

11.11.2021
IUTA / TVT, Duisburg

Alterung von Aktivkohlen in Sicherheitsfiltern und bei der Lagerung

IGF-Projekt FV-Nr. 21966 N, Laufzeit 01.08.2021 – 31.01.2024

U. Sager¹, C. Bläker², E. Däuber¹, B. Schunke¹, S. Haep¹, C. Pasel², D. Bathen^{1,2,3}

1) IUTA - Institut für Energie- und Umwelttechnik IUTA e.V., Duisburg

2) TVT - Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik, Universität Duisburg-Essen

3) JRF - Johannes-Rau-Forschungsgemeinschaft e.V., Düsseldorf

Ausgangslage / Motivation

- Anfragen der Industrie zur Restlebensdauer von Aktivkohle zur Gasreinigung
- Uneinheitliche eigene Erfahrungen zur Kapazitätsminderung durch Lagerung

Umsetzung

Lagerung der Aktivkohle



Reaktionen von Molekülen aus der Gasphase mit der inneren Oberfläche



Veränderung der Oberfläche, veränderte Kapazität möglich

Projektziele

- Ermittlung der dominierenden Lagerungsfaktoren auf die Alterung
- Bestimmung der Änderung der Struktur- und Oberflächeneigenschaften
- Quantifizierung der Kapazitätsminderung

Arbeitspaket 1:

Auswahl geeigneter Aktivkohlen und Konditionierung



Arbeitspaket 2:

Gezielte Alterung durch Lagerung bei spezifischen Bedingungen



Arbeitspaket 3:

Charakterisierung der „frischen“ und gelagerten Aktivkohle



Arbeitspaket 4:

Ermittlung der Sorptionskapazitäten



Arbeitspaket 5:

Ermittlung physikalischer Zusammenhänge zwischen Lagerbedingungen und Eigenschaftsveränderungen der Aktivkohlen



Berichtswesen:

Zwischen- und Abschlussberichte
Projektbegleitende Ausschüsse



Auswahl Aktivkohlen:

Firma	Name	Ausgangsmaterial	Aktivierung	Mesh
Carbo Tech	CGF 85	Steinkohle	Wasserdampf	8 x 30
Carbo Tech	DGF GL	Steinkohle	Wasserdampf	8 x 30
Donau Carbon	PH 50	Kokoskohle	Wasserdampf	30 x 60
CSC	AK 10	Holzkohle	Phosphorsäure	10 x 20

Konditionierung:

1. Verwendete Probenmenge 2,5 kg (pro Aktivkohle)
2. Ausheizen/Trocknen bei 175°C für 24h im N₂-gespülten Ofen
3. Aufteilung in 6 gleiche Anteile (6 Lagerungsbedingungen)

Lagerung bei Raumtemperatur (etwa 22 °C):

1. Vakuum (< 3 mbar)
2. Umgebungsdruck, Stickstoffatmosphäre (1 bar, 100% N₂)
3. Umgebungsdruck, Stickstoffatmosphäre, 50% r.F. (1 bar, ~ 99% N₂, ~ 1% H₂O)
4. Umgebungsdruck, Stickstoffatmosphäre, 70% r.F. (1 bar, ~ 99% N₂, ~ 2% H₂O)
5. Umgebungsdruck, Luft, 50% r.F. (1 bar, ~ 78% N₂, ~ 21% O₂, ~ 1% H₂O)
6. Umgebungsdruck, Luft, 70% r.F. (1 bar, ~ 77% N₂, ~ 21% O₂, ~ 2% H₂O)

Lagerungsintervalle:

- 2 Monate, 4 Monate, 6 Monate, 12 Monate, 18 Monate und 24 Monate

Einstellung der Luftfeuchte:

- Trocken (0% r.F.)
 - Verwendung mitgeliefertes Silica-Gel (mit Farbindikator)
- 52% r.F. bzw. 75% r.F.
 - Übersättigte Salzlösungen (Natriumdichromat, Natriumchlorid)
 - Vorversuche laufen aktuell

