

Report Analitico:

**Detenzione e quantificazione di
Idrogeno prodotto da impianto
pilota Prometheus.**



Analytical setup

Tipologia Strumento : μ GC 990, 3000A

Colonna cromatografica: Setaccio Molecolare (**MS5A**). **Detector**:
Termoconducibilità (**TCD**)

Carrier Gas: Argon

L'analisi è stata eseguita attraverso due diverse tipologie di Micro Gas Cromatografo :

- 990 Agilent Technologies.
- 3000A Agilent Technologies.
(Strumento predisposto per il Noleggio)

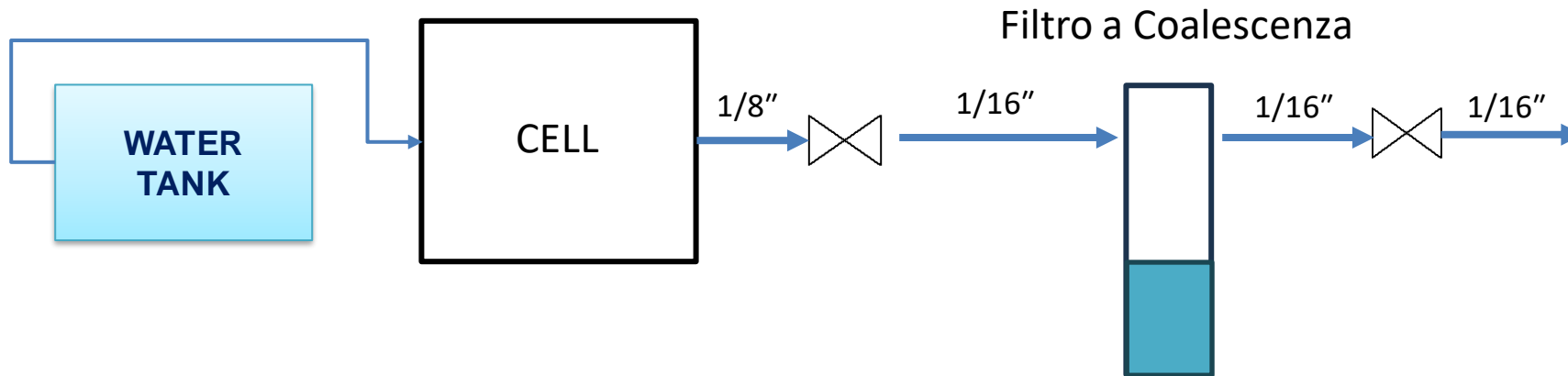
Lo stesso configurato con una colonna del tipo MS5A, ovvero setaccio molecolare con grandezza dei pori di 5Å, utilizzata per la sola eluizione di gas permanenti, quali: **H₂ - O₂ - N₂ - CH₄ - CO**



Layout Sampling System

In data 02/02/2024, per il seguente test, si è adottato un sistema di campionamento OnLine per la piena correttezza del dato analitico, eliminando gli errori sistematici:

