



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

- 1. Numer zadania: IV.1**
- 2. Tytuł zadania: Paki węglowe dla technologii zaawansowanych materiałów węglowych – preparatyka, modyfikacja, charakterystyka**
- 3. Kierownik zadania: Zbigniew Robak**
- 4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 04.2007/**
- 5. Cel i zakres zadania:**

Harmonogram realizacji zakresu badawczego zadania podzielony został na 7 punktów, z których trzy zostały już zakończone. Obejmowały one badania wstępne oraz prace przygotowawcze do osiągnięcia założonego celu, którym jest opracowanie procedur otrzymywania paków o założonych właściwościach do określonego przeznaczenia. Próbkami paków z produkcji przemysłowej przekazano do badań u współrealizatorów projektu. Będą one stanowić poziom odniesienia dla innych paków otrzymanych w wyniku dodatkowej preparacji. Przeprowadzono pogłębioną charakterystykę fizykochemiczną paków dla określenia metodyk i zakresu niezbędnych badań przydatnych w ocenie paków dla technologii zaawansowanych materiałów węglowych. Dalsze próbki otrzymywane w trakcie badań będą przekazywane do współrealizatorów projektu, zwłaszcza do Katedry Ceramiki AGH Kraków oraz Politechniki Warszawskiej, Szkoła Nauk Technicznych i Społecznych w Płocku. Ich uwagi w oparciu o uzyskane wyniki badań uwzględnione będą w dalszych badaniach. Wytypowane zostały i przygotowane próbki do badań termogravimetrycznych oraz dalszych badań fizykochemicznych.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Badania jakości smół i paków z nich otrzymywanych w instalacjach przemysłowych wykazały, że istnieją możliwości wykorzystania paków otrzymywanych w skali przemysłowej jako prekursorów materiałów węglowych, bezpośrednio lub po odpowiedniej modyfikacji. Dokonano oceny podstawowych właściwości paków pochodzących z produkcji przemysłowej, które przekazane zostały do badań aplikacyjnych u współrealizatorów projektu. Podjęto działania mające na celu otrzymanie paków modyfikowanych na drodze filtracji paku miękkiego i dalszej termopreparacji. Wykonano charakterystykę reologiczną paków, która w powiązaniu z badaniami zwilżalności i napięcia powierzchniowego stanowić będzie dodatkowe kryterium oceny przydatności paków jako osnów kompozytów C – C oraz kompozycji plimerowo – pakowych. W celu określenia mechanizmów i kinetyki reakcji zachodzących podczas termopreparacji paku wykonane będą badania termogravimetryczne, odpowiednia ich interpretacja pozwoli na dodatkową optymalizację metod ich preparacji.



7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Prowadzone badania stanowią kontynuację wcześniejszych doświadczeń i ich uzupełnienie, na które pozwoli nowa aparatura wdrażana do praktyki badawczej Instytutu, termograwimetr z połączonym „on – line” sprzętem do analizy lotnych produktów powstających w trakcie reakcji. Zmiany jakie zaszły w bazie surowcowej smół w ostatnich latach oraz w technologii przerobu smoły koksowniczej pozwalają w większym stopniu wykorzystywać produkty i półprodukty z tego przemysłu bezpośrednio w technologii materiałów węglowych. Uzyskane wyniki mogą zostać wdrożone w przypadku rozwoju tej branży inżynierii materiałowej. Możliwe będzie uruchomienie małotonazowej produkcji paków specjalnych z możliwością sterowania wartościami ich podstawowych parametrów jakościowych, dostosowanych do ich przeznaczenia.

8. Wykaz publikacji

Na obecnym etapie nie są zgłoszone żadne publikacje

9. Inne formy upowszechnienia wyników

Z.Robak, T.Topolnicka, A.Mianowski

“The obtaining procedures and evaluation methods of the coal tar pitches for material engineering, ICHPW experiences”, Carbon for Energy Storage and Environment Protection, CESEP 07, Kraków IX, 2007.

A. Mianowski, I. Baraniec, Z. Robak, „Skryta natura krzywych termograwimetrycznych w badaniach rozkładu fazy stałej”, IV Konferencja Naukowa MATERIAŁY WĘGLOWE I KOMPOZYTY, Ustroń, XII 2008.



Informacja

o realizacji zadania badawczego w ramach projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006 pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: IV.2.1.

2. Tytuł zadania: Synteza i charakterystyka fizyko- i elektrochemiczna kompozytowego materiału anody ogniwa litowo-jonowego C/Si(Sn)

3. Kierownik zadania: prof. dr hab. inż. Jacek Machnikowski

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 05.2007-04.2009

5. Cel i zakres zadania:

Celem prac jest określenia możliwości wykorzystania paku węglowego do wytwarzania materiału anody ogniwa litowo-jonowego charakteryzującego się zwiększoną w stosunku do elektrody grafitowej pojemnością elektryczną i zadowalającą cyklicznością. Badania koncentrują się na opracowaniu kompozytowej elektrody krzemowo-węglowej, w której krzem jest składnikiem o bardzo wysokiej zdolności insercji litu, a więc wysokiej pojemności elektrycznej (~4200 mAh/g) a rolą osnowy węglowej jest zapewnienie przewodnictwa elektrycznego i amortyzacja nadmiernych zmian objętości ziaren Si, które towarzyszą procesom insercji/deinsercji.

W ramach realizacji zadania są planowane następujące prace:

- optymalizacja metody syntezy nanokompozytów pod względem homogenności rozproszenia krzemu w osnowie węglowej,
- ustalenie wpływu zawartości krzemu i warunków obróbki termicznej na strukturę i właściwości fizykochemiczne kompozytu,
- charakterystyka procesów elektrochemicznej insercji/deinsercji litu w kompozytowej elektrodzie,
- określenie wpływu warunków prądowo-napięciowych testu elektrochemicznego na pojemność elektryczną i cykliczność pracy ogniwa.

Testowane są dwa typy kompozytowej anody: dwuskładnikowa, zawierająca nanoziarnisty krzem w osnowie koksu pakowego i trójskładnikowa tj. z dodatkiem składnika poprawiającego przewodnictwo elektryczne, np. grafitu.

6. Opis wykonanych badań naukowych i uzyskanych wyników

Do wytwarzania kompozytów wytypowano dwa paki ze smoły węglowej oczyszczonej: pak izotropowy PMR o temperaturze mięknięcia $T_M=97^\circ\text{C}$ i pak mezofazowy MPM o $T_M=141^\circ\text{C}$. Zastosowanie paków ze smoły oczyszczonej pozwoliło obniżyć zawartość zanieczyszczeń nieorganicznych i heteroatomów oraz zwiększyć stopień uporządkowania struktury osnowy węglowej kompozytu. Dla każdego paku opracowano odpowiednią metodę preparatyki mieszaniny pak-krzem (metody „mokra” i „sucha”) uzyskując zadowalający stopień rozproszenia nanocząstek Si w osnowie, potwierdzony badaniami kompozytów przy zastosowaniu mikroskopii optycznej i elektronowej mikroskopii transmisyjnej. Badania elektrochemicznej insercji/deinsercji litu kompozytów o zawartości ok. 10% Si otrzymanych w 1000°C , przeprowadzone przy standardowych warunkach obciążenia prądowego ($I=37\text{ mA}$) i dolnej granicy okna potencjału ($V=10\text{ mV}$) wykazały dla kompozytów z obu paków zbliżone wartości pojemności odwracalnej ($C_{\text{rev}}=497$ i 512 mAh/g) i nieodwracalnej ($C_{\text{irr}}=148$ i 136



mAh/g) oraz bardzo podobne zachowanie w kolejnych cyklach ładowania/rozładowania. Podwyższenie temperatury wygrzewania kompozytu do 1100°C pozwoliło obniżyć pojemność nieodwracalną do ok. 100 mAh/g. Wszystkie kompozyty charakteryzowały się jednak niską stabilnością właściwości w czasie cyklicznej pracy. W kolejnych cyklach obserwowano ciągły wzrost C_{irr} kosztem C_{rev} . Badania kompozytów zawierających 10, 15 i 20 % nanocząstek krzemu w osnowie materiału węglowego wykazały, że zdolność do insercji litu rośnie liniowo z ilością dodanego krzemu. Jednocześnie jednak wzrasta pojemnością nieodwracalną i pogarsza się cykliczność. Szczegółowe badania elektrochemicznej insercji/deinsercji litu w kompozytach o zawartości 10% i 15% Si przy zastosowaniu różnych reżimów pomiarowych wykazały silny wpływ okna potencjału oraz gęstości prądowej na pojemność i cykliczność pracy ogniwa. W szczególności podwyższenie dolnej granicy okna potencjału pozwala istotnie poprawić cykliczność pracy kosztem pojemności.

Do dalszych badań przygotowano serię trójskładnikowych kompozytów zawierających oprócz nanocząstek Si (20%) grafit sferyczny lub rozprężony (20-50%) w osnowie koksu pakowego. Kontynuowane badania dotyczą optymalizacji warunków prądowo-napięciowych pracy ogniwa w celu poprawy cykliczności pracy oraz charakterystyki fizyko- i elektrochemicznej trójskładnikowych kompozytów.

