



Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia  
e lo sviluppo economico sostenibile



*Ministero dello Sviluppo Economico*

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

## Sperimentazione dei sistemi di pulizia e trattamento del syngas

*M.Caboni, G.Cali, P.Miraglia, F.Tedde*



Report RdS/2012/222

SPERIMENTAZIONE SISTEMI DI PULIZIA E TRATTAMENTO GAS

M.Caboni, G.Cali, P.Miraglia, F.Tedde

Settembre 2012

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente

Progetto: 2.2 – Studi sull'utilizzo pulito dei combustibili fossili, la cattura ed il sequestro della CO<sub>2</sub>

Responsabile del Progetto: Ing. Stefano Giammartini, ENEA

# Indice

<i>Sommario</i> .....	4
<i>Introduzione</i> .....	6
<b>1. Configurazione impiantistica</b> .....	<b>7</b>
1.1 <i>Scrubber</i> .....	7
1.2 <i>Primo stadio di desolforazione a freddo</i> .....	8
1.3 <i>Elettrofiltro</i> .....	8
1.4 <i>Secondo stadio di desolforazione a freddo</i> .....	9
1.5 <i>Principali modifiche apportate</i> .....	10
1.6 <i>Sistema di rilevazione polveri</i> .....	12
<b>2. Obiettivi della sperimentazione</b> .....	<b>16</b>
2.1 <i>Rimozione di polveri e tar</i> .....	16
2.2 <i>Sezione di desolforazione a freddo</i> .....	16
<b>3. Organizzazione della campagna sperimentale</b> .....	<b>16</b>
3.1 <i>Programmazione ed obiettivi delle singole prove</i> .....	17
3.2 <i>Combustibili impiegati</i> .....	18
<b>4. Sperimentazione sui sistemi di rimozione polveri e tar</b> .....	<b>19</b>
4.1 <i>Scrubber</i> .....	19
4.2 <i>Elettrofiltro</i> .....	19
<b>5. Sperimentazione sui sistemi di desolforazione a freddo</b> .....	<b>24</b>
5.1 <i>Primo stadio di desolforazione</i> .....	24
5.2 <i>Secondo stadio di desolforazione</i> .....	26
<b>Conclusioni</b> .....	<b>31</b>

## Sommario

L'impianto pilota Sotacarbo, su cui sono state effettuate le sperimentazioni oggetto del presente lavoro, comprende una sezione di gassificazione e due differenti linee di trattamento del syngas.

La sezione di gassificazione è costituita principalmente da un reattore di gassificazione a letto fisso up-draft equipaggiato con una serie di apparecchiature ausiliarie per lo svolgimento delle varie funzioni a supporto della gassificazione.

Il syngas grezzo prodotto dal gassificatore viene depurato preliminarmente in un sistema composto da tre differenti colonne disposte in serie. In particolare una torre di lavaggio (scrubber) opera il raffreddamento del syngas e la prima rimozione di polveri e del tar in esso presenti. Un primo stadio di desolforazione a freddo consente una grossolana separazione dei gas acidi presenti nel syngas. Infine un precipitatore elettrostatico opera la rimozione delle polveri e del tar residui. A valle del precipitatore elettrostatico, il syngas può essere inviato completamente al secondo stadio di desolforazione a freddo e, successivamente, a un motore a combustione interna per la produzione di energia elettrica. In alternativa, a seconda degli specifici obiettivi di ciascun test sperimentale, una porzione del syngas prodotto, pari a circa 20-25 Nm<sup>3</sup>/h, può essere inviata a una linea di trattamento a caldo del syngas per la produzione di idrogeno.

L'impianto è dotato, infine, di un sistema di campionamento ed analisi che utilizza un micro gascromatografo per la rilevazione della composizione del syngas, e di un sistema di regolazione e controllo che consente la gestione dell'impianto e la registrazioni dell'andamento dei principali parametri rilevati durante le prove sperimentali.

Si riporta di seguito una sintesi degli obiettivi, delle modalità di svolgimento e dei principali risultati delle prove sperimentali relative ai sistemi di rimozione di polveri e tar ed ai processi di desolforazione a freddo eseguite nell'ambito del progetto di ricerca CERSE IV. Tali test hanno interessato la colonna di lavaggio (scrubber), il precipitatore elettrostatico ed i due stadi di desolforazione a freddo presenti nell'impianto pilota.

Principale obiettivo delle prove sperimentali relative al sistema di rimozione di polveri e tar è stato quello di valutare le prestazioni del sistema scrubber-elettrofiltro; a tal fine è stato acquistato ed installato un sistema triboelettrico (mod. PFM 02 Ex prodotto da Dr. Födisch Umweltmesstechnik AG) per la rilevazioni delle polveri contenute nel syngas.

Lo scrubber è stato esercito per un totale di 243 ore di sperimentazione in 19 prove, mentre l'elettrofiltro è stato testato per 2 ore e 12 minuti in 2 prove. A causa di problemi tecnici, il sistema di rilevazioni polveri non è stato in grado di effettuare alcuna misura, la valutazione delle prestazioni del sistema scrubber-elettrofiltro richiederà, quindi, l'esecuzione di ulteriori test.

Relativamente ai processi di desolforazione a freddo, sono state effettuate 9 prove sperimentali. In particolare sono stati eseguiti 7 test sul primo stadio (per un totale di 145 ore di sperimentazione) e 2 nel secondo stadio che è stato esercito per 6 ore.

I sette test eseguiti sul primo stadio di desolforazione hanno previsto la gassificazione di diversi tipi di combustibili (pellet di legno, diverse varietà di carbone e loro miscele) e l'invio dell'intera portata di syngas prodotta alla colonna di desolforazione (primo stadio), in cui è stata effettuata la rimozione di H<sub>2</sub>S mediante soluzione acquosa di soda con pH controllato (compreso tra i valori 10,0 – 10,7). Dalle analisi dei dati rilevati durante i test risulta che l'apparecchiatura ha raggiunto un'efficienza di rimozione pari all'86% (corrispondente un abbattimento da circa 200 ppm in volume a 30 ppm), riducendosi a valori dell'ordine del 66% nel caso di gassificazione di miscele contenenti carbone ad alto tenore di zolfo.

Nelle due prove effettuate sul secondo stadio, è stato testato il processo di rimozione dell' H<sub>2</sub>S da syngas ottenuto da gassificazione di miscele contenenti carbone Sulcis, mediante soluzione acquosa di metildietanolamina (MDEA) 3M. Il solvente è stato inviato in colonna seguendo un ciclo aperto e la portata è stata variata in modo da valutare le prestazioni del processo per diversi rapporti liquido/gas (L/G). In particolare, utilizzando un rapporto L/G (kg<sub>solvente</sub>/kg<sub>gas</sub>) pari a 0,36 l'efficienza media di rimozione è stata del 75%, mentre un rapporto pari a 3,74 ha permesso di raggiungere un'efficienza pari all'81%,

consentendo un abbattimento da oltre 1.000 ppm a circa 200 ppm. Lo svolgimento di prove ulteriori consentirà di mettere in relazione tutti i parametri in gioco e di effettuare un'analisi più approfondita sull'influenza del rapporto liquido/gas sull'efficienza del processo.

## Introduzione

Il presente documento è riferito alle attività indicate nell'allegato tecnico all'Accordo di collaborazione tra ENEA e Sotacarbo "Analisi e sperimentazione di processi e tecnologie che trovano applicazione in impianti di produzione energetica da carbone equipaggiati con sistemi di cattura e sequestro della CO<sub>2</sub>". 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 CO<sub>2</sub>" è previsto lo svolgimento di alcune prove sperimentali sull'impianto pilota Sotacarbo, atte a testare i sistemi di rimozione di polveri e tar e di desolforazione a freddo. Tali prove hanno interessato il precipitatore elettrostatico, la torre di lavaggio (scrubber), il primo ed il secondo stadio di desolforazione a freddo.

Per quanto riguarda lo studio delle prestazioni dei sistemi di rimozione di polveri e tar, è stato necessario apportare alcune migliorie nella componentistica esistente, ed acquistare una nuova apparecchiatura per la rilevazione delle polveri, necessaria alla valutazione dell'efficienza di rimozione del sistema scrubber-elettrofiltro. Nello specifico, è stato modificato il sistema di campionamento degli analizzatori di ossigeno a servizio del precipitatore elettrostatico, ed è stato acquisito ed installato un sistema triboelettrico per la rilevazione delle polveri nel syngas.

I sistemi di desolforazione freddo sono stati testati in modo da valutarne l'efficienza al variare di alcuni parametri di processo. In particolare, sono state valutate le prestazioni dei processi di desolforazione in relazione alla composizione del syngas alimentato ed alla regolazione delle portate di gas e solvente utilizzate.

Il presente documento riporta una descrizione delle principali modifiche apportate ai suddetti sistemi ed i principali risultati ottenuti nei relativi test sperimentali.

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

## 1. Configurazione impiantistica

L'impianto pilota Sotacarbo, è costituito da una sezione di gassificazione e due differenti linee di trattamento del syngas, dedicate una alla produzione di energia elettrica e una al trattamento a caldo del syngas per la produzione di idrogeno.

La sezione di gassificazione è costituita principalmente da un reattore di gassificazione a letto fisso up-draft, impiegante tipicamente aria e vapore come agenti gassificanti. Il reattore 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.

Il syngas grezzo prodotto dal gassificatore viene depurato preliminarmente in un sistema composto da tre differenti colonne disposte in serie, che operano il raffreddamento e la depolverazione del syngas ed eventualmente, se necessario, una prima desolforazione dello stesso. In particolare una torre di lavaggio (scrubber) opera il raffreddamento del syngas e la prima, rimozione di polveri e tar in esso presenti. Un primo stadio di desolforazione a freddo, impiegante generalmente una soluzione acquosa di soda, consente una grossolana separazione dell' $H_2S$ . Infine un precipitatore elettrostatico opera la rimozione delle polveri e del tar residui. A valle del precipitatore elettrostatico, il syngas può essere inviato completamente al secondo stadio di desolforazione a freddo, utilizzando tipicamente una miscela di soda e ipoclorito di sodio in soluzione acquosa e, successivamente, a un motore a combustione interna per la produzione di energia elettrica. In alternativa, a seconda degli specifici obiettivi di ciascun test sperimentale, una porzione del syngas prodotto, pari a circa  $20-25 \text{ Nm}^3/\text{h}$ , può essere inviata a una linea di trattamento a caldo del syngas per la produzione di idrogeno.

L'impianto è dotato di un sistema di regolazione e controllo mediante il quale possono essere gestite le principali operazioni, quali regolazione dei parametri di processo, apertura e chiusura delle valvole, azionamento di alcune apparecchiature. Il sistema consente inoltre il monitoraggio e la registrazione dei principali parametri di processo e delle operazioni effettuate durante il funzionamento dell'impianto.

