegato, mentre le determinazioni analitiche verranno definite in sede di elaborazione della Campagna Sperimentale e riportate nella documentazione di prova (Progetto Esecutivo).

In linea generale viene programmato per gli effluenti in uscita il seguente monitoraggio:

per il char:

- analisi immediata
- analisi elementare (C,H,N,S)
- potere calorifico
- analisi termo gravimetrica

per il syngas:

- analisi sul condensato a bassa temperatura
- analisi sul syngas in uscita dall'impianto
- gascromatografia
- analisi elementare
- potere calorifico

Si prevede altresì la necessità di effettuare un bilancio di massa attraverso la selezione e la pesatura di tutti i flussi in ingresso e in uscita, con particolare attenzione ai "tar" condensati nei sistemi di lavaggio E1 e E2.

Lo studio sui risultati ottenuti dalle prove effettuate sull'impianto scala laboratorio saranno serviti per limitare il numero di prove da effettuare sull'impianto pilota.

Orientativamente è ipotizzabile la possibilità di mantenere costante la portata gas di trasporto (Q) e di effettuare soltanto due variazioni sui parametri: temperatura (T) e tempo di permanenza del solido (t); in questo modo le prove da effettuare si limiterebbero a 4 da replicare per le due prove maggiormente significative con pezzatura diversa del carbone del sulcis con aggiunta di una prova di riferimento utilizzando il carbone commerciale come da prove del punto "B".

I valori dei parametri di riferimento saranno definiti a valle delle prove su impianto di laboratorio e saranno riportati nel documento di riferimento operativo "Progetto Esecutivo".

5.4 –Tempistica

Ipotizzando la possibilità di fare 4 + 2 prove con il carbone del Sulcis e fare almeno 1 prova di riferimento con carbone commerciale, si giungerebbe ad un numero di 7 prove totali.

La complessità dell'impianto pilota di pirolisi e la necessità di eseguire una serie di operazioni ad inizio e fine prova, comportano una limitazione al numero di prove da eseguire settimanalmente, orientativamente 1,5 per un tempo totale di esecuzione sperimentazione di circa 5 settimane.

Anche per quanto riguarda la sperimentazione su impianto pilota è prevista la redazione di un documento "report intermedio" che riporterà tutti i dati sperimentali con i risultati ottenuti che in seguito sarà parte integrante del "report finale".

6. – GESTIONE DELLE PROVE

Le prove in questione, in particolare quelle riguardanti l'impianti pilota, si svolgeranno nel rispetto di quanto riportato nel Progetto Esecutivo, nel quale verrà dettagliata l'attività sperimentale.

In particolare il progetto esecutivo dovrà evidenziare i seguenti punti:

- organizzazione del personale addetto alla conduzione delle prove
- elenco della documentazione di riferimento
- procedure di funzionamento con il dettaglio delle operazioni da svolgere
- elenco dei parametri di processo da rilevare
- eventuali schede operative per il rilevamento dati
- programma dettagliato delle prove
- modalità di campionamento delle correnti effluenti
- modalità di monitoraggio

Vista l'attività prettamente sperimentale e la non puntualità dei valori dei parametri di riferimento, per quanto riguarda le prove da effettuare presso l'impianto di laboratorio, non si ritiene opportuno redigere un documento esecutivo specifico di prova, in sua sostituzione verrà comunque elaborato un documento nel quale verranno riportate le condizioni operative.

Per quanto concerne tutta l'attività sperimentale, sia essa relativa alla caratterizzazione del materiale che alle prove sperimentali sugli impianti, la gestione sarà interamente effettuata da personale ENEA UTTEI/COMSO e UTTRI/RIF in stretta collaborazione tra loro sotto la supervisione di due Responsabili Tecnico-scientifici individuati nelle due Unità.

7. – RELAZIONE FINALE

Al termine di tutta l'attività di ricerca, di caratterizzazione del carbone e prove sperimentali, verrà redatto un Report Finale che terrà conto delle varie relazioni effettuate a valle di ogni specifica sperimentazione.

Tale Report, redatto con la collaborazione di tutto il personale interessato all'attività di ricerca, metterà in particolare risalto i risultati raggiunti in base agli obiettivi prefissati.

Sarà patrimonio comune delle due Unità Tecniche la acquisizione e divulgazione dei risultati sia in ambito interno che esterno.