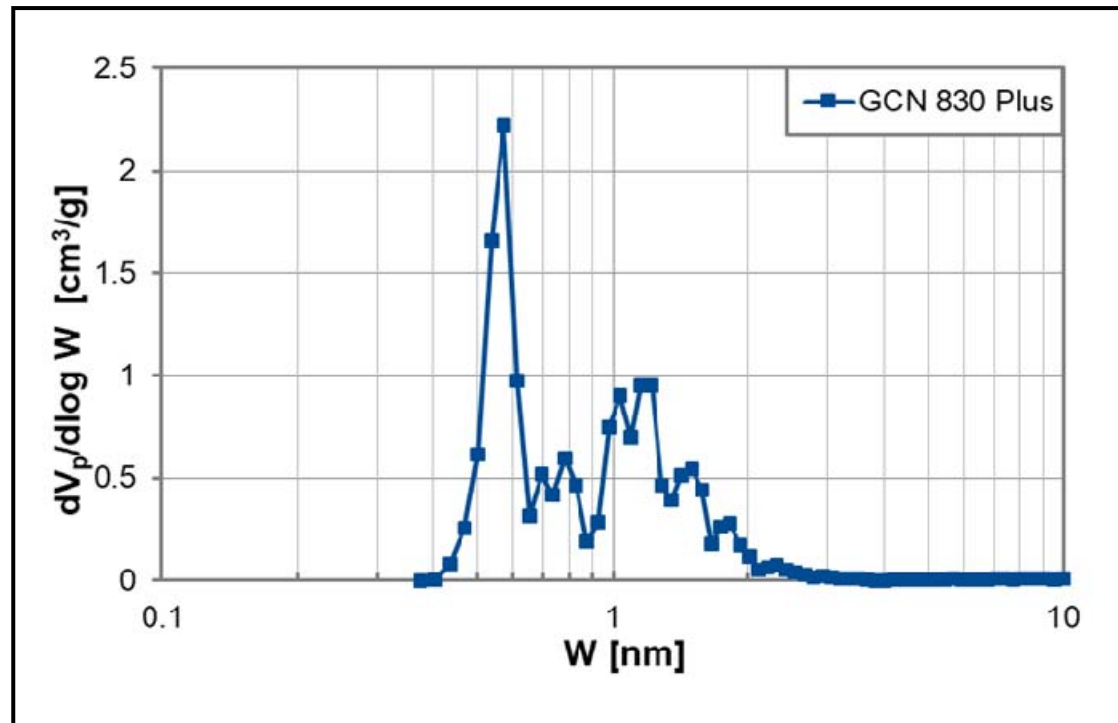
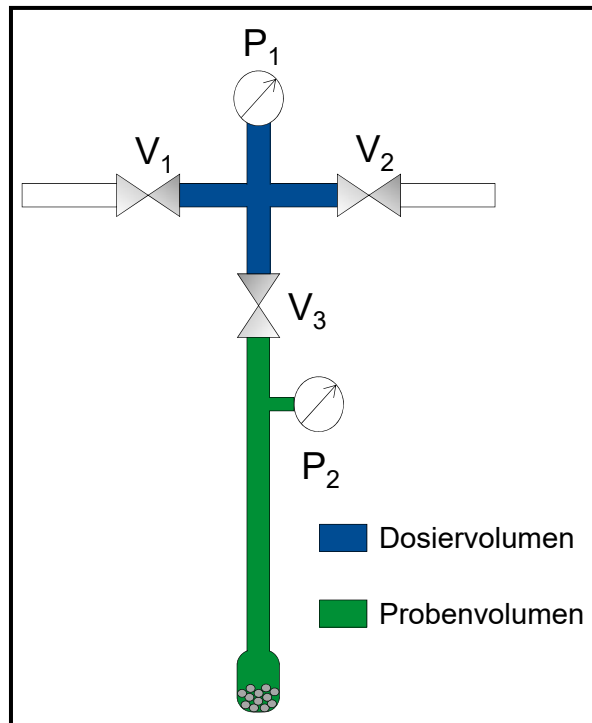
Charakterisierung der „frischen“ und gelagerten Aktivkohlen:

1. N₂-Isothermen (77K)
 - Charakterisierung struktureller Eigenschaften
2. Aceton-Isothermen (298K)
 - Screening-Methode zur qualitativen Charakterisierung der Oberflächenchemie