La composizione del syngas all'ingresso ed all'uscita delle diverse sezioni è rilevata mediante un apposito sistema di campionamento che preleva i campioni e li invia ad un gas cromatografo portatile (Agilent 3000); quest'ultimo fornisce un'analisi ogni tre minuti circa e rileva la concentrazione presente nel syngas delle specie  $CO_2$ ,  $H_2$ ,  $O_2$ ,  $CO$ ,  $CH_4$ ,  $N_2$ ,  $H_2S$ ,  $COS$ ,  $C_2H_6$  e  $C_3H_8$ .

Un nuovo sistema di analisi del gas è stato acquisito nell'ambito del progetto CERSE IV ma non utilizzato durante i test oggetto del presente lavoro. Per una descrizione dettagliata di tale sistema si rimanda al documento "Acquisizione e sperimentazione di un nuovo sistema di analisi syngas" (Orsini et al., 2012), redatto nell'ambito dello stesso progetto di ricerca.

### 1.1 Scrubber

Il syngas grezzo proveniente dal gassificatore entra nello scrubber attraverso un condotto immerso nella vasca di raccolta, posta nella parte bassa della colonna. Il condotto immerso svolge la funzione di dispositivo antiritorno di fiamma ed un controllo di livello assicura che sia mantenuto all'interno del serbatoio un quantitativo di liquido sufficiente a garantire questa funzione.

All'interno dello scrubber il syngas viene sottoposto a un lavaggio con acqua, che consente un raffreddamento fino a una temperatura di circa  $50-80 \text{ }^\circ\text{C}$ , ed opera una prima rimozione delle polveri, del tar e delle eventuali tracce di HCl presenti nel syngas. Il sistema di ricircolo dell'acqua è costituito da due pompe rotative a vite (CX001 e CX002), poste in parallelo e funzionanti alternativamente, e da un sistema di filtri atti a catturare eventuali impurità aspirate dal fondo della colonna. L'acqua viene nebulizzata mediante ugelli spruzzatori ed incontra il gas in controcorrente.

La portata di ricircolo può essere regolata agendo, tramite inverter, sulla velocità del motore delle pompe. Il fondo della torre costituisce il serbatoio di stoccaggio dell'acqua di lavaggio ed ha una capacità pari a  $0,6 \text{ m}^3$  circa. Una serpentina a vapore, posta sul fondo del serbatoio, evita il deposito dei composti pesanti. Il

livello dell'acqua al suo interno è monitorato tramite un misuratore di livello e viene, normalmente, mantenuto costante al valore del 75% del riempimento massimo. La temperatura dell'acqua contenuta nel serbatoio viene mantenuta pressoché costante mediante un parziale svuotamento dello stesso ed un reintegro con acqua di rete.

Il controllo della pressione nello scrubber avviene attraverso la guardia idraulica FK001 dotata di un indicatore del livello di riempimento.

### 1.2 Primo stadio di desolforazione a freddo

Il syngas uscente dallo scrubber è inviato a un primo stadio di desolforazione a freddo, avente lo scopo di ridurre il contenuto di gas acidi corrosivi nel syngas, soprattutto quando vengono utilizzate tipologie di carbone caratterizzate da un elevato tenore di zolfo.

Questo primo stadio di desolforazione è costituito da una colonna a riempimento, utilizzando una soluzione acquosa di soda come mezzo solvente, ed opera un primo abbattimento dei composti dello zolfo mediante assorbimento chimico.

Il sistema di ricircolo della soluzione è analogo a quello descritto per la colonna di lavaggio ed è costituito da due pompe rotative a vite (CX003 e CX004), poste in parallelo e funzionanti alternativamente, e da un sistema di filtri atti a catturare eventuali impurità aspirate dal fondo della colonna. La soluzione viene nebulizzata mediante ugelli spruzzatori ed incontra in controcorrente il gas che viene immesso nella parte bassa della colonna. La portata di ricircolo può essere regolata agendo, tramite inverter, sulla velocità del motore delle pompe.

Il fondo della torre costituisce il serbatoio di stoccaggio della soluzione di lavaggio e ha una capacità pari a 1,2 m<sup>3</sup>. Una serpentina a vapore, posta sul fondo del serbatoio, evita il deposito dei composti pesanti. Il livello della soluzione nel serbatoio è controllato tramite un misuratore di livello e viene mantenuto costante al valore del 75% del riempimento massimo.

Per garantire stabilità alle condizioni operative, sulla corrente di lavaggio, è effettuato, in continuo, un controllo del pH; sulla base di tale valore, viene azionata una pompa dosatrice per l'invio della soluzione di soda necessaria a correggere l'acidità derivante dall'assorbimento di H<sub>2</sub>S e di HCl e mantenere il pH al valore desiderato.

Il controllo della pressione nel primo stadio di desolforazione avviene attraverso la guardia idraulica FK002 dotata di un indicatore del livello di riempimento.

### 1.3 Elettrofiltro

Un filtro elettrostatico ad umido effettua la rimozione del tar e delle polveri presenti nel syngas in seguito al lavaggio nello scrubber e al trattamento nel primo stadio di desolforazione a freddo.

L'elettrofiltro è costituito da un fascio di 11 tubi; all'interno di ciascuno tubo è presente un elettrodo rigido che genera il campo elettrico ionizzante responsabile della cattura delle particelle solide che attraversano l'elettrofiltro. Esternamente al fascio viene fatto circolare vapore, necessario a mantenere allo stato liquido i composti pesanti catturati. In questo modo si previene lo sporco dei tubi e la conseguente perdita di efficienza dell'apparecchiatura.

Gli elettrodi sono mantenuti in posizione da una struttura di supporto che è, a sua volta, collegata al mantello tramite due isolatori ceramici. Un trasformatore/rettificatore fornisce l'energia ad alta tensione necessaria a generare il campo elettrico.

Gli isolatori, che durante il funzionamento sono a contatto col syngas (sporco ed umido), vengono tenuti puliti ed asciutti, quindi in grado di svolgere la loro funzione isolante, mediante l'invio continuo di una piccola portata di azoto. Prima dell'ingresso nell'elettrofiltro, l'azoto viene preriscaldato mediante una serpentina (attraversata da una corrente di vapore) avvolta sulla camicia.

Nella parte inferiore dell'elettrofiltro sono previsti due ingressi d'acqua, uno (attraverso la valvola FU854) per garantire l'umidificazione del gas prima del suo passaggio nel campo elettrico e l'altro (attraverso la valvola FU852) per effettuare saltuari lavaggi dell'apparecchio. A valle dell'elettrofiltro vengono rilevate la

temperatura e la pressione del syngas. Nella parte alta dell'apparecchiatura è installato un disco di rottura (DI003).

È prevista, infine, una valvola automatica di ingresso azoto in colonna (FE007), che viene aperta sia per l'inertizzazione iniziale e finale dell'impianto, sia per l'inertizzazione automatica in caso d'emergenza.

Per ragioni di sicurezza l'elettrofiltro può essere utilizzato solo quando la concentrazione di ossigeno presente nel syngas è inferiore ad un valore limite (1% vol.). Attraverso due prese di campionamento, poste a valle dello scrubber, vengono prelevati due campioni di syngas ed inviati a due analizzatori di ossigeno di tipo paramagnetico (AIT-0026 e AIT-0092); il superamento del valore limite di concentrazione dell'ossigeno, rilevato da almeno uno dei due analizzatori, provoca l'intervento di una sequenza di sicurezza che prevede, l'interruzione dell'alimentazione elettrica dell'elettrofiltro, l'interruzione dell'invio del syngas allo stesso e l'apertura delle valvole di invio azoto in colonna.

Le tre colonne su descritte, scrubber, I stadio di desolforazione e precipitatore elettrostatico, sono assemblate su un unico skid (di seguito indicato skid di trattamento a freddo del syngas).



*Figura 1.1. Skid di trattamento a freddo del syngas.*

#### *1.4 Secondo stadio di desolforazione a freddo*

Il secondo stadio di desolforazione a freddo del syngas è costituito da una colonna a riempimento (figura 1.2), progettata per effettuare o completare l'abbattimento dei composti solforati, e dimensionata per trattare l'intera portata di syngas prodotto nella sezione di gassificazione.

Tale colonna è caratterizzata da un diametro pari a 0,6 m e da una altezza del letto pari a 1,1 m. In essa il syngas entra in contatto, in controcorrente, con un liquido solvente, normalmente costituito da una miscela di soda (NaOH, al 40% in volume) e ipoclorito di sodio (NaOCl, al 13% in volume) in soluzione acquosa. La

soluzione di lavaggio è costantemente ricircolata e irrorata il riempimento, realizzato con anellini in polipropilene Eco-Form della dimensione di 1".

La stabilità delle condizioni operative è assicurata mediante il monitoraggio in continuo dei valori di pH (effettuato sul ricircolo della soluzione solvente) e pOH (effettuato sul serbatoio di raccolta della soluzione posto sul fondo della colonna), sulla base dei quali viene avviato il reintegro di soda e ipoclorito di sodio.



Figura 1.2. Secondo stadio di desolfurazione a freddo.

### 1.5 Principali modifiche apportate

Le principali modifiche apportate ai sistemi interessati dai test oggetto del presente documento hanno riguardato, il sistema di campionamento syngas degli analizzatori ossigeno a servizio del precipitatore elettrostatico, ed il sistema di ricircolo della soluzione solvente a servizio del secondo stadio di desolfurazione a freddo.

Come anticipato nel precedente paragrafo 1.3, attraverso due prese di campionamento, poste a valle dello scrubber, vengono prelevati due campioni di syngas ed inviati a due analizzatori di ossigeno, di tipo paramagnetico (AIT-0026 e AIT-0092), che hanno la funzione di verificare che la concentrazione di ossigeno nel syngas si mantenga al disotto della soglia di sicurezza (1% vol.) per il funzionamento del precipitatore elettrostatico.

Sulla base di quanto verificato durante le precedenti campagne sperimentali, sulle conseguenze causate dalla presenza di impurità nel gas sul funzionamento degli analizzatori di ossigeno, è stata valutata la necessità di inserire alcuni elementi filtranti sulla linea di campionamento.

Come si può osservare nel riquadro rosso della successiva figura 1.3, sono stati inseriti quattro elementi filtranti, due per ciascuna linea di campionamento. La disposizione in parallelo e la presenza delle valvole di intercettazione consentono di sostituire, quando necessario, la cartuccia di uno dei due filtri senza interrompere il campionamento.

I filtri inseriti (Parker mod. 3356) sono composti da un involucro esterno in acciaio (dotato di certificazione ATEX) e da una cartuccia in carta, capace di separare particelle solide e liquide fino a 0,01  $\mu\text{m}$  con un'efficienza di ritenzione pari al 99,99%.