8. – ALLEGATI (Impianto Pilota)

- all. 1 Schema impianto
- all. 2 Punti campionamenti
- all. 3 Assieme Impianto
- all. 4 Foto Impianto

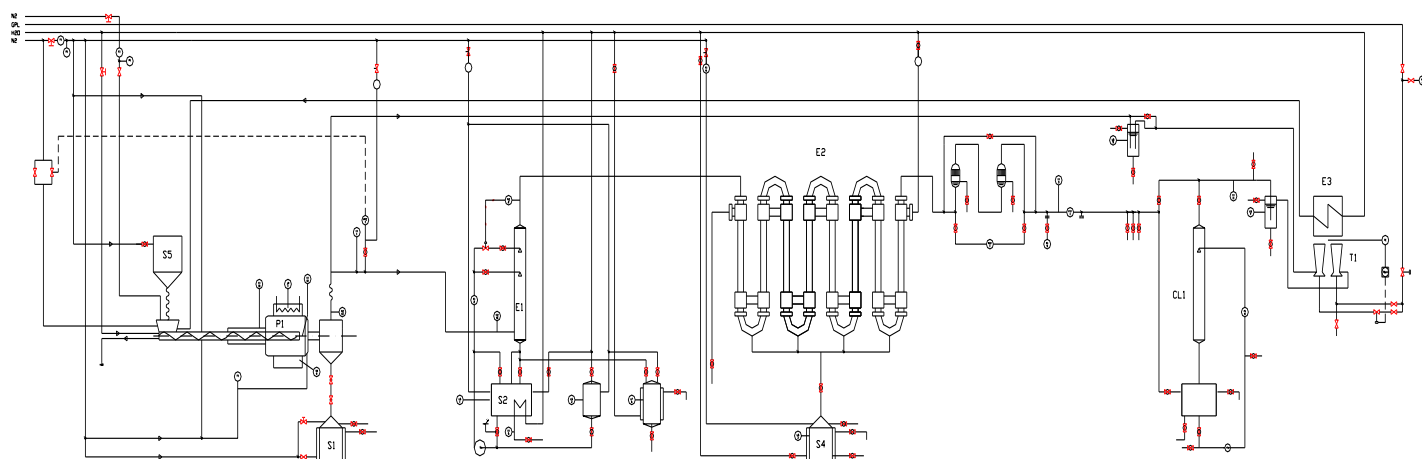
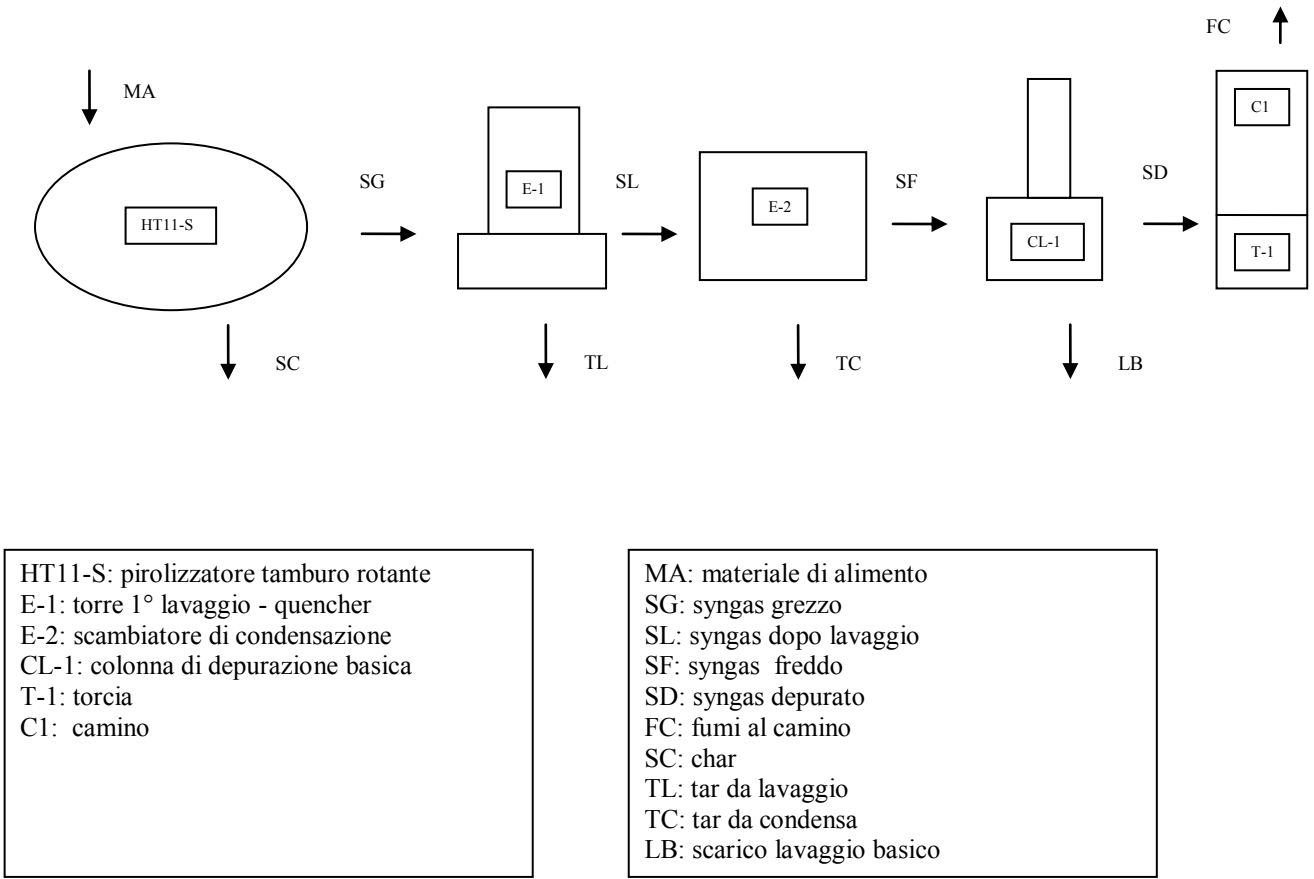