- Possibile Introduzione di Aria
- Errata manipolazione del Campione



Sample preparation

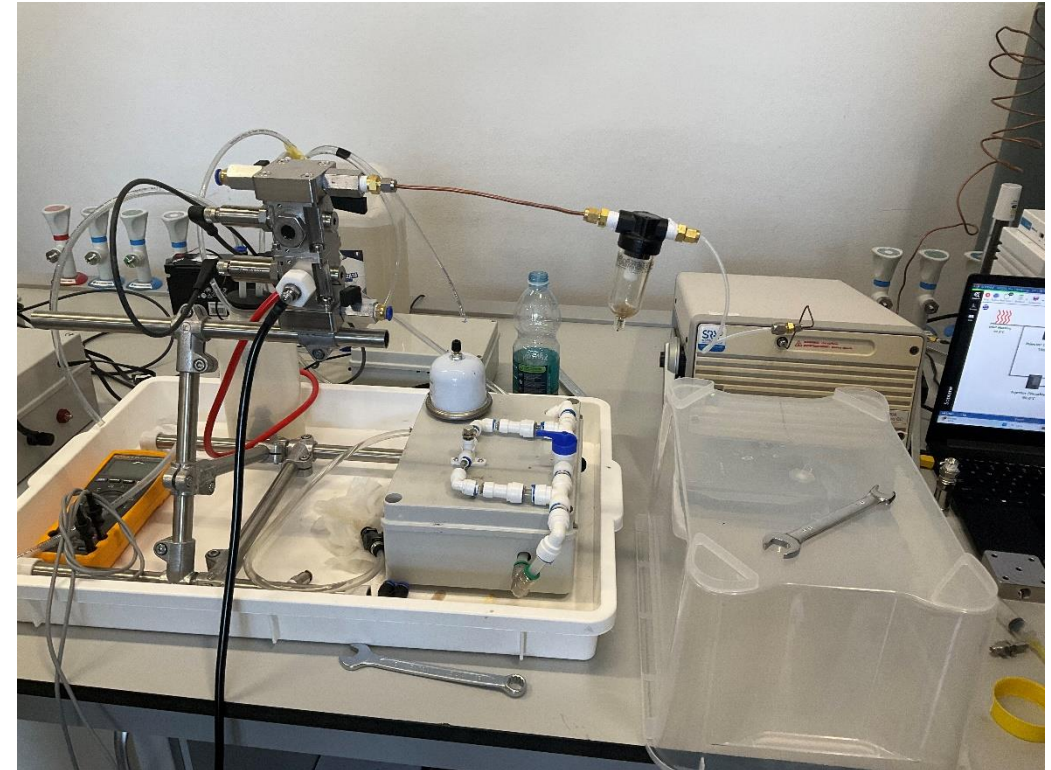
Tipologia Prelievo : OnLine Analysis.

Il Test viene eseguito analizzando il prodotto in continuo.

Durante ogni ciclo di reazione, il gas prodotto viene scaricato nel sistema di campionamento e successivamente analizzato dalla strumentazione analitica adottata.

Il Micro Gas Cromatografo è dotato di pompa interna in grado di asportare con flusso di 20ml/m il gas all'interno del sistema di campionamento.

La cinetica è composta da un tempo di **purge** in cui si verifica un incremento della concentrazione di Idrogeno all'aumentare delle analisi. Successivamente, il sistema si satura di prodotto, svuotandosi dall'aria, generando un plateau nella curva prodotta dal grafico C vs T.



μGC Calibration

Tipologia Bombola : Refinery Gas Test Sample

Scadenza: 24/08/2024

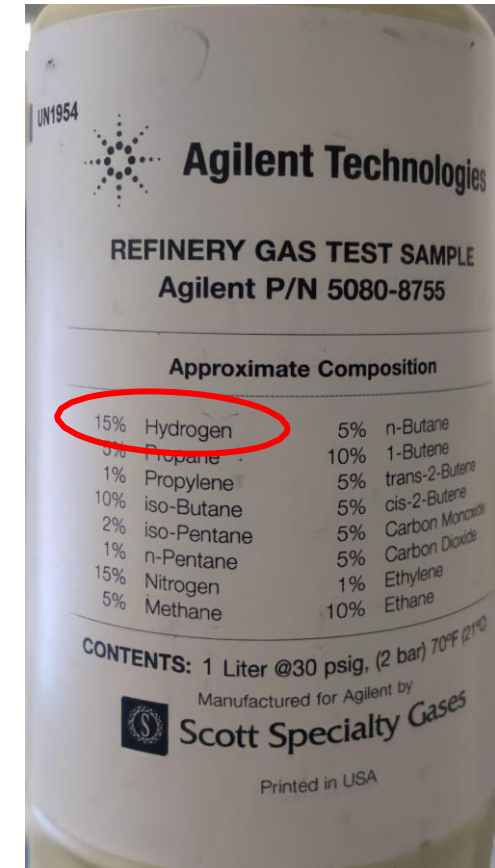
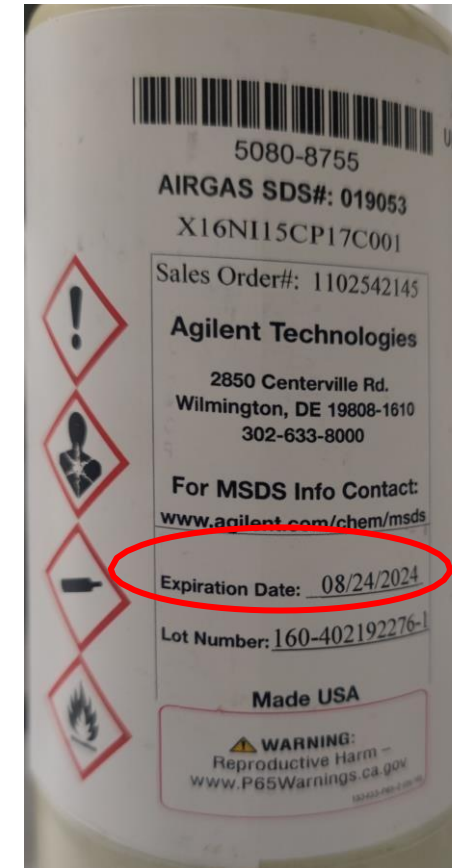
Volume: 1L