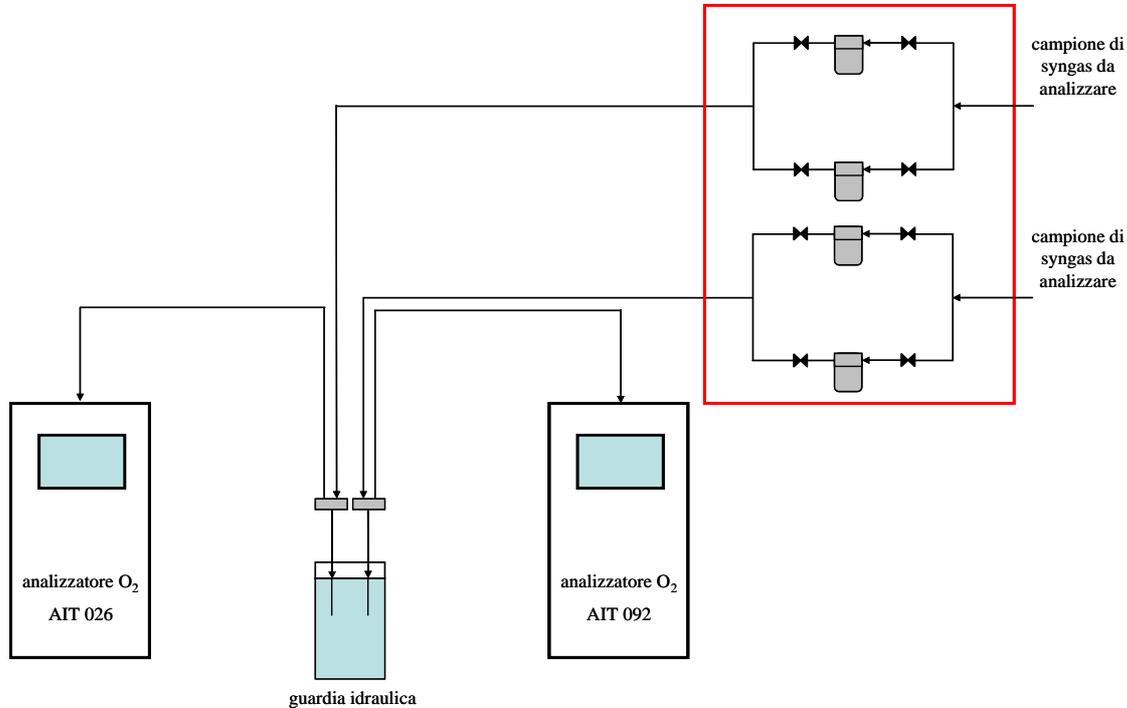


Figura 1.3. Sistema di campionamento a servizio degli analizzatori O<sub>2</sub>.

Il secondo stadio di desolfurazione a freddo è stato progettato per effettuare la desolfurazione del syngas mediante liquido solvente, normalmente costituito da una miscela di soda (NaOH, al 40% in volume) e ipoclorito di sodio (NaOCl, al 13% in volume) in soluzione acquosa. Il solvente, contenuto nel serbatoio posto nel fondo della colonna, viene pompato nella parte alta della colonna mediante due pompe centrifughe (CX005 e CX006) che funzionano alternativamente, e diffuso sulla superficie del riempimento mediante ugelli spruzzatori. Il reintegro della soluzione solvente è valutato mediante i valori di pH e pOH che vengono rilevati in continuo.

Tale configurazione ha subito alcune modifiche atte a consentire l'utilizzo della colonna anche con una configurazione a ciclo aperto del circuito di rilancio della soluzione solvente. Secondo questa configurazione, la pompa CX006 continua a prelevare solvente dal serbatoio posto sul fondo consentendo, quindi, di utilizzare la colonna secondo le condizioni di progetto. La pompa CX005, invece, è collegata ad un serbatoio esterno da cui preleva soluzione fresca per inviarla agli ugelli spruzzatori. Lo scarico della soluzione avviene tramite una valvola manuale posta nel fondo del serbatoio (fondo colonna).

Come si può osservare nello schema riportato in figura 1.4, la soluzione fresca viene caricata nel serbatoio T3 da cui è immessa nella parte alta della colonna di assorbimento, mediante la pompa CX005. La soluzione incontra il gas in controcorrente, e viene quindi inviata per caduta dal fondo della colonna ad uno dei due serbatoi di accumulo T1 o T2.

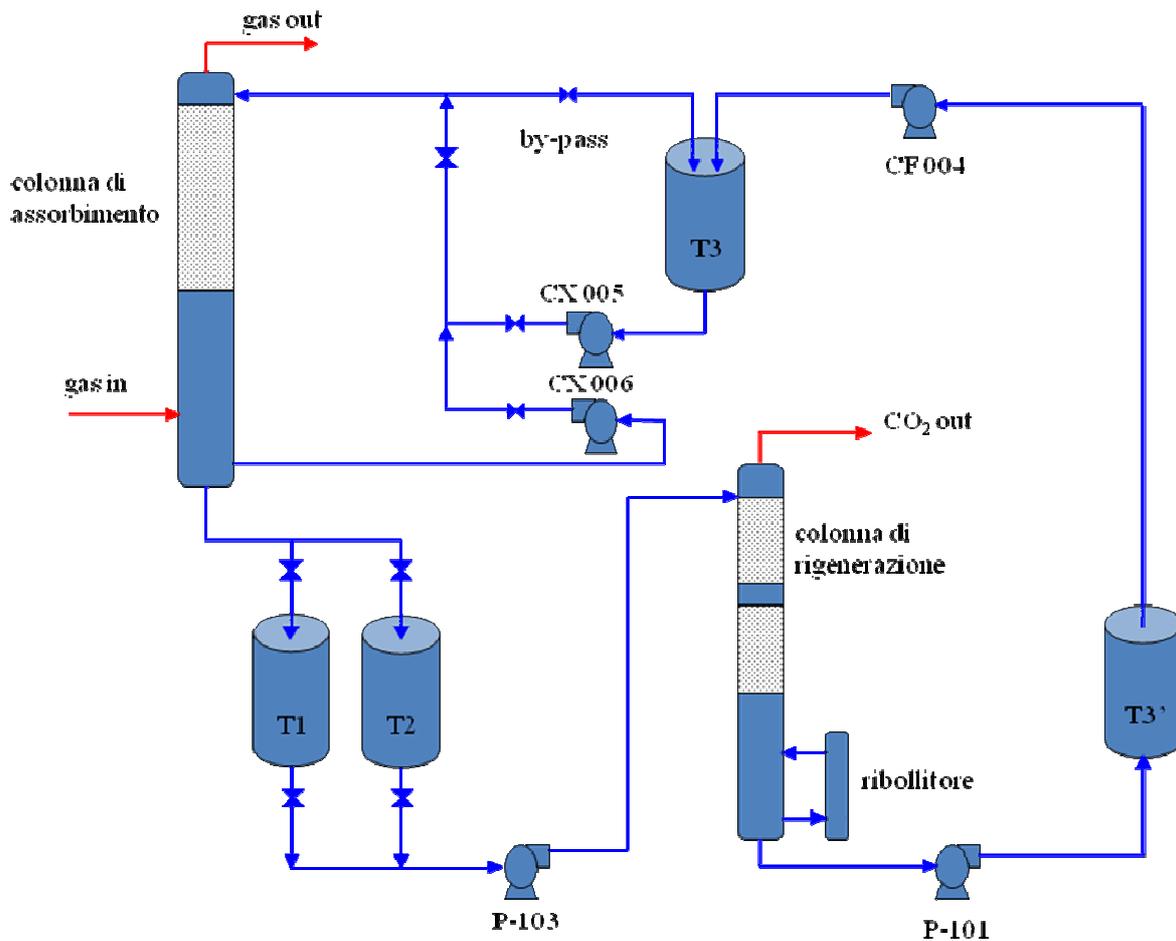


Figura 1.4. Sistema di ricircolo solvente del II stadio di desolforazione a freddo.

### 1.6 Sistema di rilevazione polveri

Uno degli obiettivi dei test sperimentali oggetto del presente documento è lo studio delle prestazioni dei sistemi di rimozione di polveri e tar (scrubber e precipitatore elettrostatico) presenti nella piattaforma pilota Sotacarbo. A tal fine è stato acquistato un sistema triboelettrico ad alta sensibilità per la misura delle polveri nel syngas (mod. PFM 02 Ex prodotto da Dr. Födisch Umweltmesstechnik AG).

Tale sistema è costituito principalmente da una sonda e da un manicotto per il montaggio della stessa lungo la linea in cui si desidera effettuare l'analisi. La sonda (figura 1.5) è composta da uno stelo (*probe rod*) e da una testa di misura (*probe head*). Lo stelo viene installata su un manicotto ed è dotata di un isolatore per l'isolamento elettrico dello strumento dalla custodia.

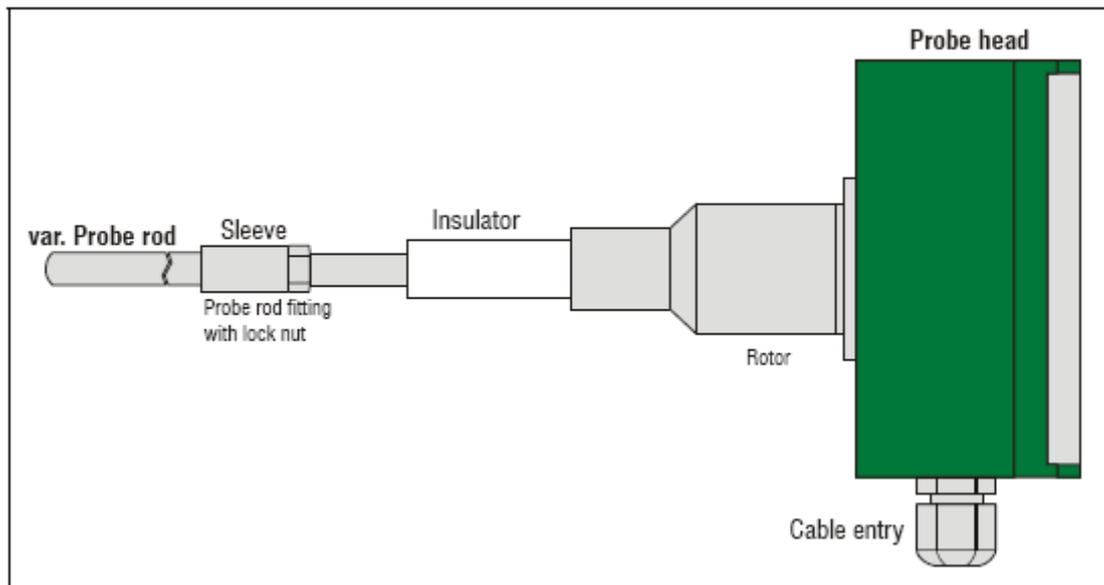


Figura 1.5. Sonda del sistema di rilevazione polveri.