Zadanie realizowane jest zgodnie z harmonogramem.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Dotychczasowe badania, postęp w stosunku do dotychczasowego stanu wiedzy w zakresie kompozytów krzemowo-węglowych stosowanych jako anody ogniwa litowo-jonowego:

- opracowanie metody wytwarzania kompozytów zawierających nanoziarnisty krzem homogenicznie rozproszone w osnowie koksu pakowego,
- określenie wpływu warunków obróbki termicznej na właściwości fizyko- i elektrochemiczne kompozytu i ustalenie, że 1100°C jest temperaturą optymalną z punktu widzenia insercji litu,
- wykazanie, że ze wzrostem zawartości krzemu w kompozycie w zakresie do 20% masowych zdolność insercji litu wzrasta liniowo, jednak nie osiąga wartości teoretycznej,
- wykazanie kluczowej roli warunków prądowo-napięciowych testu elektrochemicznego dla odwracalnej i nieodwracalnej insercji litu w kolejnych cyklach ładowania/rozładowania.

8. Wykaz publikacji

Przygotowano do publikacji w *Electrochimica Acta* artykuł:

K.Kierzek, Y.Eker, J.Machnikowski, E.Raymundo-Pinero, F.Beguin, “Effect of the electrochemical test conditions on the performance of Si/C composites as anode of lithium-ion batteries”.

9. Inne formy upowszechniania wyników

Na konferencji Carbon’2008, International Conference on Carbon, w Nagano (13-18 lipca 2008) przedstawiono komunikat „Lithium electrochemical insertion in nanostructured Si/C composites based on pitch derived carbons”, autorzy K.Kierzek, Y.Eker, J.Machnikowski, E.Raymundo-Pinero, F.Beguin. Komunikat został zamieszczony w materiałach Carbon’2008 opublikowanych na CD-ROM jako „Paper P0439”.



Informacja

o realizacji zadania badawczego w ramach projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006 pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. **Numer zadania:** IV.2.2.
2. **Tytuł zadania:** Opracowanie monolitycznych adsorbentów metanu na bazie koksów pakowych aktywowanych KOH/NaOH
3. **Kierownik zadania:** prof. dr hab. inż. Jacek Machnikowski
4. **Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania:** 11.2007-10.2009
5. **Cel i zakres zadania:**

Celem technicznym badań jest opracowanie metody wytwarzania adsorbentów węglowych w formie monolitów charakteryzujących się wysoką pojemnością magazynową metanu w przeliczeniu na jednostkę objętości adsorbentu. Koncepcja pracy opiera się na wykorzystaniu mikroporowatych pyłowych węgla aktywnych otrzymanych w procesie aktywacji surowców pochodzenia pakowego za pomocą wodorotlenku potasu lub sodu oraz uformowaniu z nich kształtek o wysokim stopniu upakowania na drodze prasowania z lepiszczem polimerowym. Zaplanowane badania obejmują wytypowanie surowców pakowych, otrzymanie pyłowych węgla aktywnych z półkoksów pakowych na drodze aktywacji KOH/NaOH, formowanie monolitów z lepiszczem polimerowym, obróbkę termiczną monolitów w celu karbonizacji lepiszcza, modyfikację właściwości powierzchniowych monolitu oraz ocenę pojemności magazynowej metanu przy ciśnieniu 3,5 MPa (AGH).

Cele cząstkowe badań obejmują:

- określenie wpływu surowca pakowego na rozwinięcie struktury porowatej produktu aktywacji,
- ustalenie optymalnych warunków formowania i wypalania monolitów z punktu widzenia wytrzymałości, gęstości i mikroporowatości kształtki,
- znalezienia korelacji między strukturą porowatą pyłowego węgla aktywnego a właściwościami monolitycznego adsorbentu, określającymi jego zdolność ciśnieniowego gromadzenia metanu.

6. Opis wykonanych badań naukowych i uzyskanych wyników

Jako surowce do aktywacji wykorzystano półkoksy pakowe otrzymane w temperaturze 520°C z dwóch rodzajów paków:

- paku PM ze smoły ciężkiej, o wysokiej zawartości pierwotnych QI (10,7 %)
- paku PK ze smoły lekkiej, o niskiej zawartości pierwotnych QI (1,4 %)

Wstępne badania podatności do aktywacji alkaliami półkoksów pakowych wykazały, że tylko wodorotlenek potasu jest efektywnym czynnikiem aktywującym dla anizotropowych koksów pochodzenia pakowego. Aktywacja KOH w porównywalnych warunkach półkoks z paku PK pozwala otrzymać węgle aktywne o powierzchni S_{BET} wyższej o ok. 300 m²/g niż z PM.

Stosując aktywację w większej skali (piec mufłowy) w temperaturze 750°C, przy stosunku KOH/półkoks 3:1 przygotowano z obu półkoksów partie (ok. 60 g) pyłowych węgla aktywnych o następującej charakterystyce porowatości: A-PM - powierzchnia S_{BET} ~2200 m²/g, średni wymiar mikroporów L_0 =1,25 nm, udział mikroporów V_{μ}/V_T =87,5%; A-MPK –odpowiednio S_{BET} ~2500 m²/g, L_0 =1,26 nm, udział mikroporów V_{μ}/V_T =89%.

Badania na wytwarzaniem monolitów przeprowadzono dotychczas dla węgla aktywnego A-PM. Jako lepiszcze do formowania zastosowano żywicę nowolakową z 7% urotropiny (NOV) i



polialkohol furfurylowy (PFA). Udział lepiszcza, niezbędny do uformowania monolitu wynosił 33%. Po wypaleniu w 900°C monolity wykazują bardzo dobrą wytrzymałość mechaniczną i stosunkowo wysoki ciężar objętościowy (NOV - 0,78 g/cm³, PFA - 0,64 g/cm³). Koks z lepiszcza w znacznym stopniu blokuje jednak dostęp do mikroporów – wielkość dostępnej powierzchni wewnętrznej jest w monolicie o połowę mniejsza niż w pyłowym surowcu. Stosując aktywację CO₂ w 850°C do ubytku masy ok. 10% częściowo odblokowano dostęp do porów, powierzchnia S_{BET} wzrosła do 1200 m²/g, tj. o ok. 20%.

Aktualnie prowadzone badania obejmują analizę porozymetryczną i oznaczenia pojemności magazynowej CH₄ monolitów z A-PM oraz formowanie monolitów z węgla aktywnego A-MPK. Prace przebiegają zgodnie z harmonogramem.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Do osiągnięć naukowych i praktycznych dotychczasowych badań można zaliczyć:

- wykazanie, że zawartość składników nierozpuszczalnych w chinolinie w paku znacząco wpływa na podatność do aktywacji KOH koksu pakowego,
- opracowanie procedury wytwarzania w skali laboratoryjnej monolitycznych adsorbentów węglowych o dobrej wytrzymałości mechanicznej i wysokim ciężarze objętościowym z wysokoporowatych pyłowych produktów aktywacji KOH,
- wykazanie przydatności żywicy nowolakowej i polialkoholu furfurylowego jako lepiszcza przy formowanych adsorbentów węglowych z węgla aktywowanych KOH,
- stwierdzenie, że możliwe jest częściowe odblokowanie porów monolitu w procesie łagodnej aktywacji ditlenkiem węgla.

8. Wykaz publikacji

Ze względu na charakter prowadzonych prac przygotowanie publikacji przewiduje się dopiero po zakończeniu pełnego cyklu badań dla jednego surowca pakowego.

9. Inne formy upowszechniania wyników

Brak



Informacja

o realizacji zadania badawczego w ramach projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006 pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. **Numer zadania:** IV.2.3.
2. **Tytuł zadania:** Opracowanie porowatych materiałów węglowych dotowanych azotem i ocena ich właściwości jako elektrody kondensatora elektrochemicznego
3. **Kierownik zadania:** prof. dr hab. inż. Jacek Machnikowski
4. **Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania:** 05.2008 - 04.2010
5. **Cel i zakres zadania:**

Celem prowadzonych badań jest opracowanie wzbogaconych w azot materiałów porowatych pochodzenia pakowego o podwyższonej zdolności magazynowania ładunku elektrycznego w kondensatorze elektrochemicznym wywołanej efektem pseudopojemności. Wzbogacone w azot węgle aktywne są otrzymywane na drodze kopiolizy paku węglowego z odpowiednim N-polimerem a następnie aktywacji parą wodną lub ditlenkiem węgla. Jako nośnik azotu wykorzystywana jest melamina i żywica melaminowo-formaldehydowa. Badania obejmują wstępną obróbkę surowców polimerowych w celu zwiększenia wydajności karbonizacji i oddziaływań w procesie kopiolizy, otrzymanie i ocena właściwości fizykochemicznych materiałów porowatych otrzymanych z czystych polimerów i kompozycji pakowo-polimerowych, określenie przydatności otrzymanych węgli aktywnych jako materiału elektrodowego pod względem pojemności elektrycznej i stabilności właściwości podczas cyklicznej pracy.

