

**Alma Mater Studiorum - Università di  
Bologna**

SCUOLA DI SCIENZE

Dipartimento di Chimica Industriale "Toso Montanari"

Corso di Laurea Magistrale in

**Chimica Industriale**

Classe LM-71 - Scienze e Tecnologie della Chimica Industriale

Analisi sperimentale della dispersione di liquidi  
immiscibili in un reattore agitato tramite tecniche  
ottiche

Tesi di laurea sperimentale

**CANDIDATO**

Rodolfo Lucchi

**RELATORE**

Chiar.ma Prof.ssa Giuseppina Montante

**CORRELATORE**

Prof. Alessandro Paglianti

---

**Anno Accademico 2017-2018**

---

## **Abstract**

Il presente lavoro di tesi ha come obiettivo la caratterizzazione locale della dispersione di due liquidi immiscibili in un reattore agitato meccanicamente di geometria standard. A tal fine, sono state effettuate sia misure del campo di moto turbolento delle due fasi tramite Velocimetria a Immagini di Particelle (*Particle Image Velocimetry*, PIV), sia misure di distribuzione dimensionale delle gocce (*Droplet size Distribution*, DSD) tramite granulometria laser.

La dispersione di gasolio e di due oli siliconici di diversa viscosità in acqua è stata caratterizzata a differenti velocità di agitazione, tutte corrispondenti alla dispersione completa delle gocce, utilizzando due diverse frazioni volumetriche della fase dispersa, pari a 0,05% e 0,1%.

Dopo avere messo a punto le procedure sperimentali necessarie per effettuare misure affidabili e indentificato il campo di applicabilità delle due tecniche di misura, i dati raccolti sono stati analizzati per identificare l'effetto delle condizioni di agitazione sulla DSD. Le misure di diametro medio delle gocce sono state utilizzate inoltre per interpretare le misure di velocità di acqua e olio effettuate su un piano verticale diametrale del reattore. I campi di moto misurati hanno consentito di valutare l'influenza della fase dispersa sulla velocità media e fluttuante della fase continua e l'influenza delle proprietà fisiche e della frazione volumetrica della fase dispersa sulle velocità nel reattore al variare della velocità di agitazione.

## **Abstract**

The aim of this work is the local characterization of the dispersion of two immiscible liquids in a mechanically stirred tank of standard geometry. To this end, the turbulent flow field of the two phases was measured by Particle Image Velocimetry (PIV) and the Droplet size Distribution (DSD) was obtained by laser granulometry.

The dispersion of diesel oil and of two silicone oils of different viscosity in water has been characterized at different agitation speeds, all corresponding to the complete dispersion of the droplets, using two different volume fractions of the dispersed phase, equal to 0.05% and 0.1 %.

After the development of the experimental procedures for obtaining reliable measurements and the identification of the range of applicability of the two measurement techniques, the collected data were analyzed to identify the effect of the agitation conditions on the DSD. The measurements of the droplet average diameter were also used to understand the water and oil velocity measurements on a vertical plane of the stirred tank. By the measured flow fields, the influence of the dispersed phase on the mean and fluctuating velocity of the continuous phase is assessed and the influence of the physical properties and of the volumetric fraction of the dispersed phase on the stirred tank fluid dynamics as a function of the impeller speed is observed.

## INDICE

<b>Introduzione</b>	<b>5</b>
<b>1 La miscelazione in reattori agitati</b>	<b>8</b>
1.1 Regime di moto in reattori agitati meccanicamente	9
1.2 Tipologie di agitatori	11
1.3 Parametri caratteristici	13
1.4 Sistemi di due liquidi immiscibili	14
1.4.1 Distribuzione dimensionale delle gocce	15
1.4.2 Relazioni tra DSD e altri parametri	17
<b>2 Tecniche di misura e strumentazione</b>	<b>19</b>
2.1 Tecnica PIV	19
2.1.1 Principi di funzionamento della PIV in sistemi monofase	19
2.1.2 Principio di funzionamento e classificazione dei laser	21
2.1.3 Le Telecamere	23
2.1.4 Le particelle traccianti	25
2.1.5 Algoritmo di cross correlazione	27
2.1.6 Acquisizione ed elaborazione dei dati PIV	28
2.2 Principi di funzionamento della PIV in sistemi bifase	29
2.3 Granulometro laser	30
2.3.1 Componenti Spraytec	31
2.3.2 Campionatore	32
2.3.3 Misure Spraytec e parametri ottenibili	32
2.4 Geometria del reattore agitato	34
2.5 Sistemi liquido-liquido studiati	35
<b>3 Metodologie per la messa a punto delle tecniche sperimentali</b>	<b>37</b>
3.1 Procedura per l'acquisizione dei dati PIV in sistema monofase	37
3.1.1 Degasamento del sistema	37
3.1.2 Inseminazione del liquido con il tracciante	38
3.1.3 Intervallo di tempo tra due fotogrammi	39
3.1.4 Numero di immagini acquisite	40
3.2 Misure PIV sistemi liquido-liquido	41
3.2.1 Iniezione	41
3.2.2 Stato stazionario	42