Le dimensioni dello stelo dipendono dalle condizioni di esercizio, quali la velocità del fluido ed il contenuto in polveri in esso presente. Il sistema di controllo ed il display sono integrati nella testa dello strumento; i valori di misura, gli stati dello strumento e le impostazioni dei parametri possono essere visualizzati tramite il display.

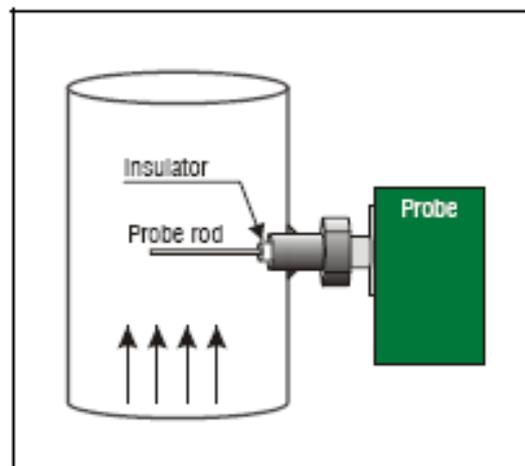


Figura 1.6. Schema di montaggio della sonda di rilevazione polveri.

L'apparecchiatura sfrutta l'effetto triboelettrico, ossia quel fenomeno elettrico che consiste nel trasferimento di cariche, e quindi nella generazione di una tensione, tra materiali diversi (di cui almeno uno isolante) per semplice contatto o per strofinamento. Il fenomeno è dovuto al trasferimento di elettroni tra gli atomi della superficie dei due corpi; il corpo i cui atomi superficiali hanno perso elettroni risulta carico positivamente, l'altro negativamente.

Un sistema di rilevazione polveri di tipo triboelettrico sfrutta il trasferimento delle cariche elettriche fra la sonda e la particelle di polvere presenti nel gas che impattano sulla stessa. Ne deriva un segnale in corrente che dipende dalle proprietà elettriche e meccaniche delle particelle e dal quantitativo di polveri presenti

nel gas. Il microprocessore integrato all'interno dell'unità di controllo restituisce una segnale (4...20 mA) proporzionale al quantitativo di polveri.  
 Affinché la misura rilevata sia significativa, la sonda deve essere montata in modo che la distribuzione delle particelle di polvere contenute nel gas sia, nel punto in cui si vuol effettuare la misura, quanto più omogenea possibile lungo la sezione del condotto.

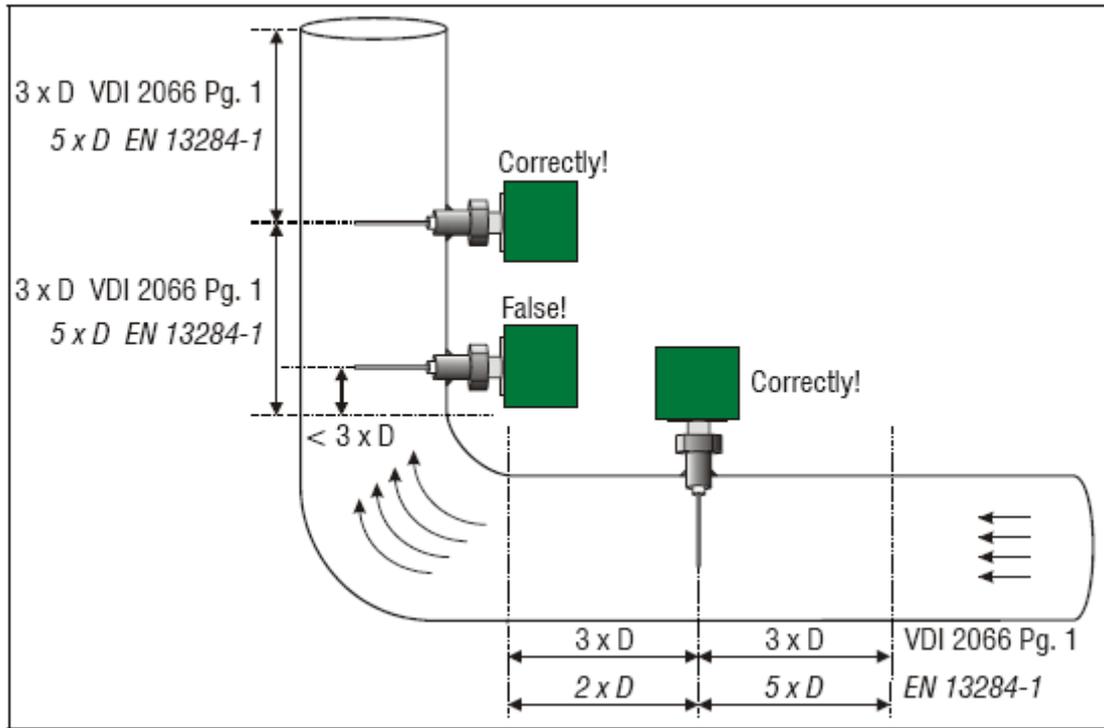


Figura 1.7. Schema di montaggio della sonda in accordo con diverse normative di riferimento.

Le informazioni relative alle analisi ed al funzionamento del sistema di possono essere visualizzate tramite il display (128 x 64 pixel) integrato col sistema stesso. In particolare, è possibile visualizzare il valore attuale della misura, sia in modalità grafica (figura 1.8) che di testo (figura 1.9), e la rappresentazione grafica delle misure rilevate in funzione del tempo.

La misura può essere espressa sia in termini percentuali che in  $\text{mg}/\text{m}^3$  (contenuto in polveri nell'unità di volume di gas).

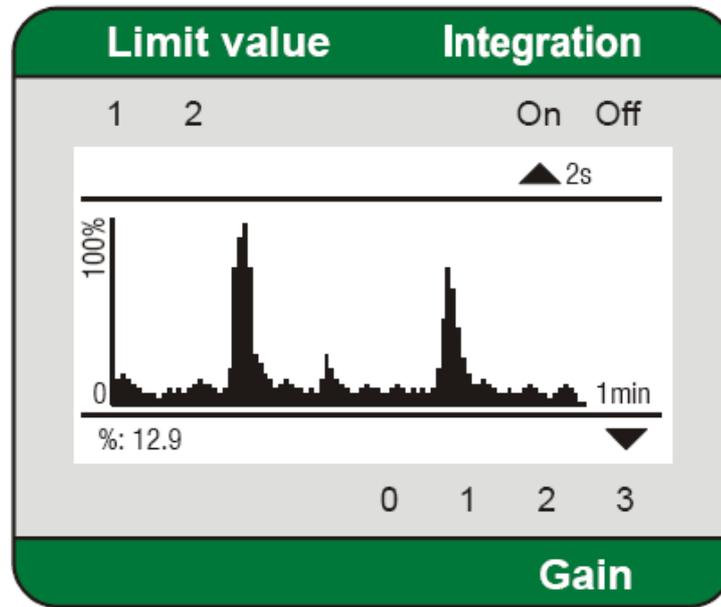


Figura 1.8. Display in modalità grafica.

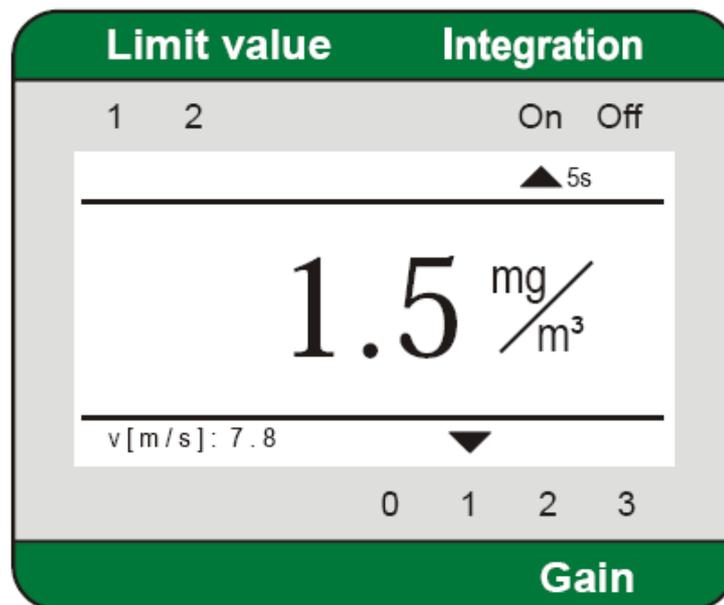


Figura 1.9. Display in modalità di testo.

Tramite una tastiera, anch'essa integrata allo strumento, è possibile accedere al menu principale ed effettuare la modifica dei parametri e la selezione della modalità di funzionamento del dispositivo.

## 2. Obiettivi della sperimentazione

Nel presente capitolo sono elencati, in maniera sintetica, i principali obiettivi della campagna sperimentale relativa ai sistemi di rimozione di polveri e tar ed ai sistemi di desolforazione a freddo. Le prove sperimentali sono state programmate per approfondire il comportamento delle singole apparecchiature al variare dei parametri di processo e valutarne le prestazioni.

### 2.1 Rimozione di polveri e tar

Come precedentemente descritto, il sistema di rimozione polveri e tar è costituito da una colonna di lavaggio (scrubber) e da un precipitatore elettrostatico ad umido.

Le prove effettuate hanno consentito di testare il funzionamento di tali apparecchiature in diverse condizioni di funzionamento. In particolare, si è provveduto ad inviare alla linea di rimozione polveri e tar, syngas ottenuto dalla gassificazione di diversi combustibili. Il principale obiettivo di tali prove è stato quello di valutare le prestazioni dell'intero sistema e delle singole apparecchiature al variare delle condizioni operative, mediante l'utilizzo del sistema triboelettrico per la misura delle polveri nel gas descritto nel precedente paragrafo 1.6.

### 2.2 Sezione di desolforazione a freddo

La sezione di desolforazione a freddo è composta da due diversi stadi costituiti da due colonne a riempimento progettate per effettuare la rimozione dei composti solforati. Nel primo stadio viene utilizzata una soluzione acquosa di soda, mentre nel secondo il solvente è rappresentato da una miscela di soda (NaOH, al 40% in volume) e ipoclorito di sodio (NaOCl, al 13% in volume) in soluzione acquosa.

Le prove relative al primo stadio sono state programmate per valutare l'efficienza di abbattimento dell'H<sub>2</sub>S mediante soluzione acquosa di soda (NaOH) al variare del combustibile alimentato al gassificatore, quindi al variare della composizione del syngas.

Il principale obiettivo dei test effettuati sul secondo stadio è stato quello di valutare l'efficienza di abbattimento dell'H<sub>2</sub>S, mediante soluzione acquosa di metildietanolammina (MDEA) 3M, effettuato su syngas da gassificazione di miscele di carbone contenenti carbone Sulcis. Le modifiche effettuate sul circuito di ricircolo solvente hanno permesso di studiare le prestazioni del processo al variare del rapporto liquido/gas (L/G).