6. Opis wykonanych badań naukowych i uzyskanych wyników

Melamina jest bardzo interesującym nośnikiem azotu ze względu na szczególnie wysoką zawartość tego pierwiastka w cząsteczce (66,7%). Podczas ogrzewania w atmosferze inertej melamina sublimuje, zatem nie może być stosowana bezpośrednio jako prekursor materiału węglowego. W pracy zaproponowano wstępne utlenianie melaminy powietrzem, które poprzez reakcje odwodornienia spowodowało częściową polimeryzację. Taka obróbka korzystnie wpłynęła na „ureaktywnienie” melaminy podczas obróbki termicznej w środowisku paku węglowego. Wydajność karbonizacji kompozycji paku węglowego z utlenioną melaminą w stosunku 1:1 była o ok. 35% wyższa niż kompozycji z niemodyfikowaną melaminą, a zawartość azotu w koksie wzrosła z 8 do ponad 12%. Utlenianie było mało skuteczne w przypadku żywicy melaminowo-formaldehydowej.

Prowadzone aktualnie badania koncentrują się na optymalizacji „ureaktywniania” melaminy oraz wytwarzaniu węgli aktywnych z otrzymanych kokсів z kompozycji pakowo-melaminowych. Badania są realizowane zgodnie z harmonogramem.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Do osiągnięć można zaliczyć wykazanie, że utlenianie melaminy zwiększa jej reaktywność podczas kopiolizy z pakiem, co pozwala znacząco zwiększyć wydajność karbonizacji kompozycji pakowo-polimerowej i zawartość azotu w stałej pozostałości.



8. Wykaz publikacji

Ze względu na niewielki stan zaawansowania badań brak jest prac opublikowanych lub przygotowanych do publikacji.

9. Inne formy upowszechniania wyników

Brak



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: IV.3.1.

2. Tytuł zadania: Otrzymywanie i charakterystyka adsorpcyjna węgla aktywnych do usuwania substancji humusowych i herbicydów.

3. Kierownik zadania: prof. dr hab. inż. Grażyna Gryglewicz

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 05/2007-04/2010

5. Cel i zakres zadania:

Celem zadania badawczego jest opracowanie metody wytwarzania z węgla kamiennego węgla aktywnych o zdefiniowanej strukturze porowatej i charakterze chemicznym powierzchni do adsorpcyjnego usuwania kwasów huminowych i herbicydów z wody. W pierwszym etapie pracy postawiono za cel otrzymanie węgla aktywnego o rozwiniętym układzie mezoporów z węgla kamiennego metodą katalitycznego zgazowania, a następnie określenie ich właściwości sorpcyjnych względem kwasów huminowych. Wytypowany na podstawie struktury porowatej i charakteru chemicznego powierzchni mezoporowaty węgiel aktywny będzie testowany jako nośnik katalizatora NiMo w procesie hydroodchlorowania związków chloroorganicznych. W drugim etapie zostanie przygotowana seria węgla aktywnych o rozwiniętej strukturze mikroporów i różnym charakterze chemicznym powierzchni do adsorpcji z wody wybranego herbicydu. Zostanie zbadany wpływ charakteru chemicznego powierzchni węgla aktywnego na proces adsorpcji w warunkach statycznych. Węgiel aktywny o wyznaczonej największej pojemności sorpcyjnej zostanie przekazany do oceny jego właściwości sorpcyjnych w układzie hybrydowym sorpcyjno-membranowym. Stopień zaawansowania realizacji zadania wynosi 40%.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Pierwszy etap pracy dotyczył opracowania warunków wytwarzania mezoporowatego węgla aktywnego z węgla kamiennego metodą katalitycznego zgazowania. Jako katalizatory wytypowano wapń i żelazo. Surowcem był węgiel gazowo-płomienny (typ 32.1) i gazowy (typ 33) z kop. Szczygłowice oraz węgiel gazowo-koksowy (typ 34.1) z kop. Marcel. Określono wpływ utleniania i sulfonowania na właściwości jonowymienne węgla. Węgiel z kop. Marcel odznaczał się mniejszą podatnością na utlenianie HNO_3 niż węgle z kop. Szczygłowice, co może mieć związek z dużą zawartością liptynitu. Określono wpływ stężenia HNO_3 i stopnia rozdrobnienia próbki węgla na zawartość grup karboksylowych. Sulfonowanie stężonym H_2SO_4 w porównaniu do SO_3 okazało się dużo skuteczniejsze w generowaniu grup jonowymiennych w węglu. Utlenianie i sulfonowanie prowadziło do znacznej redukcji zawartości substancji mineralnej w węglu. Zbadano wpływ pH roztworu na wymianę jonową z solami wapnia i żelaza (II). Określono wpływ rodzaju i zawartości katalizatora, temperatury katalitycznego zgazowania i stopnia wypału na strukturę porowatą otrzymanych węgla aktywnych w procesie aktywacji parą wodną. Wykazano, że częściowa wymiana wapnia na żelazo promuje rozwijanie mezoporów w procesie aktywacji. Jednakże zbyt duża zawartość żelaza nie sprzyja



temu procesowi, prawdopodobnie z powodu aglomeracji cząstek żelaza. W procesie aktywacji węgla domieszkowanych wapniem i żelazem na drodze wymiany jonowej otrzymano węgle aktywne charakteryzujące się objętością mezoporów dochodzącą do $0,73 \text{ cm}^3/\text{g}$, dla których udział mezoporów w strukturze porowatej wynosił 30-85 %, podczas gdy z węgla aktywowanych bez katalizatora uzyskiwano produkty mikroporowate, dla których objętość mezoporów nie przekraczała $0,1 \text{ cm}^3/\text{g}$. Usunięcie związków wapnia i żelaza z węgla aktywnego prowadziło do zwiększenia porowatości materiału, szczególnie w zakresie mezoporów. Jeden z mezoporowatych węgla aktywnych przekazano do syntezy katalizatora NiMo do procesu hydroodchlorowania (Zad. IV.3.3). W trakcie przygotowania jest duża partia mezoporowatego węgla aktywnego do badania procesu adsorpcji kwasów huminowych z roztworów wodnych (Zad. IV 3.2.).

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Nowatorstwo prowadzonych badań polega na wykorzystaniu zjawiska katalitycznego zgazowania do modelowania struktury porowatej węgla aktywnego przez wprowadzenie katalizatora do węgla kamiennego na drodze wymiany jonowej. Właściwości jonowymienne węgla aktywnego wygenerowano na dwa sposoby: utlenianie kwasem azotowym i sulfonowanie tritlenkiem siarki i kwasem siarkowym.

Węgle kamienne są obok drewna głównym surowcem do wytwarzania węgla aktywnych na skalę przemysłową. Surowiec węglowy jest poddawany procesowi aktywacji parowo-gazowej, a produkowane węgle aktywne charakteryzują się rozwiniętą strukturą mikroporów. Oczekuje się, że zastosowanie w projekcie katalitycznego zgazowania pozwoli na otrzymanie mezoporowatych materiałów węglowych z węgla kamiennego. Materiały o rozwiniętej strukturze mezoporów odznaczają się znacznie większą efektywnością w usuwaniu z wody mikrozanieczyszczeń o dużych wymiarach cząsteczek takich jak kwasy huminowe i barwniki.

8. Wykaz publikacji

9. Inne formy upowszechnienia wyników



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

- 1. Numer zadania:** IV.3.2.
- 2. Tytuł zadania:** Usuwanie substancji humusowych i herbicydów z wody w układzie sorpcyjno-membranowym.
- 3. Kierownik zadania:** Prof. dr hab. inż. Grażyna Gryglewicz
- 4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania:** 07/2007-04/2010
- 5. Cel i zakres zadania:**

Celem realizowanego zadania jest opracowanie technologii usuwania zanieczyszczeń organicznych z wody za pomocą hybrydowej techniki sorpcyjno-membranowej z użyciem pylistych węgla aktywnych. Pierwszy etap projektu obejmuje zaprojektowanie i przetestowanie układu sorpcyjnego z modulem filtracyjnym z membrany polimerowej oraz określenie czynników wpływających na efektywność procesu usuwania zanieczyszczeń organicznych. W kolejnym etapie postawiono za cel określenie warunków usuwania kwasów huminowych i herbicydów z wody w procesie sorpcyjno-membranowym stosując mikroporowaty węgiel aktywny, a następnie określenie efektywności pracy układu z wykorzystaniem różnych węgla aktywnych, pod względem struktury porowatej i charakteru chemicznego powierzchni, w tym węgla aktywnych wytworzonych w tym projekcie w ramach realizacji Zad. IV. 3.1. Szacowany stopień zaawansowania projektu w stosunku do harmonogramu wynosi 40%.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Przygotowano stanowisko eksperymentalne do prowadzenia procesu w układzie hybrydowym sorpcyjno-membranowym. Przed testowaniem układu wykonano sorpcję atrazyny i kwasów huminowych w warunkach statycznych na mikroporowatym węglu aktywnym CWZ 22 w celu wyznaczenia izotermy sorpcji i parametrów kinetycznych procesu. Określono minimalną ilość sorbentu do usunięcia atrazyny i kwasów huminowych z wody. Podjęto próbę określenia zależności między parametrami prowadzenia procesu a efektywnością usuwania kwasów huminowych, a w szczególności ilością węgla aktywnego wprowadzonego do układu, szybkością wymiany zawiesiny i wielkością strumienia permeatu. Zmieniając szybkości wprowadzania świeżej zawiesiny do układu i korelując tę wielkość ze stężeniem kwasów huminowych w permeacie zauważono, że efektywność usuwania wielkocząsteczkowych substancji organicznych przez węgiel aktywny jest znacznie mniejsza w porównaniu do substancji małocząsteczkowych, reprezentantem których jest atrazyna. Sorpcja kwasów huminowych zachodziła zdecydowanie wolniej co przy zastosowaniu tych samych wielkości strumieni permeatu i wymienianej zawiesiny, prowadzi w dużym stopniu do rozcieńczania zawiesiny w pętli sorpcyjnej przez wodę, w której wprowadzany jest świeży węgiel aktywny. Celowym zabiegiem wydaje się wprowadzanie do pętli stężonej zawiesiny świeżego sorbentu z równoczesnym jego usuwaniem w postaci rozcieńczonej zawiesiny i zateżaniem na dodatkowym stopniu filtracyjnym.