<b>3.3 Misure PIV bifase con due telecamere</b>	<b>42</b>
<b>3.4 Misure PIV bifase con una telecamera</b>	<b>43</b>
<b>3.4.1 Analisi statistica</b>	<b>43</b>
<b>3.5 Procedura per l'acquisizione dei dati con il granulometro laser</b>	<b>48</b>
<b>3.5.1 Bianco</b>	<b>49</b>
<b>3.5.2 Tempo misure</b>	<b>49</b>
<b>3.5.3 Prove effettuate per individuare una procedura di misura di DSD</b>	<b>49</b>
<b>3.5.4 Metodo di campionamento</b>	<b>54</b>
<b>3.5.5 Influenza della girante del campionatore</b>	<b>55</b>
<b>4 Risultati e discussione</b>	<b>61</b>
<b>4.1 Risultati DSD</b>	<b>61</b>
<b>4.2 Dimensioni del <math>D_{10}</math>: confronto tra le gocce di gasolio e il tracciante</b>	<b>63</b>
<b>4.3 Risultati PIV monofase acqua: campo di moto sul piano di misura e fluttuazioni</b>	<b>65</b>
<b>4.4 Risultati PIV bifase: studio sistemi acqua-gasolio</b>	<b>68</b>
<b>4.5 Misure PIV Gasolio, oil1 e oil2</b>	<b>79</b>

## Introduzione

I sistemi formati da due liquidi immiscibili sono presenti in più ambiti, sia naturali che industriali.

Il termine sistema liquido-liquido immiscibile si riferisce a due liquidi reciprocamente insolubili, che vanno a formare fasi differenti. Quella avente una frazione volumetrica maggiore è detta fase continua (o *matrix phase*), mentre l'altra è detta fase dispersa (o *drop phase*) (Leng e Calabrese, 2004).

Reattori agitati contenenti più liquidi immiscibili sono largamente utilizzati dall'industria chimica, farmaceutica, alimentare, polimerica e petrolifera. Esempi di questi sistemi possono essere emulsioni acqua-olio nella produzione alimentare o gocce di monomero nei processi di polimerizzazione in emulsione.

Lo studio dei parametri che influenzano la miscelazione di liquidi immiscibili presenta notevoli difficoltà, a causa della presenza e dell'interazione di svariati fenomeni come la rottura e la coalescenza delle gocce, le condizioni di moto turbolento, la dispersione delle gocce che presenta disuniformità spaziali anche in relazione alla distribuzione dimensionale di gocce (*Drop-size-distribution*, DSD) e l'influenza della composizione del sistema su tutti questi parametri (Leng e Calabrese, 2004). L'interazione fluidodinamica tra le due fasi è fondamentale per spiegare le caratteristiche di tali emulsioni, ma, a causa della complessità dei fenomeni presenti in questi sistemi, è ben lontana da essere completamente chiara.

Vari aspetti globali di questi sistemi sono stati studiati, come la velocità minima di agitazione necessaria per portare ad una completa dispersione delle due fasi (Armenante e Huang, 1992), l'influenza di varie turbine sui fenomeni di dispersione (Zhou e Kresta, 1998a, Zhou and Kresta, 1998b) o la dissipazione di energia cinetica turbolenta in un reattore agitato (Zhou e Kresta, 1998a, Zhou and Kresta, 1998b).

Lo sviluppo di tecniche di diagnostica ottica, come l'Anemometria Laser-Doppler (*Laser doppler anemometry* - LDA), la Fluorescenza indotta da laser (*Planar Laser-Induced fluorescence* PLIF) e la Velocimetria a Immagini di Particelle (*particle image velocimetry* PIV), ha contribuito fortemente alla comprensione delle caratteristiche fluidodinamiche dei reattori

agitati, tuttavia la misurazione delle variabili turbolente che caratterizzano il moto risulta alquanto complessa (Alcamo et al., 2005).

I risultati ottenuti da queste tecniche di misura non intrusive supportano spesso le simulazioni, che utilizzano i metodi della fluidodinamica computazionale ( *computational fluid dynamics* CFD), per identificare i modelli che possano riprodurre con accuratezza il comportamento reale delle dispersioni liquido-liquido in sistemi agitati.