## 3. Organizzazione della campagna sperimentale

La campagna sperimentale oggetto del presente studio è stata organizzata a partire dagli obiettivi da perseguire per i diversi sistemi e dal numero massimo di prove effettuabili, combinando poi tali aspetti al fine di ottimizzare la sperimentazione e di raccogliere il massimo numero possibile di dati.

### 3.1 Programmazione ed obiettivi delle singole prove

Relativamente ai test eseguiti sui sistemi di rimozione di polveri e tar, al fine di raggiungere gli obiettivi di cui al capitolo 2, sono state programmata 2 prove sperimentali sul precipitatore elettrostatico, mentre la colonna di lavaggio è stata esercita nel corso di 19 prove.

Per quanto riguarda i processi di desolforazione a freddo sono state effettuate 9 prove sperimentali sul primo stadio e 2 sul secondo.

In generale le prove sono state programmate anche per analizzare le prestazioni delle altre apparecchiature dell'impianto pilota; la tabella 3.1 riporta una sintesi schematica delle prove sperimentali effettuate e delle sezioni impiantistiche volta per volta interessate: gassificazione (GSF, comprendente anche lo scrubber), precipitatore elettrostatico (ESP, *electrostatic precipitator*), I stadio di desolforazione a freddo (ICGD, *cold gas desulphurization*), II stadio di desolforazione a freddo (IICGD), motore a combustione interna (ICE, *internal combustion engine*), trattamento a caldo del syngas (HGT, *hot gas treatment*, comprendente i processi di desolforazione a caldo, CO-shift e separazione dell'anidride carbonica) e purificazione dell'idrogeno (HSP, *hydrogen separation*), sistema di rigenerazione delle soluzioni amminiche (RIG).

Tabella 3.1. Organizzazione dei test sperimentali.

Data	Obiettivo principale	Sezioni d'impianto interessate								
		GSF	ESP	ICGD	II CGD (RZ001)	ICE	HGT	HSP	RIG	
27/10/2011	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio)	X		X						
10/11/2011	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio)	X		X						
16/11/2011	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio)	X		X						
14/12/2011	Cogassif. (carbone/biomasse), desolf. a freddo (I stadio), motore	X		X		X				
02/02/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio), motore	X		X		X				
15/03/2012	Combustione, Gassificazione, ESP	X	X							
05/04/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (II stadio con MDEA 5M), motore	X			X	X				
03/05/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio), motore	X		X		X				
09/05/2012	Gassificazione cippato di legno	X								
07/06/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (II stadio con MDEA 5M), motore	X			X	X				
14/06/2012	Gassificazione con aria, sezione di trattam. a caldo	X					X	X		
20-21/06/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio), motore	X		X		X				
28/06/2012	Gassificazione, sezione di trattam. a caldo	X					X	X		
05/07/2012	Gassificazione, sezione di trattam. a caldo	X					X	X		
12/07/2012	Gassificazione, ESP	X	X							
19-20/07/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio), motore	X		X		X				
26/07/2012	Gassificazione, assorbimento CO2 (nel reattore RZ001), rigenerazione	X			X				X	
02/08/2012	Gassificazione, desolf. a freddo (I stadio), assorbimento CO2 (nel reattore RZ001), motore	X		X	X				X	
13/09/2012	Gassificazione con aria, sezione di trattam. a caldo	X					X	X		

### 3.2 Combustibili impiegati

I test sperimentali effettuati sulla piattaforma pilota sono stati eseguiti con differenti tipologie di carbone e di biomasse. Tali combustibili sono stati caratterizzati presso i laboratori Sotacarbo con differenti tipologie di analisi.

In particolare, di tali combustibili è stata effettuata l’analisi immediata (mediante termogravimetro), l’analisi elementare (mediante il determinatore CHN/S) e l’analisi calorimetrica per la determinazione del potere calorifico superiore.

La seguente tabella 3.2 riporta, in sintesi, i risultati medi delle analisi effettuate sui principali campioni di combustibile analizzati nel corso della campagna sperimentale oggetto del presente documento.

Tabella 3.2. Caratterizzazione dei combustibili impiegati.

Tipologia di combustibile	carbone Sulcis	carbone Usibelli	carbone sudafricano	carbone russo	cippato di legno	pellet di legno
Provenienza	Sardegna	Alaska	Sudafrica	Russia	Sardegna	n.d.
<b>Analisi immediata (% in massa)</b>						
Carbonio fisso	40,65	31,33	72,58	80,19	18,30	17,70
Umidità	7,45	17,64	3,64	2,38	7,70	8,57
Volatili	40,45	41,00	8,81	4,81	73,63	73,32
Ceneri	11,45	10,02	14,97	12,62	0,37	0,42
<b>Analisi elementare (% in massa)</b>						
Carbonio totale	66,49	48,56	75,56	81,55	49,95	79,51
Idrogeno	6,18	5,96	3,86	1,64	6,14	11,18
Azoto	1,41	0,50	1,40	0,79	0,11	0,32
Zolfo	7,02	0,18	0,57	1,01	0,00	0,00
Ossigeno	n.d.	17,14	n.d.	n.d.	35,74	n.d.
Umidità	7,45	17,64	3,64	2,38	7,70	8,57
Ceneri	11,45	10,02	14,97	12,62	0,37	0,42
<b>Analisi calorimetrica (MJ/kg)</b>						
Potere calorifico superiore	22,59	19,46	28,10	29,39	18,76	18,45
Potere calorifico inferiore	21,07	17,75	27,18	28,96	17,25	16,85

Per approfondimenti sulle metodologie utilizzate per effettuare le analisi relative ai combustibili riportate nel presente lavoro, si rimanda al documento “Test sperimentali di gassificazione di carbone e biomasse presso la piattaforma pilota Sotacarbo” (Pettinau et al., 2012) redatto nell’ambito dello stesso progetto di ricerca.

## 4. Sperimentazione sui sistemi di rimozione polveri e tar

Nel corso delle 19 prove sperimentali eseguite sulla colonna di lavaggio (scrubber), sono state effettuate 243 ore di sperimentazione, mentre l'elettrofiltro è stato testato per 2 ore e 12 minuti (nel corso di due prove).

### 4.1 Scrubber

Si riporta di seguito una sintesi delle modalità di esecuzione dei test ed un'analisi dei risultati ottenuti.

#### Procedure operative

I test sono stati eseguiti inviando alla colonna di lavaggio l'intera portata di syngas prodotta dalla sezione di gassificazione. All'interno dello scrubber il syngas è stato sottoposto a un lavaggio con acqua, che ha consentito un raffreddamento fino a una temperatura di circa 50-80 °C, ed ha operato una prima rimozione delle polveri, del tar e delle eventuali tracce di HCl presenti nel syngas. La portata di ricircolo dell'acqua è stata mantenuta costante per tutte le prove ad un valore pari a 2 m<sup>3</sup>/h. Il livello dell'acqua nel serbatoio posto sul fondo della colonna, monitorato tramite un misuratore di livello, è stato generalmente mantenuto ad un valore pari al 75% del riempimento massimo; durante alcuni test, a causa di particolari esigenze sperimentali, tale livello è stato ridotto.

#### Prestazioni del processo

Al fine di valutare le prestazioni della sezione di rimozione di polveri e tar, durante la prova del 15/03/2012 (prova di combustione di carbone sudafricano), è stata impiegata un'apparecchiatura triboelettrica per la misura delle polveri presenti nel syngas, fornita in prova dalla ditta Power Generation Service. L'apparecchiatura è stata montata inizialmente all'ingresso dello scrubber, in modo che il sensore fosse investito dal gas in uscita dal gassificatore prima di qualsiasi trattamento. Dall'analisi dei dati, rilevati in continuo durante la prova, è stato possibile verificare un sostanziale aumento del contenuto di polveri nel gas in seguito ad ogni caricamento di carbone nel gassificatore (variazione rilevata dopo 5-10 minuti da ogni caricamento).

Lo strumento prevede la possibilità di regolare la sensibilità in base alla quantità di polveri presenti nella corrente gassosa che si vuol analizzare. Durante il test l'apparecchiatura ha funzionato alla massima sensibilità, è stata necessaria una regolazione alla minima sensibilità solo in corrispondenza dell'aumento della quantità di polveri rilevate dopo ogni caricamento di carbone. Alcune ore prima della fine della prova, l'apparecchiatura è stata montata a valle dello scrubber, ma non è stato possibile rilevare la presenza di polveri, presumibilmente presenti, in quel punto, in quantità talmente bassa da non poter essere rilevata dallo strumento utilizzato; è stato, quindi, impossibile effettuare valutazioni sull'efficienza di rimozione di polveri e tar raggiunta dallo scrubber.

Nel mese di luglio è stata installata nell'impianto pilota Sotacarbo una nuova apparecchiatura per la misura delle polveri nel gas (mod. PFM 02 Ex prodotto da Dr. Födisch Umweltmesstechnik AG, descritta nel dettaglio nel precedente paragrafo 1.6) acquistata allo scopo di valutare le prestazioni della sezione di rimozione polveri e tar. L'apparecchiatura è stata testata durante la prova del 12/07/2012 ma, a causa di problemi riscontrati durante l'impostazione preliminare dei parametri di funzionamento, non è stato possibile effettuare alcuna misurazione.

### 4.2 Elettrofiltro

Obiettivo principale dei due test relativi al precipitatore elettrostatico ad umido sono stati quelli di approfondire le conoscenze relative al processo di rimozione di polveri e tar in esso effettuato e di

studiarne le prestazioni mediante l'utilizzo di uno strumento per la rilevazione delle polveri appositamente acquistato ed installato.

### Procedure operative

A causa dell'elevato rischio di esplosione legato al tipo di tecnologia, ed alle caratteristiche del syngas da trattare, le procedure di messa in funzione ed utilizzo dell'elettrofiltro sono state studiate per minimizzare il rischio di accidentali esplosioni. Tale procedura è suddivisa in tre fasi che possono essere schematizzate come segue:

- prima fase: impostazione della configurazione impiantistica;
- seconda fase: alimentazione dell'elettrofiltro;
- terza fase: messa in funzione.

La prima fase prevede le seguenti azioni:

- invio vapore all'elettrofiltro;
- invio azoto all'isolatore;
- invio acqua per umidificazione del syngas mediante regolazione dell'apposita valvola manuale.

La seconda fase prevede le seguenti azioni:

- alimentazione dal quadro relativo allo skid di trattamento a freddo e verifica del segnale "Linea Trafo inserita" su SRC (sistema di regolazione e controllo);
- selezione della modalità di gestione (locale o remota);
- alimentazione tramite interruttore posto su quadro elettrico di gestione trasformatore (posto nelle vicinanze del precipitatore elettrostatico);
- abilitare il pulsante "Power ON" da SRC;
- abilitare il pulsante "Control Power On" su quadro elettrico di gestione trasformatore (posto nelle vicinanze del precipitatore elettrostatico), verifica dell'abilitazione del segnale "Power ON" su SRC;
- disattivazione del blocco trasformatore per l'abilitazione al funzionamento dell'elettrofiltro;
- abilitazione del pulsante "HVOFF(1)" da SRC;
- impostazione dei valori minimi di tensione e corrente: 0,5 mA e 1 kV.