Określono sorpcję równowagową oraz kinetykę sorpcji atrazyny i kwasów huminowych na węglach aktywnych NORIT SX1G, NORIT SX PLUS i G6A1 o różnym udziale mezoporów.



Stwierdzono, że wszystkie węgle odznaczają się dość dużą pojemnością sorpcyjną względem herbicydu. Nie zaobserwowano korelacji między sorpcją kwasów huminowych a udziałem mezoporów w strukturze porowatej węgla aktywnego. Dla wyznaczonego optymalnej koncentracji węgla w zawieszynie wodnej 1 g/L i czasu przebywania sorbentu w reaktorze nie krótszym niż 15 min dla atrazyny i 30 min dla kwasów humusowych, przeprowadzono testy w układzie sorpcyjno-membranowym. Testy prowadzono w sposób ciągły przez co najmniej 24 godziny. Stwierdzono, że w przypadku atrazyny następuje 95% usunięcie tego związku, gdy stosunek strumienia wymiany sorbentu do strumienia permeatu wynosił 1:10. Dla kwasów humusowych osiągnęto około 60% usunięcie z wody przy stosunku strumieni 4:10 i jedynie 40% redukcję dla stosunku 1:10. Prowadząc proces filtracji w warunkach poniżej strumienia krytycznego nie zauważono blokowania porów membran przez ziarna węgla aktywnego.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Realizowana tematyka badawcza zaliczana jest do najnowszych kierunków rozwoju współczesnych metod wydzielania substancji z rozcieńczonych roztworów. Od 2004 roku, gdy Polska została włączona do Unii Europejskiej, pojawiła się konieczność dostosowania naszych przepisów dotyczących ochrony środowiska do restrykcyjnych dyrektyw unijnych. Przed akcesją szacowano, że na samo oczyszczanie wody i ścieków konieczne będzie zainwestowanie od 30 do 40 mld Euro. Realizowany projekt dobrze wpisuje się w ten nurt. Jednocześnie jest on zgodny z listą Priorytetowych Kierunków Badań MNiSzW w obszarze II. Środowisko, priorytecie 2.6. Gospodarka recykulacyjna oraz inne środki techniczne ochrony środowiska. Węgłe oraz materiały węglowe nie zawsze muszą być wykorzystywane jako surowce energetyczne a zastosowanie ich do wytwarzania selektywnych sorbentów pylistych stosowanych w hybrydowych układach membranowych powinno przynieść wymierne korzyści.

Przedstawionymi w projekcie technologiami hybrydowymi zainteresowane powinny być głównie małe i średnie firmy prowadzące działalność z zakresu ochrony środowiska. W oparciu o opracowane założenia technologiczne mogą one dobrać właściwy, dla konkretnego przypadku, układ sorbent węglowy-membrana i zastosować go w układzie hybrydowym. Na rynku dostępne już są gotowe rozwiązania, tzw. MBR (membranowe reaktory biologiczne), działające z membranami zanurzonymi (submerged membrane modules).

8. Wykaz publikacji

9. Inne formy upowszechnienia wyników

Planowane jest przedstawienie wyników pracy w wystąpieniu na konferencji Permea 2009 – The membrane conference of Visegrad and other countries, Praga czerwiec 2009.

Wyniki pracy posłużyły do przygotowania projektu NATO-CLG *Development of an Innovative Membrane Treatment Process for Elimination of Toxic Organic Species from Water*.



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: IV.3.3.

2. Tytuł zadania: Zastosowanie węgla aktywnych jako nośnika katalizatorów procesów hydroodchlorowania związków chloroorganicznych.

3. Kierownik zadania: prof. dr hab. inż. Grażyna Gryglewicz

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 10/2007-04/2010

5. Cel i zakres zadania:

Zakładanym celem zadania badawczego było określenie przydatności węgla aktywnych wytworzonych z węgla kamiennych jako nośników heterogenicznych katalizatorów do procesu hydrodegradacji uciążliwych dla środowiska naturalnego związków chloroorganicznych. Badania ukierunkowano na zachowawczy, nie naruszający szkieletu węglowego związków poddawanych hydroodchlorowaniu, wysokociśnieniowy proces wodorowy, wspomagany katalizatorami w postaci siarczków niklu i molibdenu osadzonych na matrycy w postaci węgla aktywnego. Jako substancje modelowe poddawane odchlorowaniu zostaną użyte pestycydy typu DDT, wyselekcjonowane chloropochodne difenyłu, benzenu, toluenu i cykloheksanu. Oprócz badań efektywności zaproponowanego procesu do hydrodegradacji związków chloroorganicznych o zróżnicowanej strukturze chemicznej, przeanalizowane zostaną istotne elementy mechanizmów badanych reakcji i ich kinetyki.

Aktualny stan zaawansowania zadania oceniona na 60%.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Procesy odchlorowania prowadzone były w ciśnieniowym autoklawie skonstruowanym dla realizacji badań zakładanych zadaniem projektu. Aparatura umożliwia prowadzenie procesów wodorowych w precyzyjnie regulowanej temperaturze i ciśnieniu wodoru z intensywnym, wymuszonym mieszaniem przestrzeni reakcyjnej za pomocą układu elektromagnetycznego. Możliwe jest odbieranie próbek produktów bez przerywania biegu procesu, co ułatwia badanie kinetyki reakcji. Analizę produktów reakcji prowadzono w oparciu o technikę wysokosprawnej chromatografii gazowej, w tym sprzężonej ze spektrometrem mas.

Uzyskane wyniki badań wskazują, że najłatwiej usuwane są atomy chloru z pozycji alifatycznych, już w temperaturach do 200°C. Całkowite usunięcie chloru przyłączonego do pierścieni aromatycznych wymagało podniesienia temperatury w przestrzeni reakcyjnej do 260°C. Wyższa niż 200°C temperatura procesu skutecznie zapobiega też chemisorpcji chloropochodnych aromatycznych na katalizatorze.

W dalszej części badań skoncentrowano się na badaniach mechanizmu i kinetyki reakcji odchlorowania. Stwierdzono, że badane reakcje opisywane są z dobrym przybliżeniem równaniami kinetycznymi I rzędu i tworzą w przypadku polichloropochodnych sieć reakcji następczych i równoległych, które można opisać analitycznie, co pozwoli ilościowo wyznaczyć drogi ich przebiegu.

W świetle już przeprowadzonych badań można z pełnym przekonaniem stwierdzić, że przyjęta wstępnie metodyka badań, jak i narzędzia ich realizacji, w tym techniki procesowe i analityczne zostały



wybrane prawidłowo i doskonale spełniły swe zadanie. Nie przewiduje się ich istotnej modyfikacji na obecnym etapie realizacji zadań projektu.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Na podstawie dostępnych danych literaturowych prowadzone badania nie odbiegają poziomem od projektów realizowanych w tym obszarze i w innych renomowanych ośrodkach badawczych co jest potwierdzone publikacjami naukowymi realizatorów projektu w literaturze o ogólnoświatowym zasięgu. Częściowo w ramach zadania, realizowana jest praca doktorska.

Uzyskiwane wyniki zawierają liczne elementy nowości, co wniesie istotny wkład do aktualnego stanu wiedzy. Prowadzone badania mimo swego podstawowego charakteru, wskazują na możliwość uytylitarnego zastosowania. Badany proces hydroodchlorowania stanowi alternatywę do stosowanych powszechnie specjalistycznych instalacji spalania chloropochodnych.

Ponadto realizacja rozszerza ofertę kierunków wykorzystania materiałów węglowych i to w zaawansowanych perspektywicznych technologiach.

8. Wykaz publikacji

Gryglewicz S., Piechocki W., Catalytic hydrodegradation of DDT using a Ni-Mo/C system.
Praca przesłana do redakcji czasopisma.

9. Inne formy upowszechnienia wyników

S.Gryglewicz, W. Piechocki, G. Gryglewicz, Dechlorination of DDT over carbon-supported Ni-Mo catalyst under high-hydrogen pressure, praca wysłana na International Conference CARBON '09, Biarritz, 14-19 czerwiec 2009.



Informacja

o realizacji projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006 pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

- 1. Numer zadania : IV.5**
- 2. Tytuł zadania: Kompozyty węglowo-ceramiczne do zastosowań cieplnych i dla bioinżynierii**
- 3. Kierownik zadania: prof. Stanisław Błażewicz**
- 4. Termin rozpoczęcia zakończenia: 04.2007/04.2010**
- 5. Cel i zakres zadania**

Celem naukowym zadania było opracowanie podstaw technologii wytwarzania nowych rodzajów kompozytów węglowych i węglowo- ceramicznych, które znajdą zastosowania w urządzeniach pracujących w podwyższonych temperaturach (kompozyty węglowo-ceramiczne) oraz w medycynie jako implanty do leczenia tkanek kostnych (kompozyty węglowe zawierający bioaktywny składnik hydroksyapatytowy).