Nel presente lavoro di tesi il campo di moto medio e le fluttuazioni di velocità associate alla turbolenza del sistema sono stati studiati con la PIV, mentre misure della DSD sono state effettuate con un granulometro laser.

Tali tecniche ottiche, da quanto è stato riscontrato in letteratura, non sono mai state applicate contemporaneamente su sistemi liquido-liquido.

Con la tecnica PIV, Kumara et al (2010) hanno studiato le velocità di un flusso stratificato in un sistema acqua-olio. Svensson e Rasmuson (2006) hanno investigato l'effetto della frazione volumetrica di fase dispersa sulle strutture dei flussi in sistemi liquido-liquido. Inoltre, sono stati calcolati strutture turbolente in campi di moto istantanei per le due fasi in sistemi diluiti (Liu et al, 2012). Ad oggi, la tecnica PIV, è sempre più utilizzata come validazione sperimentale delle simulazioni CFD (Mahdi Saeedipour et al.,2019; Tang et al, 2018).

Per quanto riguarda misure della DSD in questi sistemi, sono stati investigati i meccanismi di rottura e coalescenza (Tsouris and Tavlarides, 1994) e le relazioni che legano parametri come la velocità di agitazione, la viscosità della fase dispersa e l'energia cinetica turbolenta alla dimensione del diametro medio e alla DSD (Calabrese et al., 1986a, 1986b; Wang e Calabrese, 1986; Zhou e Kresta, 1998, El-Hamouz et al, 2009). Tuttavia, la ricerca di modelli che predicano le dimensioni delle gocce in sistemi liquido-liquido, è tutt'ora oggetto di studio, visti i molteplici fenomeni che influenzano la DSD. Anche in questo caso, molta parte della ricerca sperimentale è utilizzata per validare modelli da adottati nelle simulazioni CFD (Zhou et al, 2018).

L'obiettivo del presente lavoro di tesi è stato quello di mettere a punto una procedura che sia adeguata per misure locali di parametri fisici come il campo di moto medio e le fluttuazioni di velocità associate alla turbolenza in un sistema diluito acqua-olio, utilizzando la PIV, e misure

della DSD con un granulometro laser sullo stesso sistema. Con l'utilizzo sullo stesso sistema delle due tecniche in contemporanea, si potranno ottenere dati utili per la comprensione dei meccanismi di rottura e coalescenza delle gocce di olio indotti dalla fluidodinamica del sistema e di come questa sia allo stesso tempo influenzata dalla fase dispersa.

## **1 La miscelazione in reattori agitati**

La miscelazione di due liquidi immiscibili è una specifica applicazione della agitazione meccanica, che rappresenta una delle operazioni unitarie di più largo impiego nell'industria chimica e processo. L'obiettivo di questa operazione è quello di ridurre al minimo il grado di disomogeneità delle varie proprietà caratteristiche del sistema trattato, così da ottenere i migliori risultati in termini di produttività ed efficienza del processo. Le disomogeneità principali possono essere di concentrazione di reagenti, di più fasi differenti, o semplicemente di temperatura all'interno di reattore.

Il processo di miscelazione può, inoltre, influire su fattori fondamentali in un sistema reagente, come lo scambio di materia e lo scambio di calore, che hanno un grande impatto sulla velocità, sul tempo e sulla produttività del processo.

Tipicamente, nell'industria chimica, la miscelazione è ottenuta tramite agitazione meccanica, attraverso opportuni agitatori, che permettono il movimento del materiale contenuto all'interno del recipiente agitato. L'apparato principalmente utilizzato per la miscelazione di una o più fasi liquide, con gas o solidi dispersi, è tipicamente formato da un recipiente cilindrico, spesso con il fondo bombato, da un dispositivo per l'agitazione, da condotti adibiti all'uscita e all'entrata di materia, da eventuali apparati necessari allo scambio termico e da setti frangivortice. Questi ultimi, sono elementi piatti, di norma a forma di parallelepipedo allungato nella direzione di sviluppo dell'altezza del reattore, ancorati direttamente alla parete del recipiente, con una larghezza pari a 1/10 o 1/12 del diametro del reattore. Senza di essi, il movimento del liquido agitato segue traiettorie circolari, formando un vortice centrale, tanto più grande con la velocità della girante, che rende questi sistemi poco efficaci.

Per ottimizzare la miscelazione di processi differenti, sono state studiate numerose geometrie del reattore e dei sistemi di agitazione. Lo scopo comune è quello di garantire almeno una delle seguenti caratteristiche fluidodinamiche:

- la presenza di un moto convettivo che impedisca la formazione di zone stagnanti all'interno del sistema da miscelare;
- la presenza di zone ad elevato sforzo di taglio.

