

SCHEDA LABORATORIO SCIENTIFICO N. 37

TITOLO: IMPIANTI CHIMICI E BIOCHIMICI - CHEMICAL AND BIOCHEMICAL PLANTS

Responsabile scientifico: LUCIO ZACCARIELLO

Settori Scientifico-Disciplinari di riferimento:

ING-IND/25

RADoR: LUCIO ZACCARIELLO, MARIA LAURA MASTELLONE

Tipologia: CHIMICO, TECNOLOGICO

Gruppi afferenti: ANALISI E PROGETTAZIONE DI SISTEMI E TECNOLOGIE PER IL RECUPERO E TRATTAMENTO DI RIFIUTI, CHIMICA DELL'AMBIENTE; TECNOLOGIE INNOVATIVE PER LA PROTEZIONE DELL'AMBIENTE DALL'INQUINAMENTO E L'UTILIZZO SOSTENIBILE DELLE RISORSE

LOCALIZZAZIONE E DESCRIZIONE

- piano 1 del corpo A del DiSTABiF (locale 3A15.10)
- dimensioni: 20 m².
- n. 2 postazioni di lavoro

ATTIVITÀ SVOLTE NEL LABORATORIO

- Test sperimentali di gassificazione
- Test sperimentali di carbonizzazione idrotermale
- Preparazione campioni per analisi immediata ed elementare

RELAZIONE SINTETICA DESCRITTIVA DEL CICLO DI LAVORO E DELLE MODALITÀ OPERATIVE

1. Test sperimentali di gassificazione

La gassificazione è un processo termochimico che converte materiali solidi o liquidi in un gas combustibile, chiamato "producer gas" o "syngas", in presenza di un agente gassificante (aria, ossigeno, vapore, anidride carbonica, da soli o in miscela). Oltre al syngas (costituito essenzialmente da CO₂, CO, H₂, CH₄ e C₂H_m), il processo di gassificazione produce come sottoprodotti una miscela di idrocarburi di consistenza catramosa (tar) e un residuo solido carbonioso (char).

I test di gassificazione vengono condotti utilizzando un impianto in scala da laboratorio costituito da un reattore realizzato in acciaio AISI 310 S con diametro nominale di 1" ¼ e altezza complessiva di 1.10 m. Il sistema di riscaldamento del reattore è costituito da una coppia di gusci semicilindrici in fibra ceramica da 3.50 kW che consentono di raggiungere una temperatura massima di esercizio di 1000 °C. La temperatura del reattore viene controllata grazie all'ausilio di un termoregolatore e di una termocoppia di tipo K posizionata nella parte mediana del reattore. Gli elementi riscaldanti sono confinati da due scudi in acciaio AISI 304 con coibentazione interna in fibra ceramica. La struttura di sostegno del reattore e degli elementi riscaldanti è dotata di un sistema che consente la regolazione in senso verticale del reattore rispetto alle resistenze e di quattro ruote che permettono una agevole movimentazione del gassificatore.

I test di gassificazione vengono condotti a temperature comprese tra 700 e 900 °C. All'uscita del reattore, il syngas viene convogliato nella linea di campionamento costituita da una serpentina di raffreddamento, da quattro gorgogliatori e un filtro. La serpentina di raffreddamento, immersa in un bagno di acqua e ghiaccio, consente di abbassare la temperatura del syngas da circa 350 °C a circa 20 °C. Il syngas attraversa poi i gorgogliatori, ciascuno contenente 50 ml di isopropanolo, che provvedono alla rimozione del tar dal

gas. Alla fine del test di gassificazione il solvente viene recuperato per poi essere successivamente analizzato per la determinazione quantitativa e qualitativa dei tar. All'uscita dai gorgogliatori, il syngas viene filtrato e interamente raccolto in una "*gas sample bag*" per poi essere successivamente analizzato mediante un gas cromatografo.

PRIMA DELL'UTILIZZO DELL'IMPIANTO DI GASSIFICAZIONE

- Al primo utilizzo leggere attentamente le istruzioni di sicurezza fornite dal costruttore.
- Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).
- Assicurarci che i fumi siano convogliati nella cappa di aspirazione.
- Assicurare un adeguato ricambio d'aria nel locale.