6. Opis wykonanych badań oraz uzyskanych wyników

W dotychczasowych badaniach zrealizowano trzy pierwsze cele zadania, które dotyczyły następujących zagadnień:

- optymalizacja procesu wytwarzania kompozytów włókno węglowe/pak oraz włóknowęglowe/pak modyfikowany nanododatki
- badania nad dosycaniem kompozytów węglowych preceramami
- badania struktury i mikrostruktury wytworzonych materiałów

W ramach dotychczasowych badań wykonano projekty i w oparciu o te projekty wykonano elementy aparatury mikrotechnologicznej do wytwarzania kompozytów. Przeprowadzono eksperymenty z łączeniem nanoskładników ceramicznych z pakami, przed procesem nasycania włókien węglowych. Wykonano doświadczenia dotyczące nasycania włókien węglowych pakami (mezofazowym i izotropowym oraz pakiem zawierającym nanododatek ceramiczny). Przeprowadzono doświadczenia karbonizacji ciśnieniowej prepregów typu włókno węglowe/ pak oraz prepregów typu włókno węglowe/ pak z dodatkiem hydroksyapatytu oraz żywicy polisiloksanowej. W doświadczeniach wykorzystano dwa rodzaje paków, pochodzących z termopreparacji paków węglowych, które dostarczył Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla w Zabrze. Prace te miały na celu optymalizację całego procesu formowania kompozytów węglowych zawierających składniki modyfikujące pod kątem funkcjonalności pracy poszczególnych elementów instalacji. Określono warunki wytwarzania prepregów, formowania kompozytów i procesu karbonizacji uformowanych kompozytów pak/włókno węglowe. Przeprowadzono doświadczenia nad otrzymywaniem kompozytów węglowych zawierających dodatek w postaci nanoproszku hydroksyapatytowego. Próby te prowadzono przy udziale HAp w matrycy pakowej do 10 % wagowych. Druga metoda wytwarzania kompozytu polegała na modyfikacji porowatej mikrostruktury kompozytu C/C żywicą polisiloksanową, która w wyniku obróbki termicznej do temperatury 1700C uległa rozkładowi z wytworzeniem węgla krzemu. Przeprowadzono

badania dotyczące oceny właściwości mechanicznych i budowy mikrostrukturalnej wytworzonych próbek.

6. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Opracowano metody wytwarzania dwóch rodzajów kompozytów węglowych zawierających nanododatki ceramiczne: do zastosowań medycznych opracowano metodę wytwarzania kompozytu węgiel/ hydroksyapatyt, natomiast do zastosowań technicznych (kompozyt o podwyższonej odporności na utlenianie) kompozyt węgiel/ węglík krzemu. Wytworzono próbki opracowanych materiałów do dalszych badań, celem określenia ich właściwości mechanicznych, fizycznych i biologicznych

7. Wykaz publikacji

1. S. Błażewicz Kompozyty C/C do zastosowań w technologiach wysokotemperaturowych i w bioinżynierii, w Czysta energia, produkty chemiczne i paliwa z węgla- ocena potencjału rozwojowego, pod red. T. Borowiecki, J. Kijeński, J. Machnikowski, M. Ściążko, IchPW Zabrze, 2008, rozdz. 7.2.8, str. 373 (ISBN 978-83-913434-6-3
2. Michałowski, D. Mikociak, S. Błażewicz, Mikrostruktura kompozytów C/C otrzymanych metodą PCVI, Karbo, 4, 2007, 187, 2007
3. D. Mikociak, M. Błażewicz: *Badania nad opracowaniem kompozytowych materiałów węglowych dla ortopedii*" KOMPOZYTY 2008, Teoria i Praktyka "XII, Seminarium Ogólnopolskie, kwiecień 2008, Kokotek
4. D. Mikociak, C. Paluszkiwicz, T. Gumuła, J. Michałowski, S. Błażewicz, FTIR Studies of Carbon Matrices Modified with Nanosized Hydroxyapatite // XXIX European Congress on Molecular Spectroscopy 31. 08 – 5. 09. 2008, tekst ang.
5. D. Mikociak, C. Paluszkiwicz, R. Słowiak, M. Błażewicz Vibrational Spectroscopy Applications to Study Carbonization Process of Fibrous Materials // XXIX European Congress on Molecular Spectroscopy 31. 08 – 5. 09. 2008, tekst ang.
6. D. Mikociak, T. Gumuła, J. Michałowski, S. Błażewicz, // Kompozyty C/C modyfikowane bioaktywną ceramiką IV Konferencja Naukowa, Materiały węglowe i kompozyty, Ustroń, 10-12. 12. 08
7. T. Gumuła, D. Mikociak, J. Michałowski, S. Błażewicz, Kompozyty węglowe modyfikowane ceramiką/ Carbon composites modified with ceramics/, Karbo, 1/09, 2009
8. J. Michałowski, D. Mikociak, K. J. Kozłowski, S. Błażewicz, Thermal Conductivity of 2D C-C composites with pyrolytic and glass – like carbon matrices, Journal of Nuclear Materials, wysłane do recenzji
9. D. Mikociak, J. Michałowski, S. Błażewicz, C/C composites modified with bioactive ceramics, Carbon 2009, Biarritz, France, June 14-19, 2009, wysłano abstrakt

8. Inne formy upowszechniania wyników

1. D. Mikociak, R. Słowiak, M. Błażewicz, Carbon fabrics-based biomaterials for the treatment of cartilaginous tissue // 7th ScanBalt Forum and Biomaterials Days 2008, Vilnius, Lithuania, September 24th - 26th, 2008,



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: IV.6.1

2. Tytuł zadania: Ocena przydatności monolitów węglowych do pracy w systemach adsorpcyjnego magazynowania energii cieplnej

3. Kierownik zadania: Prof. dr hab. inż. Bronisław Buczek

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 20.04.2007/20.04. 2009

5. Cel i zakres zadania:

Wiele prac teoretycznych i badawczych wskazuje, że wykorzystanie adsorbentów dla magazynowania ciepła w zamkniętych cyklach termodynamicznych, może znaleźć zastosowanie w prostych układach chłodniczych. Układy tego rodzaju mogą być wykorzystywane do przechowywania żywności i lekarstw, produkcji lodu, klimatyzacji a także jako pompy ciepłe. Układ adsorpcyjnego chłodzenia, który zasilamy tanią energią odpadową lub energią słoneczną, jest przyjazny dla środowiska, prosty i cichy w działaniu. Pozyskiwanie i odzysk energii cieplnej są szczególnie uzasadnione w przypadku dużego nasłonecznienia oraz utrudnionego dostępu do energii elektrycznej.

Przedmiotem pierwszej części oceny były materiały węglowe w postaci monolitycznych kształtek, otrzymane z pylistego węgla aktywnego (AC35), karbonizatu węgla kamiennego (ACS) oraz z mezofazy pakowej (APM). Druga część oceny objęła monolity przekazanych przez prof. J. Machnikowskiego (PS25MA, PS25MF, CS25MA, CS25MF, ACW, AJM) Politechnika Wroclawska.

Zaawansowanie realizacji zadania powyżej 90%.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Dla potrzeb oceny pierwszej grupy adsorbentów wykonano oznaczenia gęstości, analizę struktury porowatej oraz sorpcję pary wodnej dla określenia charakteru powierzchni, a także ciepło zwilżania metanolem. W tym przypadku stwierdzono, iż do celów magazynowania energii najbardziej nadają się adsorbenty otrzymane z mezofazy pakowej oraz karbonizatu węglowego wytworzonego na drodze aktywacji wodorotlenkiem potasu.

Badania monolitów objęły: adsorpcyjne badania struktury, wyznaczenie równowag adsorpcyjnych metanolu, obliczenia ciepła adsorpcji oraz wyznaczenie efektu cieplnego zwilżania.

W oparciu o uzyskane wyniki możemy stwierdzić, że monolity w których użyto jako lepiszcza PVA są lepszymi adsorbentami, które mogą być wykorzystane w układach magazynowania energii, natomiast najlepiej rozwiniętymi parametrami struktury charakteryzuje się materiał o symbolu ACW. Wyniki tych badań zostały zamieszczone w rozprawie doktorskiej mgr inż. Elizy Wolak.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Poziom zrealizowanych badań wynika głównie z tego, iż testowane były monolity węglowe, które mogą zwiększyć wydajność procesu magazynowania, zintensyfikować wymianę ciepła w złożu adsorbentu przy obniżonych kosztach wytwarzania tego rodzaju porowatych materiałów węglowych.



Przewiduje się, że oceniane monolity węglowe mogą być zastosowane do domowych i turystycznych urządzeń chłodniczych oraz mobilnych (samochodowych) układów klimatyzacyjnych.

Końcowym efektem zadania IV.6.1 będzie projekt prototypowego urządzenia wykorzystującego jeden z monolitów-w układzie alkohol metylowy do systemu chłodzenia.

8. Wykaz publikacji

B. Buczek, E. Wolak, Ocena przydatności adsorbentów z prekursorów węglowych dla układu magazynowania energii. GOSPODARKA SUROWCAMI MINERALNYMI 2007, 23 (Zeszyt specjalny 3), 29-39.