Dopo la seconda fase l'elettrofiltro è pronto per il funzionamento ma non è ancora in grado di generare, fra gli elettrodi, tensione sufficiente al funzionamento. La messa in funzione dell'elettrofiltro avviene mediante le operazioni previste dalla terza fase, di seguito riportate:

- verifica dei valori di concentrazione di ossigeno nel syngas, rilevati dagli analizzatori AIT0026 e AIT0092 (perché il sistema dia il consenso all'avviamento dell'elettrofiltro la concentrazione deve essere inferiore all'1%vol.) ed invio del syngas all'elettrofiltro;
- abilitazione del pulsante "HVON" da SRC; l'elettrofiltro si porterà in automatico ai valori di tensione e corrente precedentemente impostati: 0,5 mA e 1 kV;
- innalzamento dei valori di tensione (0,5 kV per volta) e corrente fino ai valori per i quali iniziano a verificarsi le scariche elettriche.

In caso di scariche elettriche troppo frequenti è necessario diminuire lentamente i valori di tensione e corrente in maniera proporzionale fino ad ottenere una diminuzione delle scariche. Quando l'elettrofiltro va in "fault" è necessario interrompere il passaggio del syngas e ripetere le operazioni partendo dalla seconda fase.

Anche la fase di spegnimento deve essere eseguita secondo una precisa procedura che comprende i seguenti passaggi:

- interruzione del passaggio del syngas attraverso l'elettrofiltro;

- disabilitazione del pulsante “HVON” da SRC; il sistema si riporterà nella posizione “HVOFF(1)”, in tale condizione il trasformatore non genera più tensione nell’elettrofiltro;
- impostazione dei valori di tensione e corrente: 0 mA e 0 kV;
- abilitare il pulsante “HVOFF(0)” da SRC;
- attivazione del blocco trasformatore per la disabilitazione dell’elettrofiltro;
- disabilitazione del pulsante “Power ON” da SRC;
- disabilitazione del pulsante “Control Power On” dal trasformatore sul quadro elettrico gestione trasformatore;
- apertura dell’interruttore di alimentazione elettrica posto sul quadro elettrico di gestione trasformatore;
- apertura dell’interruttore posto sul quadro relativo allo skid di trattamento a freddo.

Il sistema è dotato, infine, di un sequenza di sicurezza che interviene automaticamente al superamento del limite di concentrazione di O<sub>2</sub> nel gas, e che prevede le seguenti azioni:

- interruzione dell’alimentazione elettrica dell’elettrofiltro;
- apertura della valvola di invio syngas in torcia;
- chiusura della valvola di invio syngas all’elettrofiltro;
- inertizzazione mediante azoto all’elettrofiltro.

La chiusura delle valvole di invio azoto è affidata all’operatore che deve, inoltre, premere il tasto di ripristino per effettuare il reset del sistema e per poter riprendere la fase di funzionamento dell’elettrofiltro. La sequenza di sicurezza deve essere disinserita da SRC ogni qualvolta si operi con la sezione di depolverazione non attiva.

#### Prestazioni del processo

Il primo test sperimentale dell’elettrofiltro è stato effettuato il 15/03/2012, durante tale prova il gassificatore, alimentato con carbone sudafricano, è stato utilizzato come combustore. La fase di funzionamento del precipitatore elettrostatico ha avuto una durata pari a 42 minuti ripartiti in due intervalli. In figura 4.1 e figura 4.2 sono riportati i valori di intensità di corrente e differenza di potenziale in funzione del tempo, registrati dal sistema di regolazione e controllo:

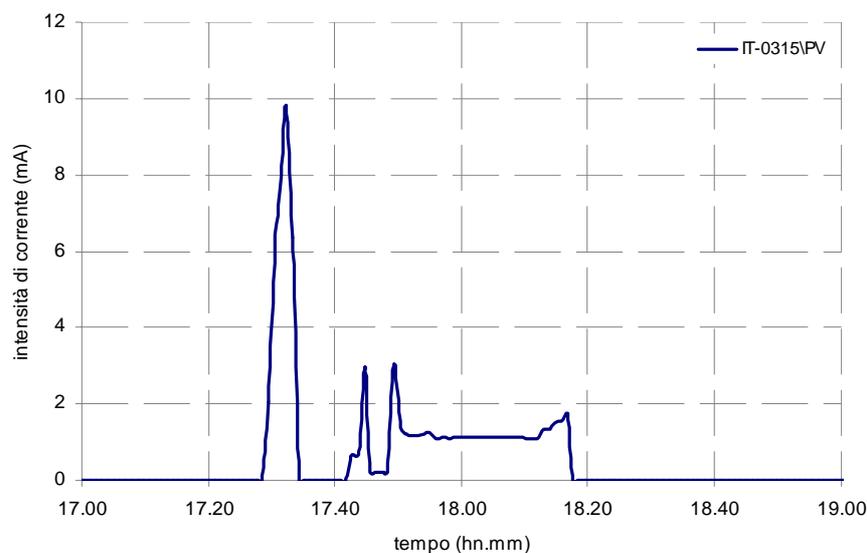


Figura 4.1. Andamento dell’intensità di corrente in funzione del tempo – prova del 15/03/2012.

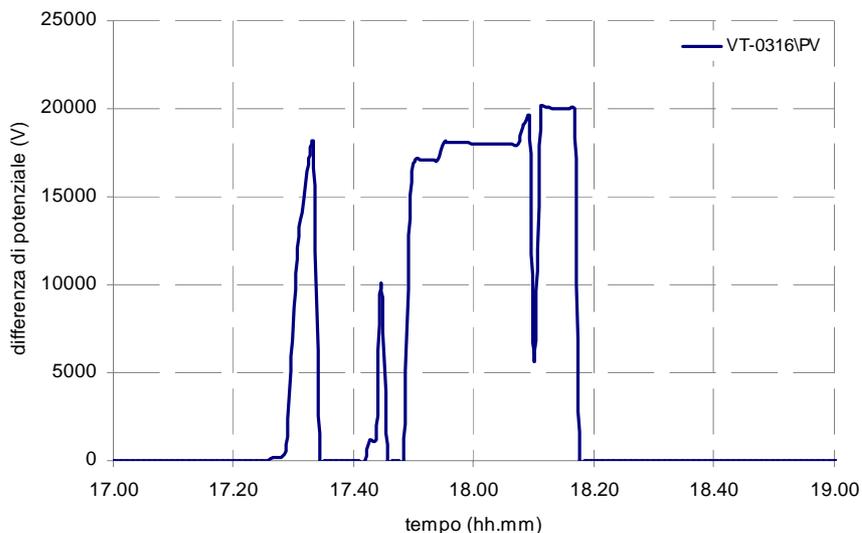


Figura 4.2. Andamento della differenza di potenziale in funzione del tempo – prova del 15/03/2012.

Come anticipato nel precedente paragrafo 4.1, durante la prova è stata utilizzata un'apparecchiatura triboelettrica per la misura delle polveri presenti nel syngas, fornita in prova dalla ditta Power Generation Service.

Alcune ore prima della fine della prova l'apparecchiatura, inizialmente installata a valle del gassificatore, è stata spostata nel condotto syngas in ingresso all'elettrofiltro e successivamente a valle dello stesso; in entrambi i casi, non è stato possibile rilevare la presenza di polveri, presumibilmente presenti in quantità talmente bassa da non poter essere rilevata dallo strumento utilizzato.

Il secondo test sperimentale è stato effettuato il 12/07/2012, durante tale prova è stato inviato all'elettrofiltro syngas ottenuto dalla gassificazione di una miscela contenente 80% di carbone russo e 20% di carbone Sulcis. La fase di funzionamento ha avuto una durata di 1 ora e 30 minuti, ripartiti in 5 intervalli. In figura 4.3 e figura 4.4 sono riportati i valori di intensità di corrente e differenza di potenziale in funzione del tempo, registrati dal sistema di regolazione e controllo durante la prova.

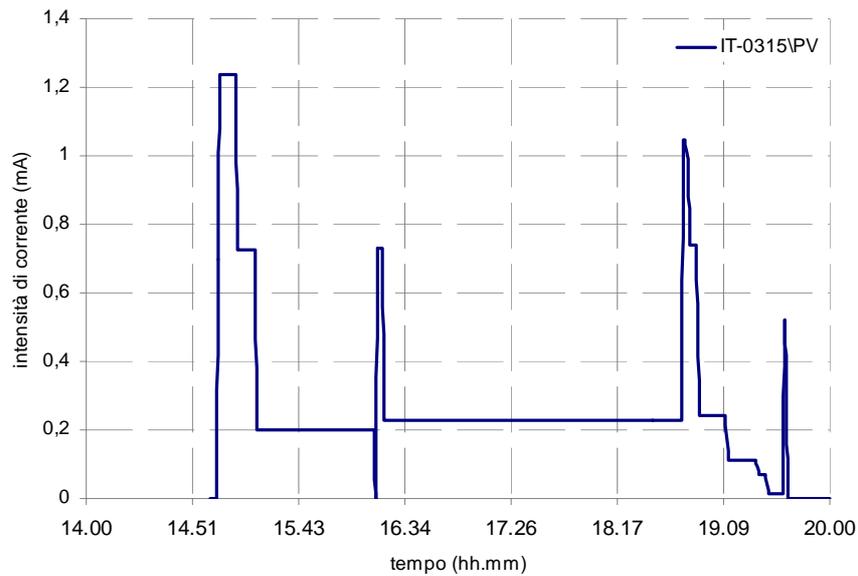


Figura 4.3. Andamento dell'intensità di corrente in funzione del tempo – prova del 12/07/2012.

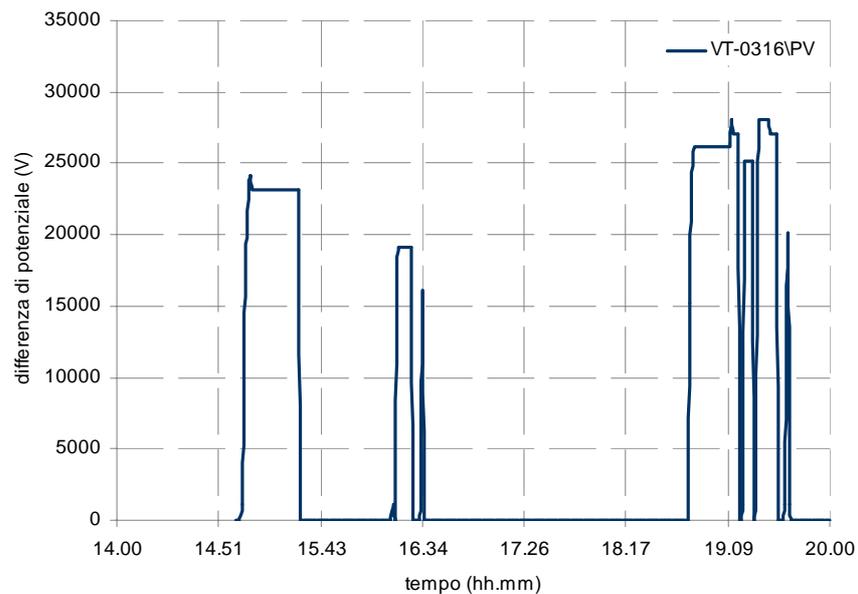


Figura 4.4. Andamento della differenza di potenziale in funzione del tempo – prova del 12/07/2012.