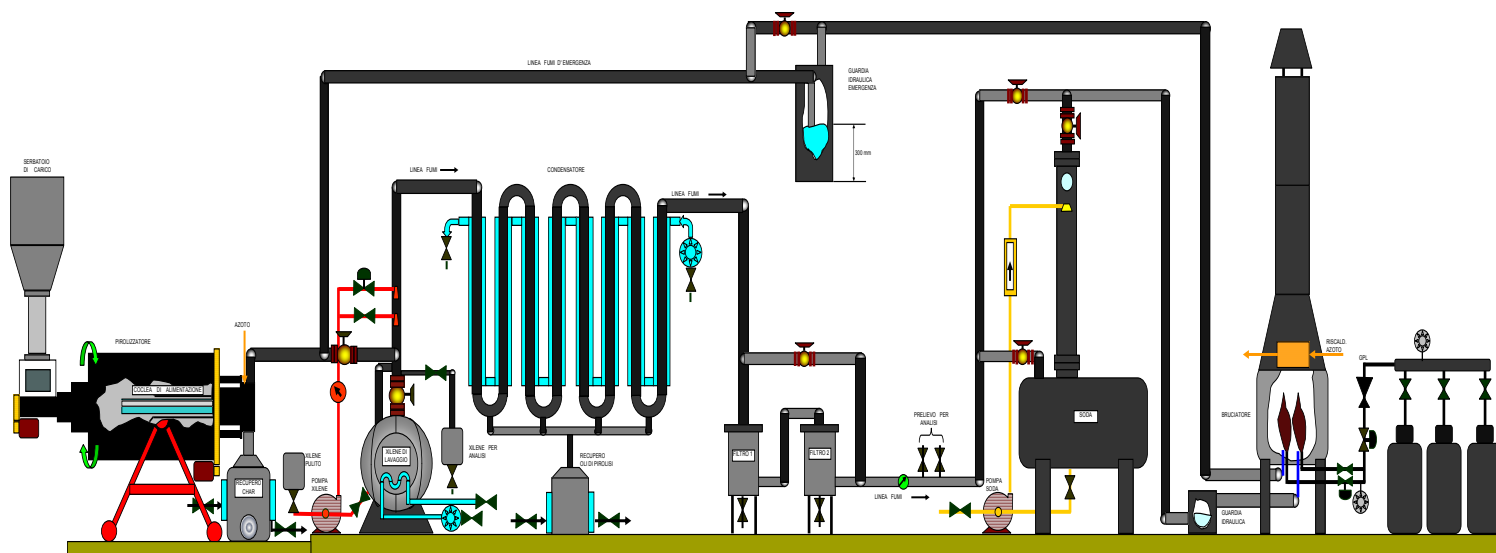
Fig. 1 P&I dell'impianto di pirolisi e gassificazione a tamburo rotante

SCHEMA IMPIANTO



PUNTI DI CAMPIONAMENTO

All. 3



ASSIEME IMPIANTO



Assieme

All. 4

FOTO IMPIANTO



Forno

10. – LISTA DI DISTRIBUZIONE

1. ASSETTATI ANDREA
2. BASSANO CLAUDIA
3. CALABRO' ANTONIO
4. CASSANI STEFANO
5. CELATA GIAN PIERO
6. DE IANA PAOLO
7. GIAMMARTINI STEFANO
8. GIRARDI GIUSEPPE
9. GUIDARELLI GIULIANO
10. MECOZZI ROBERTA
11. MESSINA GIUSEPPE
12. NOBILI MIRKO
13. PAGLIARI LEANDRO
14. SCACCIA SILVERA
15. STENDARDO STEFANO
16. STRINGOLA CATERINO
17. BRACCIO GIACOBBE (Trisaia)
18. CORNACCHIA GIACINTO (Trisaia)
19. DE VINCINZIS GIUSEPPE (Trisaia)
20. GARZONE PIETRO (Trisaia)