9. Inne formy upowszechnienia wyników

B. Buczek, E. Wolak *Assessment of Active Carbon Treated with Potassium Hydroxide for Energy Storage*, 8th International Symposium on the Characterisation of Porous Solids, COPS VIII, 10th – 13th June, Edinburgh, UK.

E.Wolak, Rozprawa doktorska, AGH-WPiE, Kraków 2008, str.96-109.



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

- 1. Numer zadania: IV.6.2**
- 2. Tytuł zadania: Charakterystyka struktury porowatej, właściwości dyfuzyjnych i natury powierzchni adsorbentów węglowych**
- 3. Kierownik zadania: Prof. dr hab. inż. Bronisław Buczek**
- 4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 20.10.2007/20.04. 2010**

5. Cel i zakres zadania:

Radialne zmiany właściwości adsorbentów węglowych, wytwarzanych na drodze aktywacji fizycznej, będące skutkiem stopnia przereagowania warstw powierzchniowych w porównaniu z wnętrzem ziarna są częścią problematyki związanej z niejednorodnością strukturalną oraz charakterem powierzchni. Zróżnicowaną polidispersyjną strukturę porowatą, obecność grup funkcyjnych o różnym stężeniu i substancji mineralnej w obrębie ziaren uważa się za przejawy niejednorodności radialnej.

Badaniom poddano karbonizat otrzymany przez tłoczenie mieszaniny pyłu węglowego z KWK „Dębińsko” i smoły drzewnej na filierze 4,0 mm, suszenie do temp. 453K i karbonizację w temp. 873K. Analiza techniczna i chemiczna karbonizatu przedstawia się następująco: $W^a = 4,1$, $A^a = 8,2$, $V^a = 14,7$, $C^a = 74,5$, $H^a = 2,17$, $S^a = 0,62$, $N^a = 2,06$.

Z karbonizatu na drodze obróbki mechanicznej otrzymano ziarna w postaci cylindrów (4,0 x 4,0 mm) oraz pierścieni o średnicy wewnętrznej 0,8 mm i wymiarach zewnętrznych, takich jak cylindrów. Ziarna karbonizatu o kształcie cylindrycznym oznaczono symbolem BD0, natomiast pierścienie odpowiednio D0.

Proces aktywacji przeprowadzono w reaktorze z warstwą jednoziarnową, przy przepływie przegrzanej pary wodnej ($0,01556 \text{ g/cm}^2\text{s}$) w różnych okresach czasu, dla których stopień przereagowania (wypał) zmieniał się w przedziale 45,3-72,0. W wyniku aktywacji parą wodną otrzymano dwie serie produktów reakcji BD1-BD4 oraz D1-D4.

Realizacja zadania jest bliska 50%.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Przeprowadzone eksperymenty pokazują jak kształt i wymiar ziaren wpływa na właściwości węgla aktywnego wytwarzanego w procesie aktywacji parowej. Rozwijana była struktura cylindrycznych i pierścieniowych ziaren karbonizatu w reakcji z parą wodną. Mezo- i mikroporowatą strukturę aktywatów o różnym stopniu przereagowania oceniano z izoterm adsorpcji/desorpcji azotu. Obliczono parametry struktury mikroporowatej z równania Dubinina-Raduszkiewicza oraz wymiar mikroporów metodą Horvata i Kawazoe. Wyniki badań tekstury wykazały, iż najbardziej jednorodną strukturą mikroporowatą wykazują ziarna aktywatów o kształcie pierścieniowym.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Aktywacja parą wodną prowadzi do szybszego rozwoju tekstury ziaren o kształcie pierścieniowym oraz zwiększenia ich powierzchni właściwej oraz mezoporów. Wymiar mikroporów w ziarnach pierścieniowych



pozostaje praktycznie niezmienny. Może to oznaczać występowanie właściwości sitowo-molekularnych w tak wytwarzanych węglach aktywnych. Obserwuje się również w nich większy udział objętości mikroporów, a co za tym idzie większą zdolność adsorpcyjną w stosunku do adsorbatów małowczątkowych.

Aktywaty pierścieniowe charakteryzują się lepszymi parametrami wytrzymałościowymi w porównaniu z ziarnami cylindrycznymi. Z racji odmiennego kształtu wydaje się, że opory przepływu przez złoża ziaren pierścieniowych będą mniejsze niż ma to miejsce w przypadku złoża składającego się z ziaren cylindrycznych.

8. Wykaz publikacji

B. Buczek, J. Ziętkiewicz, *Rozwój struktury porowatej karbonizatu o różnym kształcie ziaren w reakcji z parą wodną*, WĘGIEL AKTYWNY W OCHRONIE ŚRODOWISKA I PRZEMYSŁE” praca zbiorowa pod redakcją Zygmunta Dębowskiego Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2008, str 151-156.

9. Inne formy upowszechnienia wyników

B. Buczek, przygotowywane jest zgłoszenie patentowe pt. „Adsorbenty węglowe i nośniki katalizatorów o kształcie pierścieniowym”



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: (1) IV.6.4; (2) IV.6.5.

2. Tytuł zadania:

(1) Ocena właściwości adsorpcyjno/desorpcyjnych monolitów węglowych w układzie adsorpcyjnego magazynowania metanu oraz gazu ziemnego

(2) Analiza możliwości zastosowania otrzymanych adsorbentów w stacjonarnych układach kriogenicznego magazynowania wodoru

3. Kierownik zadania: Prof. dr hab. Leszek Czepirski

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: (1) 20.04.2007; (2) 20.04.2008 / (1-2) 2010

5. Cel i zakres zadania:

Celem realizowanych zadań badawczych jest opracowanie niekonwencjonalnych sposobów magazynowania paliw gazowych dla mobilnych (gaz ziemny) i stacjonarnych (wodór) źródeł zasilania oraz energii cieplnej z wykorzystaniem porowatych materiałów węglowych otrzymywanych z krajowych węgli kamiennych i produktów ich przetwórstwa.

Planowany efekt końcowy przewiduje otrzymanie mikroporowatych monolitycznych adsorbentów węglowych oraz wykazanie ich przydatności adsorpcyjnego magazynowania paliw gazowych (gaz ziemny, wodór) oraz pracy w adsorpcyjnych układach chłodniczych.

Oczekuje się, że uzyskane wyniki pozwolą na opracowanie układów adsorpcyjnego magazynowania paliw gazowych i energii cieplnej spełniających następujące wymagania: wysoka chłonność adsorpcyjna w przeliczeniu na jednostkę objętości, długa żywotność adsorbentu, łatwość wydzielania zmagazynowanego gazu lub ciepła, łatwość regeneracji adsorbentu po wielokrotnej pracy w cyklu adsorpcja - desorpcja, niskie koszty inwestycyjne i eksploatacyjne.

Aktualnie realizowane zadania badawcze przebiegają zgodnie z harmonogramem.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

W ramach zadania badawczego IV.6.4. realizowano tematykę związaną z następującymi zagadnieniami szczegółowymi:

1. Opracowanie koncepcji pomiarów pojemności magazynowej adsorbentów węglowych.
2. Przygotowanie bazy danych równowagowych adsorpcji metanu i wodoru na adsorbentach węglowych.
3. Opis danych równowagowych adsorpcji metanu i wodoru na adsorbentach węglowych.
4. Dobór monolitów węglowych dla procesów adsorpcyjnego magazynowania paliw gazowych.
5. Charakterystyka właściwości adsorpcyjnych układów monolity/włókniny węglowe – metanol. Opracowano nową konstrukcję aparatury typu objętościowego, pozwalającą na pomiar izoterm i kinetyk adsorpcji w zakresie ciśnienia do 10 MPa. Możliwości pomiarowe opisanej aparatury obejmują: wyznaczenie izoterm adsorpcji i desorpcji gazów w szerokim zakresie temperatury; pomiar kinetyk adsorpcji gazów; wyznaczenie krzywych pojemności magazynowej paliw gazowych w procesie ich adsorpcyjnego magazynowania (tzw. metoda desorpcyjna).

W ramach zadania badawczego IV.6.5 przystosowano nowoskonstruowaną aparaturę do badań wysokociśnieniowej adsorpcji do pomiarów adsorpcji wodoru. Przeprowadzono wstępne pomiary oraz



wykazano przydatność potencjałowej teorii adsorpcji do przewidywania izoterm adsorpcji wodoru na adsorbentach węglowych. Przeanalizowano przydatność adsorbentów węglowych do pracy w układach adsorpcyjnego chłodzenia. Wyznaczono izoterm adsorpcji par metanolu na wybranych adsorbentach węglowych (monolity węglowe, aktywne włókny węglowe). Przedstawiono metodykę wyznaczania parametrów struktury porowatej badanych adsorbentów z danych adsorpcji par metanolu oraz obliczania ciepła adsorpcji.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Opracowana aparatura do badań wysokociśnieniowej adsorpcji gazów jest rozwiązaniem z powodzeniem mogącym konkurować z kosztownymi aparatami komercyjnymi. Daje ona możliwość realizacji prac o nowych aspektach zarówno poznawczych (weryfikacja różnych modeli adsorpcji dla warunków nadkrytycznych, oceny heterogeniczności powierzchni adsorbentu, modelowanie struktury porów), jak i utylitarnych (adsorpcyjne magazynowanie paliw gazowych, wydzielanie składników mieszanin gazowych w zmiennociśnieniowych lub zmiennotemperaturowych cyklach adsorpcyjnych przebiegających zarówno według mechanizmu równowagowego jak i kinetycznego).