Pressione: 30 psig (2 Bar)

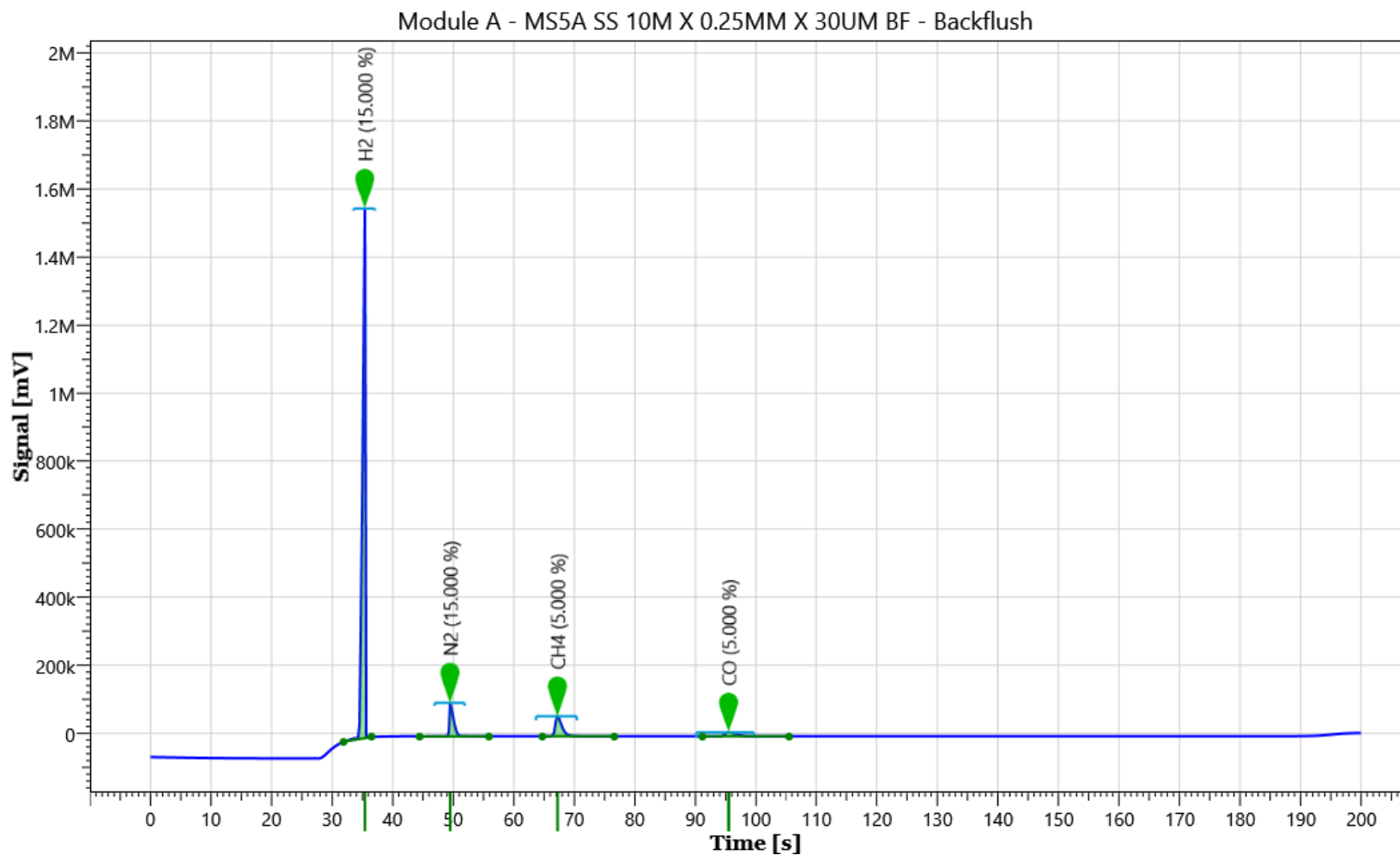
Lo strumento è stato calibrato per il composto in questione quale Idrogeno, con la bomboletta di gas standard di cui specifiche riportate in alto.