Bei Veränderung der N₂- oder Aceton-Isothermen während eines Lagerungsintervalls

- Detaillierte, quantitative Untersuchung der Oberflächenchemie

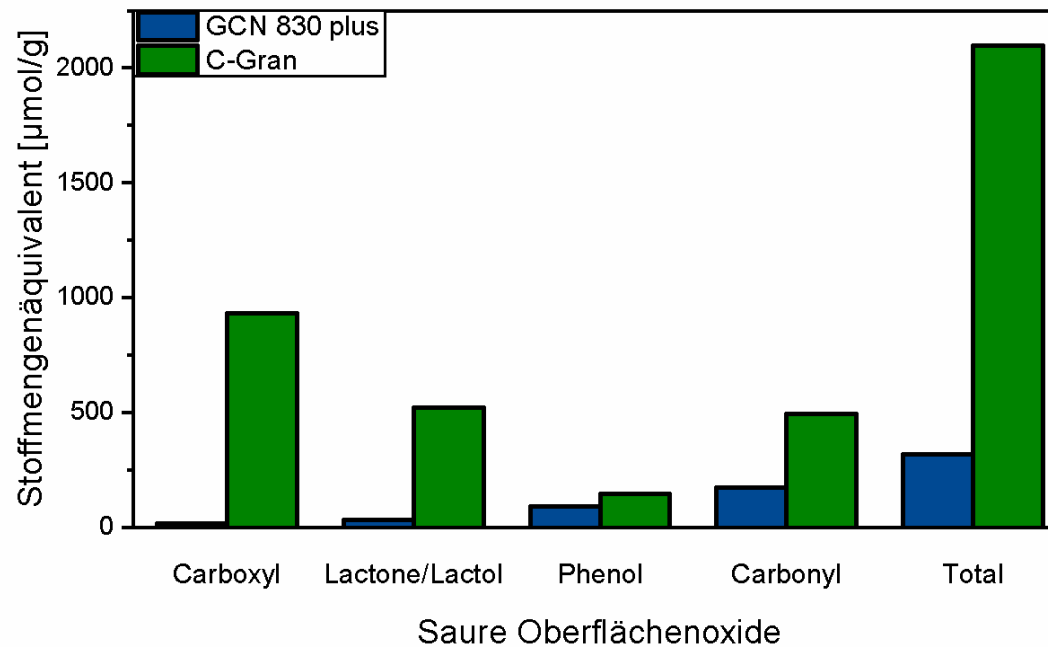
3. Boehm-Titration
 - Quantitative Analyse der sauren oxidischen Oberflächengruppen
4. Exzess-Isothermen mit binärer Mischung aus Toluol und Aceton
 - Bestimmung des Verhältnisses von aromatischen zu polaren Bindungsstellen
 - Rückschlüsse auf chemische Beschaffenheit der Oberfläche



Adsorption von Aceton:

- Polares Sondenmolekül
- Screening-Methode zur qualitativen Charakterisierung der Oberflächenchemie
 - Vergleich von Aceton-Isothermen vor und nach jedem Lagerungsintervall
 - Normierung der Aceton-Kapazitäten auf die entsprechenden N₂-Kapazitäten (zur Eliminierung von Inhomogenitäten)

Quantitative Analyse der sauren oxidischen Oberflächengruppen



Adsorptionsisothermen binärer Systeme in der Flüssigphase

Bindungsstellen

Probemoleküle

Aromatisch



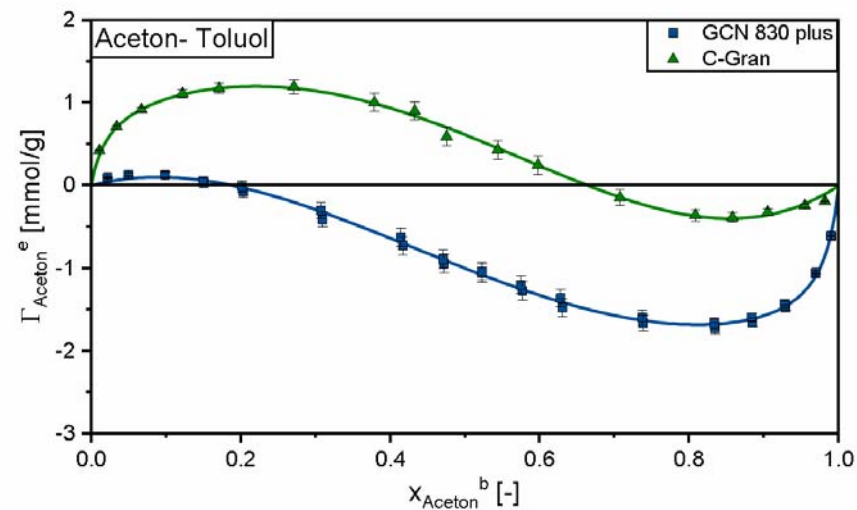
Toluol

Aliphatisch polar



Aceton

$$\Gamma_1^e = \frac{n^{b,0}}{m_0} \cdot (x_1^{b,0} - x_1^b)$$



Aktivkohle	A_{BET}	V_p	C	H	O
	[m ² /g]	[cm ³ /g]	[m-%]	[m-%]	[m-%]
GAC 830	960	0.57	89.5	0.3	4.3
C-Gran	1162	1.02	73.4	1.9	22.0

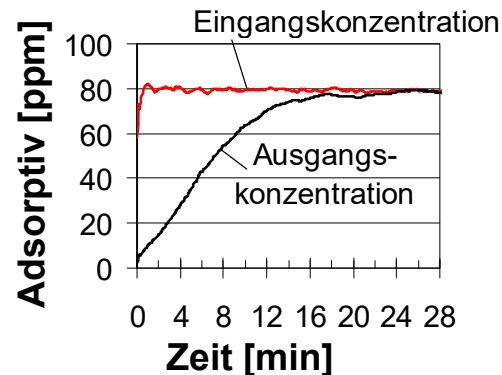
Ermittlung der Sorptionskapazitäten:

- Durchführung, wenn beim Screening Veränderungen detektiert wurden
- Durchbruchversuche nach der Strömungsmethode

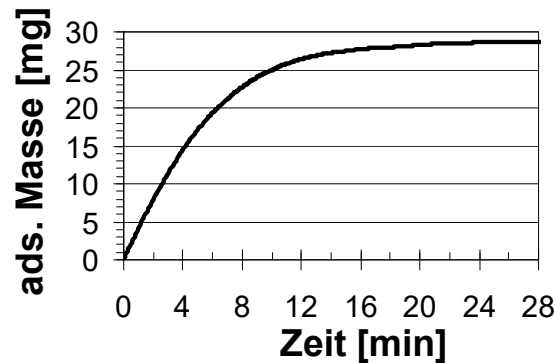
Versuchsbedingungen:

- 23°C, 50% r.F., Anströmgeschwindigkeit 0,2 m/s

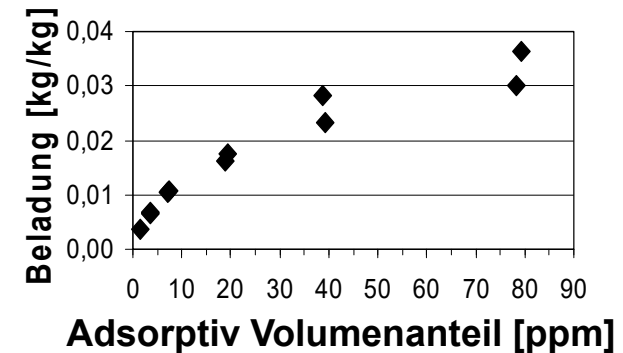
Testgase: Toluol (80 ppm),
Propan (80 ppm),
SO₂ (18 ppm),
NO₂ (30 ppm)



Durchbruchskurve



adsorbierte Masse



Isotherme

Ermittlung physikalischer Zusammenhänge zwischen Lagerbedingungen und Eigenschaftsveränderung von Aktivkohlen:

- Zusammenführung der Ergebnisse von AP 3 und AP 4

Identifizierung des Einflusses der Lagerungsart auf die Alterung:

- Auftragung der Qualitätsmerkmale in Abhängigkeit der Lagerungsdauer
 - Fitten der Daten mittels einfacher algebraischer Gleichungen
 - Zeitliche Verläufe: Linear oder über die Zeit unterschiedlich stark ausgeprägt?
- Diskussion physikalischer Mechanismen zwischen Gasphase und Aktivkohleoberfläche

Bewertung der Lagerungsmethoden:

- Aufwand der Methode unter anwendungstechnischen Gesichtspunkten
 - Auswirkungen auf die Aktivkohlealterung
- Ableitung von Handlungsempfehlungen

1. U. Sager / F. Schmidt, [Adsorption of Nitrogen Oxides, Water Vapour and Ozone onto Activated Carbon](#). Adsorpt. Sci. Technol. 27(2) (2009), 135-145. DOI: 10.1260/026361709789625243
2. U. Sager / F. Schmidt, [Binary Adsorption of n-Butane or Toluene and Water Vapor](#). Chem. Eng. Technol. 33(7) (2010), 1203-1207. DOI: 10.1002/ceat.201000086
3. J. Treese / C. Pasel / M. Luckas / D. Bathen, [Chemical Surface Characterization of Activated Carbons by Adsorption Excess of Probe Molecules](#), Chem.Eng.Tech. 39 (2016) 6, 1144-1150. DOI: 10.1002/ceat.201500571
4. C. Bläker / C. Pasel / M. Luckas / F. Dreisbach / D. Bathen, [Investigation of load-dependent heat of adsorption of alkanes and alkenes on zeolites and activated carbons](#), Microporous Mesoporous Mater. 241 (2017), 1-10. DOI: 10.1016/j.micromeso.2016.12.037
5. C. Bläker / J. Muthmann / C. Pasel / D. Bathen, [Characterization of Activated Carbon Adsorbents - State of the Art and Novel Approaches](#), ChemBioEng Reviews 6 (2019), No. 4, 119–138. DOI: 10.1002/cben.201900008
6. R. Ligotski / U. Sager / Th. Stoffel / F. Schmidt, [Investigation of the Loading and Ageing Condition of Activated Carbon in the Adsorptive Supply Air Treatment of a Major European Airport](#). F & S Global Guide 2020-2022 (2020), Hrsg. E. von der Lüche, ISBN 978-3-00-059320-8

Diskussion