Prawidłowe projektowanie modelowanie i optymalizacja takich procesów wymagają znajomości zarówno równowag jak i kinetyk adsorpcji w szerokim przedziale ciśnień i temperatur. Dane adsorpcyjne i modele przyjmowane do ich interpretacji stanowią ważne narzędzie w analizie i symulacji wymienionych wyżej procesów.

W zakresie prac podstawowych w przeprowadzonych badaniach:

- oceniono przydatność potencjałowej teorii adsorpcji do opisu danych równowagowych w temperaturach nadkrytycznych poprzez poszukiwanie korelacji następujących parametrów: potencjał adsorpcyjny, prężność pary nasyconej, objętość molowa adsorbentu w stanie zaadsorbowanym oraz podanie możliwości przedstawienia danych doświadczalnych w postaci krzywych charakterystycznych,

- przeanalizowano teorię objętościowego zapełniania mikroporów dla opisu adsorpcji w temperaturze powyżej krytycznej przez porównanie różnych sposobów obliczania parametrów standardowego stanu adsorbentu dla temperatury powyżej krytycznej,

- wykorzystano dane równowagowe wysokociśnieniowej adsorpcji gazów do opisu struktury mikroporowatej adsorbentów węglowych (wyznaczanie rozkładu porów z wysokociśnieniowych izoterm adsorpcji metanu).

Interesującym kierunkiem dalszych badań jest połączenie rozważań na gruncie termodynamiki adsorpcji z symulacjami molekularnymi pozwalającymi na obliczenie potencjału oddziaływań dyspersyjnych w mikroporach.

Potencjałowa teoria adsorpcji w zastosowaniu do danych równowagowych adsorpcji par metanolu na adsorbentach węglowych daje oparte na termodynamicznych podstawach narzędzie przydatne w analizie zespołu zjawisk towarzyszących procesowi magazynowania energii cieplnej, jak również modelowaniu i projektowaniu urządzeń.

Uzyskane wyniki stanowią podstawę do dalszych prac o aspekcie praktycznym:

- projektowanie adsorpcyjnych układów magazynowania paliw gazowych poprzez dobór efektywnego adsorbentu węglowego o właściwościach będących kompromisem pomiędzy optymalną strukturą mikroporowatą a najbardziej efektywnym sposobem jego upakowania; modelowa analiza zespołu zjawisk towarzyszących procesowi napełniania i eksploatacji zbiornika; poszukiwanie optymalnych rozwiązań konstrukcyjnych zbiorników.

- opracowanie metod doboru i modyfikacji porowatych materiałów węglowych przydatnych do opracowania układu adsorpcyjnego chłodzenia w skali użytkowej. Potencjalnym kierunkiem jego



zastosowań stać się może wykorzystanie np. w domowych, turystycznych lub mobilnych urządzeniach chłodniczych, samochodowych systemach klimatyzacyjnych oraz układach pomp (transformatorów) ciepła.

8. Wykaz publikacji

- 1). M.R. Bałys, L.Czepirski, S. Furmaniak, A.P. Terzyk, P.A. Gauden, *Supercritical Methane Adsorption - a Tool for Characterization of Carbonaceous Adsorbents*, zaakceptowane do publikacji w monografii pokonferencyjnej 8th International Symposium on the Characterisation of Porous Solids COPS'8.
- 2). PRZEMIANY ŚRODOWISKA NATURALNEGO A ROZWÓJ ZRÓWNOWAŻONY, (pod redakcją MJ. Kotarby), Wydawnictwo TBPS *GEOSFERA* 2008, Kraków, rozdz. 25, str. 101-108
- 3). L. Czepirski, *Techniczno – ekonomiczne aspekty metody adsorpcyjnego magazynowania gazu ziemnego*, OCHRONA I INŻYNIERIA ŚRODOWISKA – ZRÓWNOWAŻONY ROZWÓJ (Monografie Wydziału Inżynierii Mechanicznej i Robotyki AGH), 2008, vol. 37. 15-22.
- 4). L. Czepirski, *Adsorbenty węglowe w układach magazynowania energii cieplnej*, WĘGIEL AKTYWNY W OCHRONIE ŚRODOWISKA I PRZEMYSŁE (praca zbiorowa pod redakcją Z. Dębowskiego), Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2008, 21-27.
- 5). E. Komorowska – Czepirska, L. Czepirski, M. Kochel, *Charakterystyka właściwości adsorpcyjnych układów adsorbenty węglowe – metanol*, WĘGIEL AKTYWNY W OCHRONIE ŚRODOWISKA I PRZEMYSŁE (praca zbiorowa pod redakcją Z. Dębowskiego), Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2008, 7-12.
- 6). L.Czepirski, *Porowate materiały węglowe w układach magazynowania energii*, GOSPODARKA SUROWCAMI MINERALNYMI, 2007, 23 (Zeszyt specjalny 3), 75-84.

9. Inne formy upowszechnienia wyników

- 1). L. Czepirski, *Techniczno – ekonomiczne aspekty metody adsorpcyjnego magazynowania gazu ziemnego*, Referat podczas III Konferencji Ochrona i Inżynieria Środowiska – Zrównoważony Rozwój, Krynica 18-20.09.2008.
- 2). M.R. Bałys, L. Czepirski, S. Furmaniak, A.P. Terzyk, P.A. Gauden, *Supercritical Methane Adsorption - a Tool for Characterization of Carbonaceous Adsorbents*, poster podczas 8th International Symposium on the Characterisation of Porous Solids, 11-14.06.2008, Edinburgh, UK.
- 3). L. Czepirski, *Adsorbenty węglowe w układach magazynowania energii cieplnej*, referat podczas VI Konferencji Naukowo – Technicznej „WĘGIEL AKTYWNY W OCHRONIE ŚRODOWISKA I PRZEMYSŁE”, 23-25.06.2008, Kazimierz Dolny.
- 4). E. Komorowska – Czepirska, L. Czepirski, M. Kochel, *Charakterystyka właściwości adsorpcyjnych układów adsorbenty węglowe – metanol*, referat podczas VI Konferencji Naukowo – Technicznej „WĘGIEL AKTYWNY W OCHRONIE ŚRODOWISKA I PRZEMYSŁE”, 23-25.06.2008, Kazimierz Dolny.
- 5). L. Czepirski, *Porowate materiały węglowe w układach magazynowania energii*, poster podczas Polskiego Kongresu Górniczego w sesji: Nowe szanse węgla, 19-21.09.2007 Kraków.



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: IV.7

2. Tytuł zadania: Sorbenty mineralno-węglowe z zastosowaniem kompozycji pakowo-polimerowych

3. Kierownik zadania: prof. dr hab. inż. Janusz Zieliński

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 20-04-2007/20-04-2010

5. Cel i zakres zadania:

Celem zadania jest otrzymanie nowej generacji sorbentów węglowych opartych na kompozycjach pakowo-polimerowych oraz sorbentów mineralno-węglowych z zastosowaniem kompozycji pakowo-polimerowych jako nośnika pirolizatu węglowego.

Zakres realizowanego zadania obejmuje:

- dobór polimerów umożliwiających uzyskanie jednorodnych i stabilnych mieszanin z pakami węglowymi oraz zapewniających skuteczny przebieg karbonizacji (zrealizowano),
- opracowanie techniki i dobór parametrów mieszania składników, w celu uzyskania układów jednorodnych i stabilnych w masie, w tym również ustalenie odpowiednich ilości modyfikatorów polimerowych (w stadium końcowym),
- wykonanie badań właściwości termoreologicznych układów, zwłaszcza odporności termicznej i charakterystyki lepkościowej, składu grupowego, które mają istotny wpływ na proces karbonizacji (w realizacji),
- karbonizacja kompozycji i wykonanie badań powierzchni właściwej oraz analiza termiczna sorbentów po karbonizacji,
- otrzymanie sorbentów mineralno-węglowych w wyniku wymieszania kompozycji pakowo-polimerowych z tlenkiem glinu, poddaniu ich karbonizacji i wykonanie badań (w realizacji).

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Zrealizowano zadania dotyczące:

- doboru i oceny przydatności polimerów (spośród 8: polistyren, poli(tereftalan etylenu), nienasycona żywica poliestrowa, żywica kumaronowo-indenowa, poliamid, poliakrylonitryl, poliwęglan, żywica fenolowo-formaldehydowa) do modyfikacji paku węglowego, w tym ustalenie optymalnych parametrów sporządzania jednorodnych kompozycji,
- oznaczenia parametrów karbonizacji i dostosowania metody wyznaczenia powierzchni właściwej sorbentów,
- doboru sposobu otrzymywania jednorodnych mieszanin mineralno-pakowo-polimerowych.



Stwierdzono, że najkorzystniejszymi modyfikatorami polimerowymi, stosowanymi w ilościach nie mniejszych niż 25% mas., są poli(tereftalan etylenu), poliwęglan, żywica fenolowo-formaldehydowa i poliakrylonitryl.