Calibrazione singolo livello con concentrazione del 15% Vol.

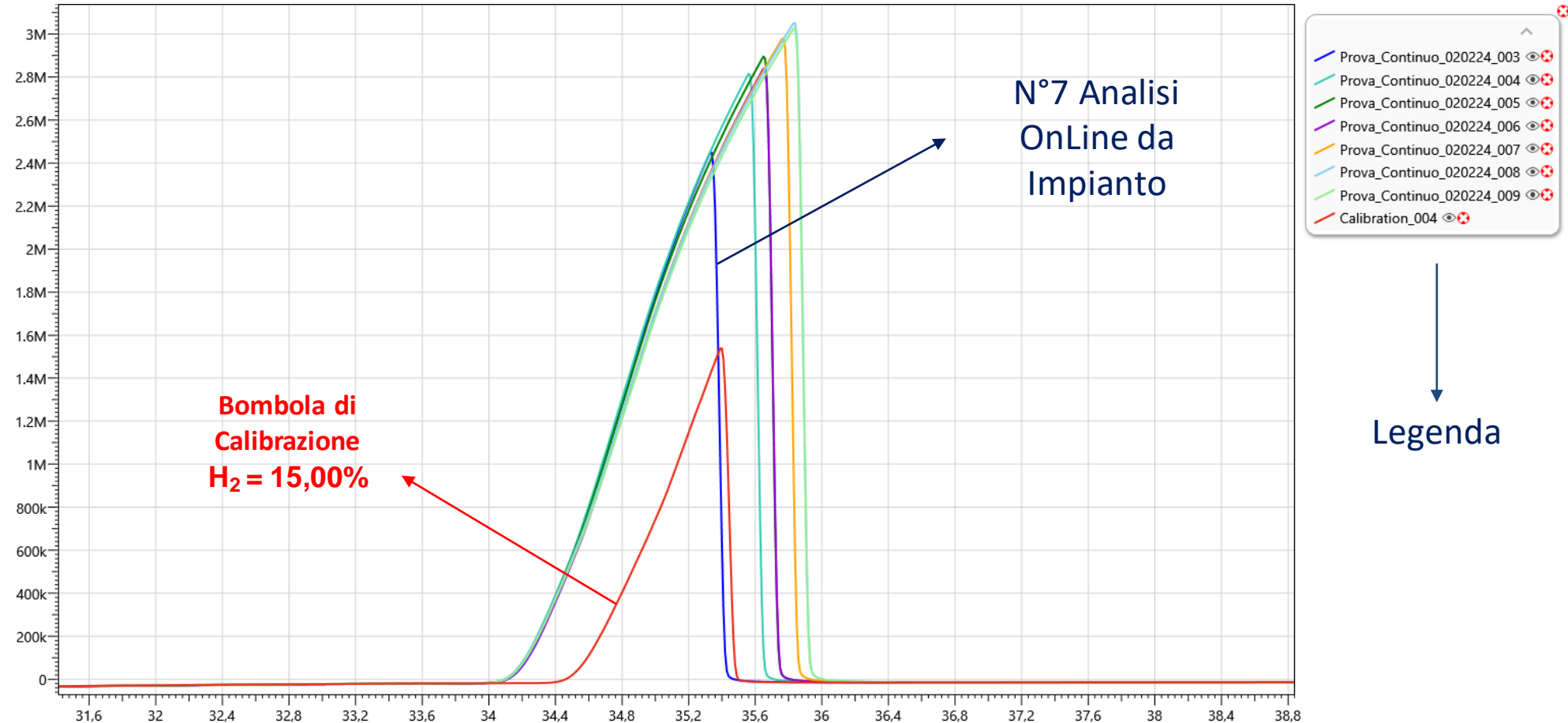
*Ulteriore Calibrazione di Controllo effettuata prima della stesura del presente documento.