Per i motivi menzionati nel paragrafo 4.1, la verifica funzionale del rilevatore di polveri (mod. PFM 02 Ex prodotto da Dr. Födisch Umweltmesstechnik AG), acquistato nell'ambito del presente progetto di ricerca, non è andata a buon fine quindi non è stato possibile effettuare una valutazione delle prestazioni dell'elettrofiltro.

## 5. Sperimentazione sui sistemi di desolforazione a freddo

Diversamente dalle specifiche di progetto, durante la presente campagna sperimentale, i due stadi di desolforazione a freddo sono stati utilizzati alternativamente (invece che in serie). In particolare, nel secondo stadio è stata testata la rimozione di H<sub>2</sub>S mediante una soluzione di MDEA 3M (invece che con una miscela di soda e ipoclorito di sodio in soluzione acquosa).

Sul primo stadio di desolforazione sono state effettuate 145 ore di sperimentazione, ripartite in 9 prove, mentre sul secondo stadio sono state effettuate 6 ore di sperimentazione in 2 prove.

### 5.1 Primo stadio di desolforazione

Il primo stadio di desolforazione è stato testato in 9 prove sperimentali con sei diversi combustibili, sono di seguito riportati il tipo di combustibile o di miscela utilizzato in ciascuna prova:

Tabella 5.1. Combustibili impiegati.

<b>Data</b>	<b>Combustibile impiegato</b>
27/10/2011	Carbone Usibelli (Alaska)
10/11/2011	Carbone Usibelli (Alaska)
16/11/2011	Carbone Usibelli (Alaska)
14/12/2011	70% carbone sudafricano + 30% pellet legno
02/02/2012	Carbone Usibelli (Alaska)
03/05/2012	Carbone russo
20/06/2012	95% carbone russo + 5% carbone Sulcis
19/07/2012	60% carbone russo + 40% carbone Sulcis
02/08/2012	60% carbone russo + 40% carbone Sulcis

In tutte le prove su riportate è stato effettuato il trattamento di desolforazione mediante una soluzione acquosa di soda con pH controllato.

#### Procedure operative

I test sperimentali sono stati eseguiti inviando l'intera portata del syngas prodotta dalla sezione di gassificazione alla colonna a riempimento (primo stadio di desolforazione). La portata di solvente è stata mantenuta costante e ricircolata dal serbatoio posto sul fondo. Il controllo del pH è avvenuto tramite una sonda che rileva in continuo il valore del pH della soluzione ricircolata ed è stato mantenuto al valore desiderato mediante l'invio di soluzione fresca.

#### Prestazioni del processo

L'analisi delle prestazioni del processo è stata effettuata sulla base dei dati ottenuti in quattro test sperimentali, scelti in modo da analizzare i risultati relativi a ciascuna delle miscele di combustibile utilizzate. In particolare, sono stati analizzati i risultati ottenuti con i seguenti combustibili:

- 70% carbone sudafricano + 30% pellet legno (prova del 14/12/2011);
- 100% carbone Usibelli - Alaska (prova del 02/02/2012);
- 100% carbone russo (prova del 03/05/2012);
- 60% carbone russo + 40% carbone Sulcis (prova del 02/08/2012).

le cui caratteristiche sono riportate nella seguente tabella.

*Tabella 5.2. Combustibili impiegati.*

<i>Tipologia di combustibile</i>	<b>70% sudafricano + 30% pellet</b>	<b>carbone Usibelli</b>	<b>carbone russo</b>	<b>60% russo + 40% Sulcis</b>
<b>Analisi immediata (% in massa)</b>				
Carbonio fisso	56,116	31,33	80,19	64,37
Umidità	5,119	17,64	2,38	4,41
Volatili	28,163	41,00	4,81	19,07
Ceneri	10,605	10,02	12,62	12,15
<b>Analisi elementare (% in massa)</b>				
Carbonio totale	76,745	48,56	81,55	75,53
Idrogeno	6,056	5,96	1,64	3,46
Azoto	1,076	0,50	0,79	1,04
Zolfo	0,399	0,18	1,01	3,41
Ossigeno	n.d.	17,14	n.d.	n.s.
Umidità	5,119	17,64	2,38	4,41
Ceneri	10,605	10,02	12,62	12,15
<b>Analisi calorimetrica (MJ/kg)</b>				
Potere calorifico superiore	25,20	19,46	29,39	26,67
Potere calorifico inferiore	24,08	17,75	28,96	25,80

La composizione media del syngas, strettamente legata alle caratteristiche del combustibile impiegato, è stata valutata per ciascuna prova, considerando l'intervallo di funzionamento del primo stadio di desolforazione. In particolare, sono state considerate le analisi effettuate sui campioni prelevati dalla presa di campionamento DJ002, posta prima del reattore, eliminando eventuali valori non ritenuti attendibili (a causa di instabilità dei parametri di processo o interventi effettuati sulle apparecchiature durante la prova). La concentrazione di H<sub>2</sub>S presente nel syngas è chiaramente legata al contenuto di zolfo che caratterizza la miscela di combustibile alimentata al gassificatore (tabella 5.2) e raggiunge il valore massimo per la miscela contenente il 40% di carbone Sulcis.

Tabella 5.3. Composizione syngas.

Prova	14/12/2011	02/02/2012	03/05/2012	02/08/2012
Tipologia di combustibile	70% sudafricano + 30% pellet	carbone Usibelli	carbone russo	60% russo + 40% Sulcis
<b>Composizione syngas (% vol.)</b>				
H <sub>2</sub>	16,61	12,57	17,03	14,89
O <sub>2</sub>	1,21	1,55	1,78	1,69
N <sub>2</sub>	51,86	52,37	53,58	56,36
CH <sub>4</sub>	0,85	1,68	0,54	0,96
CO	18,91	25,45	17,83	15,32
CO <sub>2</sub>	10,50	6,21	9,14	10,42
etano	0,02	0,10	0,00	0,06
H <sub>2</sub> S	0,03	0,02	0,08	0,23
COS	0,00	0,00	0,03	0,04
propano	0,00	0,05	0,00	0,03

Durante i test, il pH è stato mantenuto a valori compresi nell'intervallo 10,0 - 10,7 e la portata media di syngas prodotta dalla sezione di gassificazione (valutata durante la fase di desolfurazione), è stata compresa tra in valori 30-38 Nm<sup>3</sup>/h, con l'unica eccezione rilevata durante la prova del 02/02/2012 in cui si è arrivati a 55 Nm<sup>3</sup>/h.

Dalle analisi effettuate risulta che l'efficienza dell'apparecchiatura in tale processo ha raggiunto valori superiori all'86% (corrispondente un abbattimento da circa 200 ppm in volume a 30 ppm), riducendosi a valori dell'ordine del 66% durante la prova del 02/08/2012 in cui è stata gassificata una miscela contenente un'elevata concentrazione di carbone Sulcis.

### 5.2 Secondo stadio di desolfurazione

I due test sperimentali effettuati sul secondo stadio di desolfurazione a freddo hanno previsto la gassificazione di miscele di carbone contenenti una percentuale di carbone ad alto tenore di zolfo, e la successiva separazione dell'H<sub>2</sub>S contenuto nel syngas mediante una soluzione acquosa di MDEA 3M. La composizione delle miscele utilizzate in ciascuna prova sono di seguito riportate:

Tabella 5.4. Combustibili impiegati.

Data	Combustibile impiegato
05/04/2012	90% carbone Usibelli (Alaska) + 10% carbone Sulcis
07/06/2012	95% carbone Usibelli (Alaska) + 5% carbone Sulcis

### Procedure operative

Le modifiche apportate al sistema di ricircolo della soluzione solvente del secondo stadio di desolfurazione (descritte nel precedente paragrafo 1.5) hanno consentito di utilizzare il reattore con una configurazione a ciclo aperto del circuito di rilancio. In questo modo, la corrente di syngas che attraversa la colonna dal basso verso l'alto, incontra in controcorrente una portata stabilita di solvente fresco.

Con riferimento alla figura 1.4, la soluzione fresca è stata inviata mediante la pompa dosatrice CF004 al serbatoio T3, posto allo stesso livello della colonna, quindi alimentata alla colonna, mediante la pompa

centrifuga CX005. La soluzione esausta, infine, è stata inviata per caduta, dal fondo della colonna ad uno dei serbatoi di accumulo T1 o T2.

La regolazione della portata è stata effettuata manualmente, mediante la valvola di by-pass, ed il valore della portata è stato rilevato mediante un misuratore di portata dotato di visore locale ed il cui valore viene registrato dal sistema di regolazione e controllo.

Durante le prove è stata variata la regolazione della portata del solvente, al fine di valutare le prestazioni del processo in corrispondenza di diversi valori del rapporto L/G ( $\text{kg}_{\text{solvente}}/\text{kg}_{\text{gas}}$ ).

### Prestazioni del processo

Nell'analisi che segue sono stati presi in considerazione i risultati ottenuti durante la prova eseguita il 07/06/2012, in cui è stata alimentata al gassificatore una miscela composta da 95% di carbone Usibelli e 5% di carbone Sulcis. Nel corso di tale prova il secondo stadio di desolforazione è stato testato per 2 ore.

Di seguito sono riportate le caratteristiche dei carboni Usibelli e Sulcis e della miscela considerata nel corso della suddetta prova sperimentale (tabella 5.5), e la composizione media del syngas alimentato al secondo stadio di desolforazione (tabella 5.6), rilevata in corrispondenza della presa di campionamento DJ003, durante gli intervalli di funzionamento della sezione.

*Tabella 5.5. Caratterizzazione della miscela combustibile Usibelli (95%) e Sulcis (5%).*

Tipologia di combustibile	Carbone		
	Usibelli	carbone Sulcis	miscela
Provenienza	Alaska	Sardegna	
<b>Analisi immediata (% in massa)</b>			
Carbonio fisso	31,33	40,65	31,80
Umidità	17,64	7,45	17,12
Volatili	41,00	40,45	40,97
Ceneri	10,02	11,45	10,09
<b>Analisi elementare (% in massa)</b>			
Carbonio totale	48,56	66,49	49,46
Idrogeno	5,96	6,18	5,97
Azoto	0,50	1,41	0,54
Zolfo	0,18	7,02	0,52
Ossigeno	17,14	n.d.	16,28
Umidità	17,64	7,45	17,13
Ceneri	10,02	11,45	10,09
<b>Analisi calorimetrica (MJ/kg)</b>			
Potere calorifico superiore	19,46	22,59	19,62
Potere calorifico inferiore	17,75	21,07	17,92

Tabella 5.6. Composizione media del syngas durante la fase di desolfurazione.