Oceniono metody sporządzania układów mineralno-pakowych. Ustalono, że najlepszą do otrzymania homogenicznych mieszanin, jest metoda współstrącania wodorotlenku glinu w środowisku kompozycji pakowo-polimerowych. Ustalono proporcje składników mineralnego i węglowego w celu uzyskania sorbentów o właściwościach hydrofobowych i rozwiniętej powierzchni właściwej.

Przyjęta w pracy metodyka badań i narzędzia badawcze, w obszarze właściwości termicznych, reologicznych i fizykochemicznych układów pakowo-polimerowych, są prawidłowe i zapewniają odpowiednią ocenę badanych kompozycji.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Badanie przydatności kompozycji pakowo-polimerowych, z wykorzystaniem dużej grupy polimerów, jako nowej generacji sorbentów węglowych a także zastosowanie ich w sorbentach mineralno-węglowych jest nowym kierunkiem, mającym aspekty poznawczy i stosowany.

Przyjęte do wykonania zadania umożliwiają w sposób całościowy realizację celu i zakresu pracy. Stosowana metodyka badawcza, stanowiska do sporządzania kompozycji i ich karbonizacji zapewniają stosowny poziom naukowy.

W trakcie realizacji zadania zbudowano kompleksowe stanowiska do sporządzania mieszanin pakowo-polimerowych oraz otrzymywania sorbentów w procesie karbonizacji z aktywacją.

Wyniki dotychczasowych badań projektu opublikowano w formie 2 artykułów oraz 3 wystąpień na konferencjach naukowych. W przygotowaniu jest 5 kolejnych prezentacji.

Uzyskane dotychczas wyniki badań (sposób otrzymywania, karboniacja, rozwinięcie powierzchni) stwarzają możliwości wykorzystania nowych sorbentów w przemyśle, np. przemyśle rafineryjnym w procesach oczyszczania ścieków.

8. Wykaz publikacji

1. W. Ciesińska, J. Zieliński, T. Brzozowska: „Thermal treatment of pitch-polymer blends”, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2008, DOI 10.1007/s10973-008-9090-3
2. W. Ciesińska, T. Brzozowska, D. Szychowski, J. Zieliński, B. Pacewska: Sorbenty mineralno-węglowe”, rozdział nr 7.2.3 w monografii „Czysta energia, produkty chemiczne i paliwa z węgla – ocena potencjału rozwojowego”, Zabrze, 2008

Planowane

1. W. Ciesińska, G. Makomaski, J. Zielinski, T. Brzozowska, B. Pacewska, D. Szychowski: „Studies on the preparation of microporous materials from the pitch-polymer compositions”, Polish Journal on Environmental Studies, zgłoszone
2. J. Zieliński, W. Ciesińska, G. Makomaski, T. Brzozowska: „Badania właściwości termicznych paku węglowego i kompozycji pakowo-polimerowych metodą różnicowej kalorymetrii skaningowej DSC”, Karbo



3. D. Szychowski, B. Pacewska i inni: Próba otrzymania sorbentów mineralno-węglowych z zastosowaniem wodorotlenku glinu i paku jako nośnika pirolizatu węglowego”, Przemysł Chemiczny
4. W. Ciesińska: „Wpływ poli(tereftalanu etylenu) na termoreologiczne właściwości paku węglowego”, Przemysł Chemiczny

9. Inne formy upowszechnienia wyników

1. W. Ciesińska, J. Zieliński, T. Brzozowska: „Studies of properties of pitch-polymer compositions”, The International Conference on Coal Science and technology, 2007, Nottingham (Wielka Brytania), 28-31.08.2007r.
2. W. Ciesińska, T. Brzozowska, J. Zieliński: “Modyfikacja paku węglowego polimerami”, Advance in Petroleum and Gas Industry and Petrochemistry”, Lwów (Ukraina), 11-14.09.2007r.
3. W. Ciesińska, G. Makomaski, J. Zielinski, T. Brzozowska, B. Pacewska, D. Szychowski: „Studies on the preparation of microporous materials from the pitch-polymer compositions”, 6th International Conference on Catalysis and Adsorption in Fuels Processing and Environmental Protection, 2008, Szklarska Poręba, 17-20.09.2008, s. 7

Planowane

1. W. Ciesińska, T. Brzozowska, J. Zieliński, G. Makomaski, D. Szychowski, B. Pacewska: „Badania wpływu poliestrów na właściwości paku węglowego”, VI Kongres Technologii Chemicznej, Warszawa



Informacja
o realizacji zadania badawczego w ramach
projektu badawczego zamawianego Nr PBZ-MEiN-2/2/2006
pt.: „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”

1. Numer zadania: IV.8

2. Tytuł zadania: Badania mikronizacji węgla kamiennego dla otrzymywania formowanych adsorbentów do magazynowania metanu i wodoru

3. Kierownik zadania: dr inż. Aleksander Sobolewski

4. Termin rozpoczęcia/zakończenia zadania: 01.05.2007-31.12.2009

5. Cel i zakres zadania:

Celem zadania było wyselekcjonowanie polskiego węgla kamiennego odpowiedniego jako prekursora do wytworzenia formowanych adsorbentów węglowych, wybranie odpowiednich lepiszczy, przygotowanie mieszanek węgiel-lepiszcze, zbadanie ich reologii a następnie wytworzenie formowanych monolitów węglowo-lepiszczowych oraz badanie wpływu warunków procesowych karbonizacji i aktywacji na pojemność sorpcyjną względem wodoru i metanu.

Obecnie został już wyselekcjonowany węgiel i lepiszcza, zbadane zostały właściwości fizykochemiczne prekursora oraz termoreologia lepiszczy i mieszanek węgiel lepiszcze. Odpowiednio zaprojektowana i wykonana forma umożliwiła wytworzenie granul z mieszanek węgiel-lepiszcza. Granule zostały poddane karbonizacji i aktywacji w różnych warunkach i zostały określone ich parametry mechaniczne i sorpcyjne. Wybrane próbki zostały przekazane do laboratorium prof. Czepirskiego w celu wyznaczenia wysokociśnieniowych izoterm adsorpcji gazów w ramach kolejnego zadania prowadzonego w PBZ „Chemia perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla”. Zadanie jest realizowane zgodnie z harmonogramem. W roku 2009 planuje się kontynuację badań nad badanie wpływu warunków procesowych karbonizacji i aktywacji na pojemność sorpcyjną względem wodoru i metanu.

6. Opis wykonanych badań naukowych oraz uzyskanych wyników

Wyselekcjonowano węgiel typu 34.1 z KWK Marcel jako najlepiej nadający się polski węgiel kamienny do wytworzenia formowanych adsorbentów o zwiększonej pojemności sorpcyjnej względem wodoru i metanu. W akredytowanym Laboratorium Karbochemii Instytutu Chemicznej Przeróbki Węgla określono jego parametry fizykochemiczne.

Dokonano czterech mieleń wybranego węgla i zbadano rozkład uziarnienia uzyskanych pyłów węglowych za pomocą laserowego analizatora wielkości cząstek firmy MALVERN. Porównując uzyskane rozkłady z obliczonym idealnym (rozkład Fullera) rozkładem wybrano sposób mielenia zapewniający maksymalne upakowanie cząstek prekursora węglowego. Jako lepiszcza wybrano smołę termopreparowaną i żywicę fenolowo-formaldehydową typu rezol. Za pomocą wiskozymetru firmy HAAKE zbadano właściwości termoreologiczne lepiszczy i mieszanek węgiel-lepiszcza.

Zaprojektowano i wykonano prasę to wytwarzania granul z mieszanek-węgiel lepiszcze. Przeprowadzono badania wpływu ilości lepiszcza na właściwości mechaniczne granul i dobrano jego najodpowiedniejszą ilość mając na uwadze parametry sorpcyjne granul po karbonizacji. Dobrano parametry karbonizacji. Przeprowadzono badania wpływu czasu aktywacji na właściwości sorpcyjne (liczby jodowe) otrzymanych formowanych węgli aktywnych. Wybrane próbki zostały przekazane do



laboratorium prof. Czepirskiego w celu wyznaczenia wysokociśnieniowych izoterm adsorpcji metanu i innych gazów.

7. Osiągnięcia naukowe i zastosowania praktyczne

Prowadzone w ramach zadania badania są nowatorskie jeśli chodzi o selekcję najodpowiedniejszego sposobu mikronizacji materiału węglowego. Użycie jako prekursora do wytwarzania adsorbentów polskiego węgla kamiennego stanowi dobre rozwinięcie bazy zastowań rodzimych złóż kopalni. Ocena sposobu wytwarzania formowanych adsorbentów węglowych i ocena ich przydatności do przechowywania gazów będzie możliwa dopiero po uzyskaniu pierwszych wyników z wysokociśnieniowej adsorpcji gazów. Gdyby wyniki okazały się interesujące istnieje możliwość wdrożenia technologii do produkcji formowanych adsorbentów np. do przechowywania metanu w zbiornikach samochodów osobowych i dostawczych.

8. Wykaz publikacji

Wstępne wyniki zostały zaprezentowane na IX Śląskim Seminarium Ochrony Środowiska w czerwcu 2008 w Bytomiu.

9. Inne formy upowszechnienia wyników

Konferencja „Materiały Węglowe i Kompozyty” Ustroń grudzień 2008, Carbon 2009, Biarritz czerwiec 2009.