DURANTE L'UTILIZZO

- Verificare il corretto funzionamento dell'impianto.
- Non intervenire di propria iniziativa sui componenti dell'impianto e non manomettere parti dell'impianto.
- Segnalare tempestivamente eventuali malfunzionamenti o guasti al Responsabile delle Attività

(RADoR).

DOPO L'UTILIZZO

- Staccare la presa elettrica di alimentazione dell'impianto.
- Recuperare il tar dai gorgogliatori.
- Recuperare il char interno al reattore solo quando la temperatura è inferiore ai 50 °C.
- Procedere alla pulizia delle superfici interne e al riordino del banco di lavoro.

2. Test sperimentali di carbonizzazione idrotermale

La carbonizzazione idrotermale è un processo termochimico che converte la biomassa in ambiente acquoso in un solido carbonioso, l'idrochar, in un residuo acquoso ricco di nutrienti e in un gas composto principalmente da CO₂ (oltre il 90%). L'idrochar ha caratteristiche simili a quelle del carbon fossile, infatti, il processo di carbonizzazione simula, in un tempo limitato, le condizioni che in natura portano alla trasformazione della biomassa in carbone.

I test di carbonizzazione idrotermale vengono condotti utilizzando un impianto in scala da laboratorio costituito da un reattore realizzato in acciaio AISI 316 L con volume di reazione nominale di 2 litri. Il reattore è di tipo batch ed è provvisto di agitatore motorizzato per l'omogenizzazione della miscela di reazione. Il reattore viene riscaldato esternamente da tre resistenze elettriche da 0.65 kW ciascuna che consentono di raggiungere la temperatura massima di esercizio di 260 °C. Gli elementi riscaldanti sono confinati da uno scudo in acciaio AISI 304 con coibentazione interna in fibra ceramica. La temperatura di reazione è impostata mediante un pannello di controllo che utilizza un termoregolatore e una termocoppia di tipo K posizionata nella parte mediana del reattore.

I test di carbonizzazione idrotermale vengono condotti a temperature comprese tra 180 - 260 °C, ad una pressione (autogena) di 10 - 60 bar in un tempo di 2 - 8 ore.

PRIMA DELL'UTILIZZO DELL'IMPIANTO DI CARBONIZZAZIONE IDROTERMALE

- Al primo utilizzo leggere attentamente le istruzioni di sicurezza fornite dal costruttore.
- Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).
- Assicurare un adeguato ricambio d'aria nel locale.

DURANTE L'UTILIZZO

- Verificare il corretto funzionamento dell'impianto.
- Non intervenire di propria iniziativa sui componenti dell'impianto e non manomettere parti dell'impianto.
- Segnalare tempestivamente eventuali malfunzionamenti o guasti al Responsabile delle Attività

(RADoR).

DOPO L'UTILIZZO

- Staccare la presa elettrica di alimentazione dell'impianto.
- Recuperare l'idrochar e il liquido di processo solo quando la temperatura del reattore è inferiore ai 50 °C.
- Procedere alla pulizia delle superfici interne e al riordino del banco di lavoro.

3. Preparazione campioni per analisi immediata ed elementare

I campioni da utilizzare come materiali di partenza (biomasse vegetali, fanghi di depurazione, CDR) nei test di gassificazione e di carbonizzazione idrotermale, insieme ai prodotti solidi carboniosi generati dai due processi (rispettivamente char e idrochar), subiscono una macinazione in un mulino al fine di ottenere campioni omogenei e della granulometria richiesta dalle norme UNI prima di sottoporli ad analisi immediata ed elementare.

L'analisi immediata definisce i tenori di umidità, materia volatile, ceneri e carbonio fisso (per differenza) di un campione. Essa viene eseguita ponendo un opportuno crogiolo, contenente il campione da analizzare, in una muffola a tempi e temperature differenti in riferimento al paramento da determinare.