Prova	07/06/2012
Tipologia di combustibile	95% Usibelli + 5% Sulcis
<b>Composizione del syngas (%vol.)</b>	
H <sub>2</sub>	17,95
O <sub>2</sub>	1,83
N <sub>2</sub>	46,61
CH <sub>4</sub>	1,61
CO	24,31
CO <sub>2</sub>	7,61
H <sub>2</sub> S	0,07
COS	0,02
propano	0,00

La prova è stata suddivisa fondamentalmente in due fasi in cui sono stati utilizzati due differenti rapporti L/G (kg<sub>solvente</sub>/kg<sub>gas</sub>). Durante la prima fase, caratterizzata un rapporto L/G pari a 0,36 è stata registrata un'efficienza media di rimozione dell'H<sub>2</sub>S pari al 75%. Durante la seconda fase, caratterizzata da un rapporto L/G pari a 3,74, è stato registrato un incremento dell'efficienza media, che ha raggiunto un valore pari all'81% consentendo un abbattimento da oltre 1.000 ppm in volume a circa 200 ppm. In figura 5.1 e figura 5.2 è riportato l'andamento della concentrazione (espressa in ppm in volume) dell'H<sub>2</sub>S in ingresso ed in uscita dal secondo stadio di desolfurazione durante le due fasi del test sperimentale.

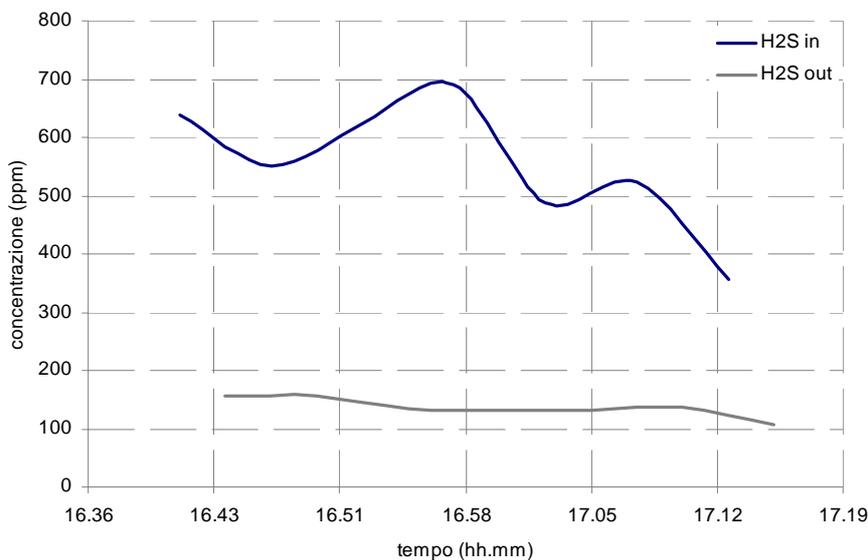


Figura 5.1. Contenuto di H<sub>2</sub>S nel syngas prima e dopo il processo di desolfurazione – fase 1.

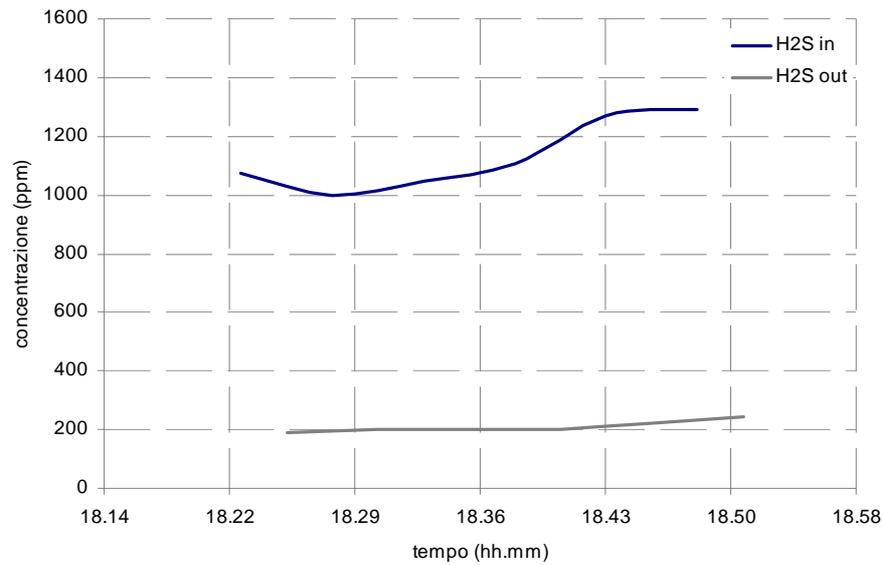


Figura 5.2. Contenuto di  $H_2S$  nel syngas prima e dopo il processo di desolfurazione – fase 2.

A causa di un problema nel sistema di regolazione e controllo non è stato possibile registrare i valori di portata del solvente utilizzati durante la prova del 05/04/2012 per cui non è stato possibile effettuare un'analisi dettagliata dei dati. In tale occasione il secondo stadio di desolfurazione è stato testato per 4 ore, raggiungendo un'efficienza di rimozione media pari a circa il 76%. Si riporta di seguito l'andamento della concentrazione (espressa in ppm in volume) dell' $H_2S$  in ingresso ed in uscita dalla colonna di assorbimento.

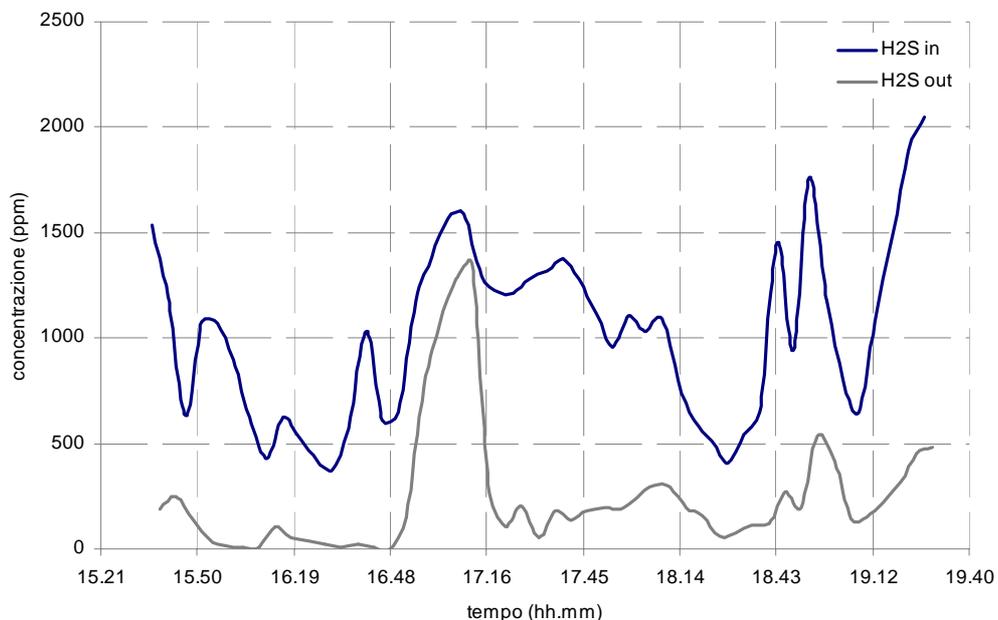


Figura 5.3. Contenuto di  $H_2S$  nel syngas prima e dopo il processo di desolfurazione.

La caduta di efficienza (avvenuta tra le 16:57 e le 17:12) che appare evidente dal grafico è dovuta ad un incremento anomalo della portata di syngas prodotta dalla sezione di gassificazione ed inviata alla colonna di desolforazione. In tale intervallo, la portata di syngas ha raggiunto  $120 \text{ Nm}^3/\text{h}$ .

## Conclusioni

L'obiettivo principale delle prove sperimentali programmate per la sezione di rimozione di polveri e tar è rappresentato dalla valutazione delle prestazioni del sistema scrubber-elettrofiltro. A tal fine è stata installata una nuova apparecchiatura in grado di rilevare le polveri presenti nel syngas in ingresso ed uscita dalle singole apparecchiature; problemi legati all'installazione e alle impostazioni iniziali hanno impedito di portare a termine tale obiettivo, per cui saranno necessarie ulteriori prove sperimentali.

Per quanto riguarda i processi di desolforazione a freddo, grazie alle modifiche apportate al secondo stadio, è stato possibile valutare il processo secondo modalità più vicine alle modalità di funzionamento degli impianti di taglia commerciale. In particolare, è stato possibile testare il processo di rimozione per assorbimento mediante soluzione acquosa di MDEA 3M con rapporto L/G stabilito. Ulteriori prove consentiranno di mettere in relazione tutti i parametri in gioco e di effettuare un'analisi più approfondita sull'influenza del rapporto liquido/gas sull'efficienza del processo.

La Società Sotacarbo - Società Tecnologie Avanzate Carbone- S.p.A. è stata costituita il 2 aprile 1987, in attuazione dell'art. 5 della legge 351/85 "norme per la riattivazione del bacino carbonifero del Sulcis", con la finalità di sviluppare tecnologie innovative ed avanzate nell'utilizzazione del carbone attraverso la costituzione in Sardegna del Centro di Ricerche, la progettazione e la realizzazione di impianti dimostrativi sulla innovazione tecnologica nella utilizzazione del carbone, la realizzazione di impianti industriali per l'utilizzazione del carbone in alternativa alla combustione.

Le attività della Sotacarbo riguardano soprattutto:

- Sviluppare progetti di R&S e di ricerca applicata sulle nuove tecnologie di utilizzo del carbone, le così dette Clean Coal Technologies (CCTs)
- Operare come punto di riferimento a livello nazionale, per il coordinamento delle attività di R&S sul carbone a sostegno del sistema industriale italiano
- Promuovere e diffondere la conoscenza sulle CCTs, fornendo una corretta visione delle potenzialità del carbone nel panorama energetico italiano e non, con particolare riferimento alla sua compatibilità con l'ambiente
- Monitorare gli sviluppi tecnologici riguardanti l'utilizzo pulito del carbone
- Fornire attività di consulenza ad enti, istituzioni e privati nel campo delle CCTs. Partecipare a meeting internazionali e gestire rapporti con organizzazioni omologhe straniere per contribuire alla diffusione delle CCTs