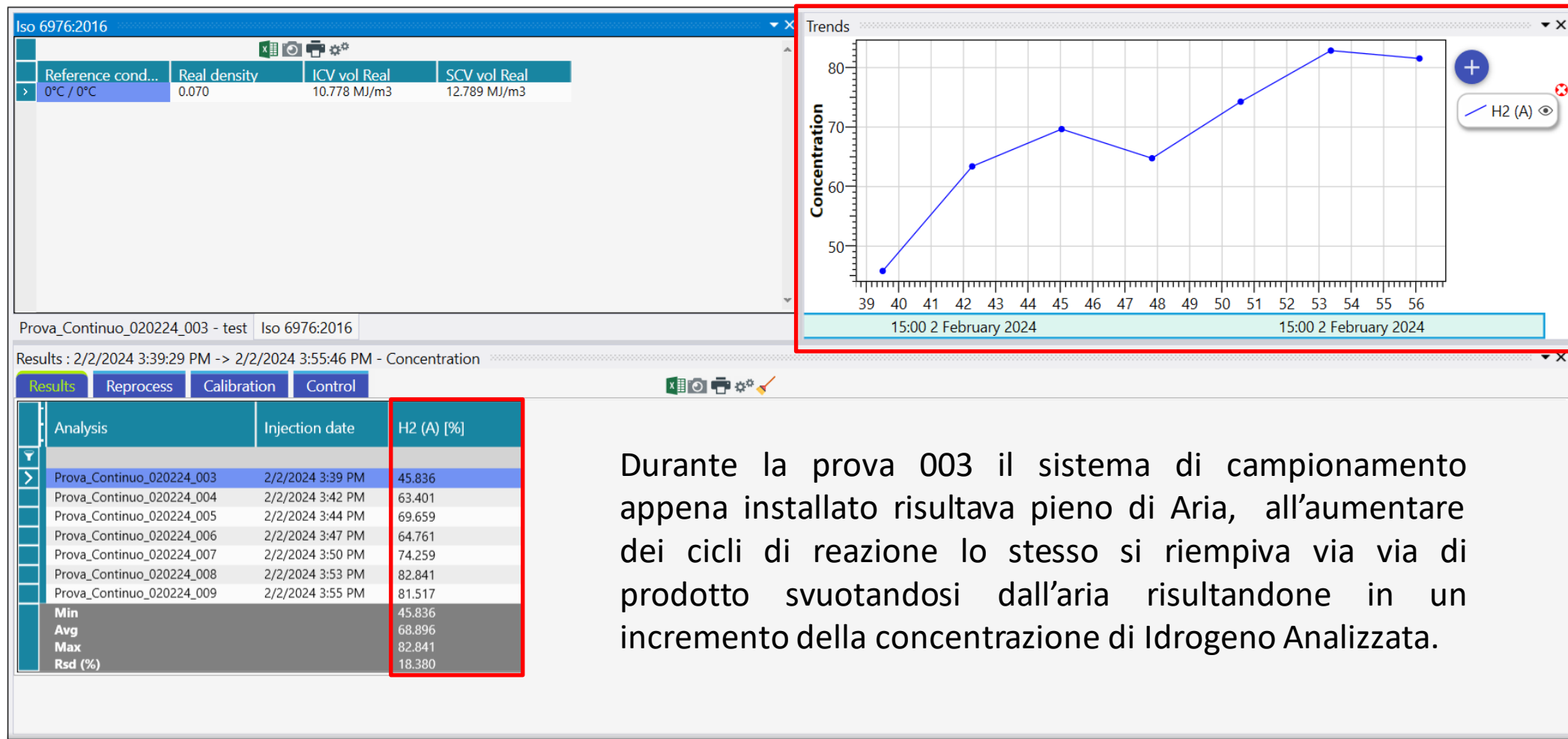
Calibration Results – Refinery Gas TS



Customer Sample – Standard Compare

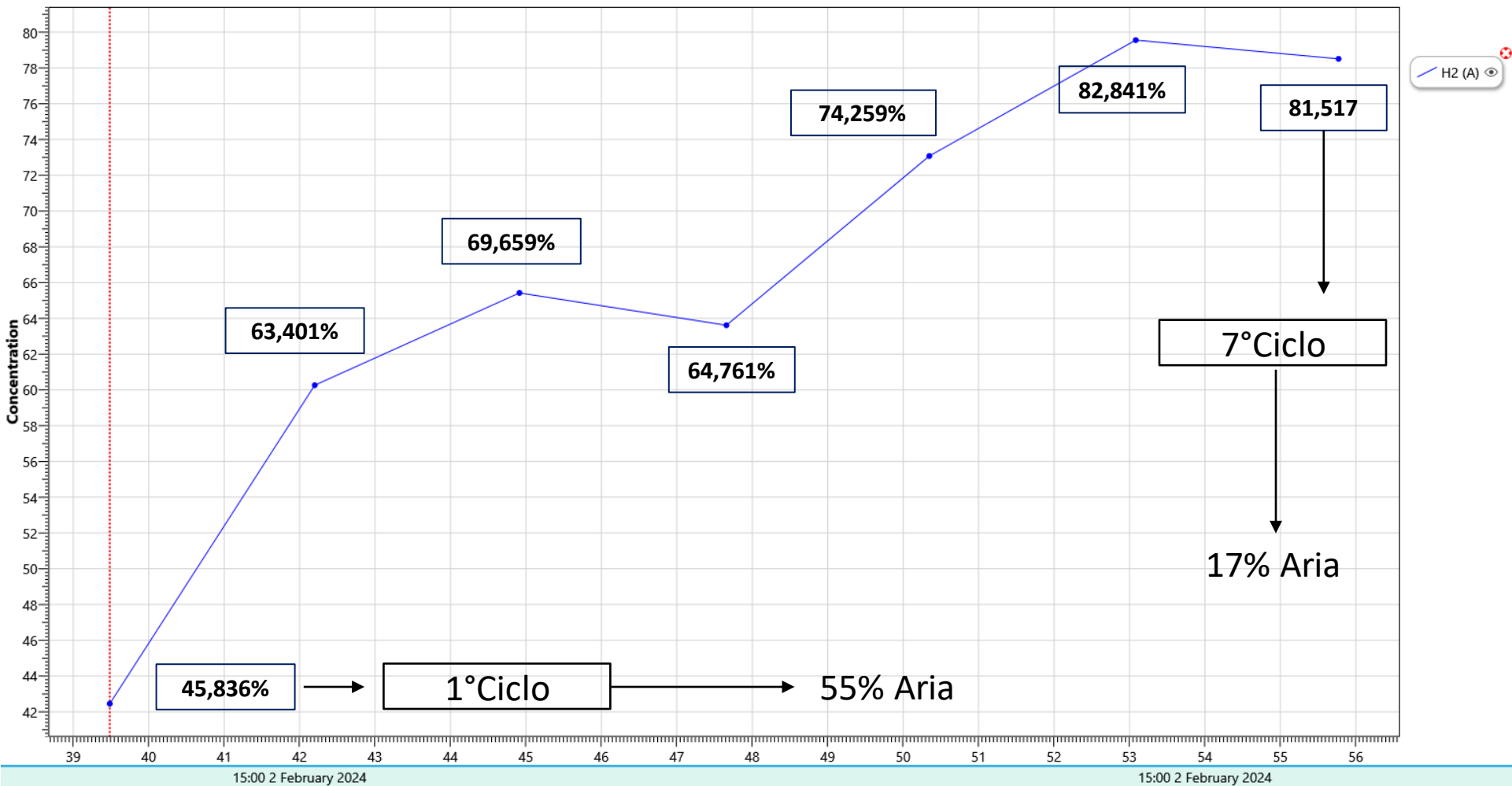


Prometheus Sample Results

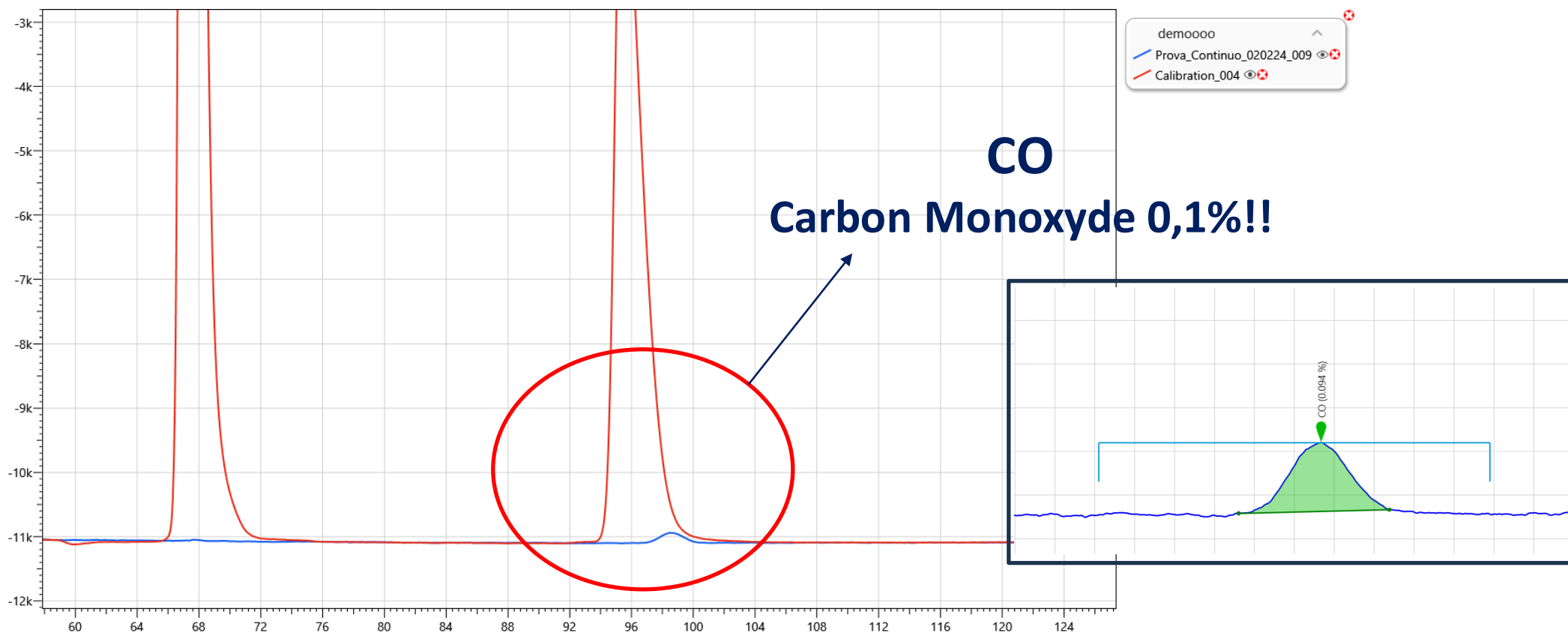


Durante la prova 003 il sistema di campionamento appena installato risultava pieno di Aria, all'aumentare dei cicli di reazione lo stesso si riempiva via via di prodotto svuotandosi dall'aria risultandone in un incremento della concentrazione di Idrogeno Analizzata.

Prometheus Sample Results – H₂ CvsT Plot



Unexpected Breakthrough!



Conclusions

Dalle analisi effettuate si evincono le seguenti conclusioni:

1. Il campione del cliente, prelevato direttamente dalla camera di reazione, **con un modalità di campionamento OnLine contiene principalmente Idrogeno nella concentrazione di 82%Vol, Ossigeno 4% in Vol, Azoto 13%Vol, Monossido di Carbonio 0,1%Vol.**
2. Il campione analizzato mostra la presenza di Aria, dovuto ai pochi cicli effettuati. Attraverso una cinetica più lunga si può visualizzare l'andamento dei gas prodotti e dopo aver eliminato tutta l'aria presente si può confermare o meno la produzione di Ossigeno.
3. La reazione Produce Monossido di Carbonio nella concentrazione precedentemente indicata.
4. La reazione in oggetto produce Idrogeno almeno al 90% e l'Ossigeno prodotto in minor quantità è coinvolto in fenomeni di corrosione galvanica all'interno della cella di reazione, nonché in possibili side reaction catalizzate dalle condizioni dell'ambiente di reazione.
5. Il Monossido di Carbonio generalmente è formato dalla combustione parziale di Carbonio in ambiente con **scarsa** presenza di Ossigeno. Nel caso in esame la materia carboniosa rilasciata dagli elettrodi che si corrodono possono partecipare alla reazione descritta.

Future Steps

- **Ripetere i Test in modalità Long Time.**

Studiare La cinetica di produzione di Idrogeno su una tempistica di 2h, analizzando il prodotto in continuo con il sistema adottato.

- **Studiare la cinetica nelle diverse condizioni reattive.**

Diverse pressioni di partenza della camera di reazione.

- **Eliminare le variabili in gioco.**

Sostituire gli elettrodi con metalli ad alta resistenza alla corrosione: Titanio e sue Leghe.