PRIMA DELL'UTILIZZO DELLA MUFFOLA

- Al primo utilizzo leggere attentamente le istruzioni di sicurezza fornite dal costruttore.
- Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).
- Assicurarci che i fumi siano convogliati nella cappa di aspirazione.
- Assicurare un adeguato ricambio d'aria nel locale.

DURANTE L'UTILIZZO

- Verificare il corretto funzionamento della strumentazione.
- Non intervenire di propria iniziativa sui componenti della strumentazione e non manomettere parti della strumentazione.
- Segnalare tempestivamente eventuali malfunzionamenti o guasti al Responsabile delle Attività (RADoR).

DOPO L'UTILIZZO

- Spegnerne la strumentazione, procedere alla pulizia delle superfici interne e al riordino del banco di lavoro.
- Recuperare i crogioli solo quando la temperatura della muffola è inferiore ai 50 °C.

L'analisi elementare definisce i tenori di carbonio, idrogeno, azoto, zolfo e ossigeno (per differenza) di un campione. Essa viene eseguita mediante l'ausilio di un analizzatore elementare CHNS.

PRIMA DELL'UTILIZZO DELL'ANALIZZATORE ELEMENTARE

- Al primo utilizzo leggere attentamente le istruzioni di sicurezza fornite dal costruttore.
- Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).
- Assicurarci che i fumi di scarico dello strumento siano convogliati nella cappa di aspirazione.
- Assicurare un adeguato ricambio d'aria nel locale.

DURANTE L'UTILIZZO

- Verificare il corretto funzionamento della strumentazione.
- Non intervenire di propria iniziativa sui componenti della strumentazione e non manomettere parti della strumentazione.
- Segnalare tempestivamente eventuali malfunzionamenti o guasti al Responsabile delle Attività (RADoR).

DOPO L'UTILIZZO

- Spegnerne la strumentazione, procedere alla pulizia delle superfici interne e al riordino banco di lavoro.

LISTA DI ATTREZZATURE O CATEGORIE DI ATTREZZATURE:

1. Forno a muffola
2. Mulino a lame
3. Bilancia di precisione
4. Bagno ad ultrasuoni
5. Pompa da vuoto
6. Pompa a siringa
7. Analizzatore elementare CHNS
8. Micro gas-cromatografo

9. Impianto di gassificazione in scala da laboratorio
10. Impianto di carbonizzazione idrotermale in scala da laboratorio

LISTA DEI DISPOSITIVI DI PROTEZIONE GENERALE (DPG):

1. Cappa di aspirazione con filtro a carboni attivi

LISTA DEI DISPOSITIVI DI PROTEZIONE INDIVIDUALI (DPI) AD USO PERSONALE DEGLI OPERATORI:

- Camice da laboratorio
- Occhiali di protezione
- Guanti in nitrile e in lattice (verie misure)
- Guanti anticalore (verie misure)
- Visiera
- Mascherine a carbone attivo per acidi/solventi

Categorie ISI WEB di riferimento:

Chemistry; Analytical; Chemistry; Physical; Environmental Sciences; Energy & Fuel; Chemical Engineering; Environmental Engineering; Industrial Engineering; Civil Engineering; Water Resources; Architecture.

Categorie ERC di riferimento :

- **PE4 Physical and Analytical Chemical Sciences**
 - ✓ PE4_1 Physical chemistry
 - ✓ PE4_5 Analytical chemistry
 - ✓ PE4_7 Chemical instrumentation
 - ✓ PE4_12 Chemical reactions: mechanisms, dynamics, kinetics and catalytic reactions
 - ✓ PE4_17 Characterization methods of materials
 - ✓ PE4_18 Environment chemistry
- **PE8 Products and Processes Engineering**
 - ✓ PE8_2 Chemical engineering, technical chemistry
 - ✓ PE8_6 Energy processes engineering
 - ✓ PE8_9 Production technology, process engineering
 - ✓ PE8_10 Manufacturing engineering and industrial design
 - ✓ PE8_11 Environmental engineering, e.g. sustainable design, waste and water treatment, recycling, regeneration or recovery of compounds, carbon capture & storage

[SCHEDE DI SICUREZZA](#)