## 1.1 Regime di moto in reattori agitati meccanicamente

Il regime di moto nel reattore è influenzato, oltre che dalla sua geometria, anche dalla velocità della girante e dalla proprietà fisiche del fluido da miscelare.

Generalmente, per fluidi aventi viscosità medio-bassa alle tipiche velocità di agitazione utilizzate il regime di moto è turbolento. In questa condizione, ogni elemento di fluido presenta cambiamenti caotici e non deterministici delle grandezze fisiche associate al sistema, che variano nel tempo e nello spazio. Questa condizione è caratterizzata dalla presenza di vortici.

Quando invece il regime di moto è laminare, il campo di moto di ogni elemento di fluido è regolare, senza la presenza di vortici. Per identificare il regime di moto viene utilizzato il numero di Reynolds, ottenuto dal rapporto tra le forze inerziali e quelle viscosi, che per un reattore agitato è dato dalla seguente relazione:

$$Re = \frac{\rho ND^2}{\mu} \quad (1.1)$$

dove  $\rho$ ,  $N$ ,  $D$  e  $\mu$  rappresentano rispettivamente la densità del fluido, la velocità di rotazione della girante, il diametro della girante e la viscosità del fluido.

Tipicamente, il moto in un reattore agitato è turbolento nel pressi della girante, dove viene impressa sul fluido lo sforzo di taglio da quest'ultima, mentre può calcare drasticamente allontanandosi dalla girante del reattore. Per i numeri di Reynolds inferiori a 10, il moto è laminare mentre, il regime di moto è pienamente turbolento per numeri di Reynolds superiori a  $10^4$ . Il flusso è detto transitorio tra questi due regimi.

In condizioni di completa turbolenza, le forze viscosi diventano irrilevanti rispetto a quelle inerziali, il campo di moto medio scala con la velocità caratteristica dell'agitatore ( $V_{tip}$ ), e il coefficiente di attrito, indice della resistenza fluidodinamica di un corpo in movimento in un fluido, diventa indipendente dal numero di Reynolds, (Kresta e Brodkey, 2004).

L'efficienza di un'operazione di miscelazione è molto più elevata in regime turbolento. Le fluttuazioni di velocità indotte nel fluido in queste condizioni, infatti, hanno la capacità di trasportare una quantità (scalare o vettoriale) molto rapidamente, aumentando notevolmente la capacità di diffusione rispetto a quella solo molecolare.

La descrizione del moto turbolento e il calcolo del relativo campo di velocità in un sistema agitato risultano operazioni complesse.

Nel 1922, Richardson propose un modello a cascata di energia per spiegare lo scenario evolutivo della turbolenza, secondo cui l'energia, a partire da condizioni fluidodinamiche instabili, viene trasferita dalle grandi strutture vorticosi, che hanno dimensioni caratteristiche dipendenti dall'apparecchiatura con cui viene fornita l'energia, verso vortici di dimensioni sempre minore, che ne causano la dissipazione. Ciò avviene quando l'energia cinetica è contenuta in vortici aventi una dimensione tale che le forze viscosi presenti nel fluido siano in grado di dissiparla in calore. Una trattazione quantitativa del fenomeno è data dalle equazioni di Navier-Stokes, che descrivono il comportamento di un fluido dal punto di vista macroscopico. Esse formalizzano matematicamente per un fluido il principio di conservazione della massa (equazione di continuità) e il primo principio della dinamica (bilancio della quantità di moto)

La soluzione analitica delle equazioni di Navier-Stokes è possibile solo in casi molto semplici. Per problemi più complessi, come quelli di interesse industriale, possono essere risolte solo per via numerica. Tuttavia, anche l'approccio numerico, per la soluzione delle equazioni istantanee, richiede una risoluzione spaziale e temporale troppo elevata, che scala con il numero di Re. Sono utilizzate dunque, grandezze non più grandezze istantanee, ma mediate in un certo intervallo temporale. Per un campo di moto stazionario, tale media può essere effettuata su una serie di campi istantanei in tempi successivi.

Il campo di moto istantaneo in un punto del sistema può, quindi, essere descritto da una componente media e da una fluttuante della velocità, secondo la decomposizione di Reynolds:

$$\mathbf{v}(\mathbf{x}, t) = \overline{\mathbf{v}(\mathbf{x})} + \mathbf{v}'(\mathbf{x}, t) \quad (1.2)$$

Dove  $\mathbf{v}(\mathbf{x}, t)$  è il vettore di velocità istantanea,  $\overline{\mathbf{v}(\mathbf{x})}$  è la velocità media e  $\mathbf{v}'(\mathbf{x}, t)$  è la parte fluttuante istantanea. Inserendo la velocità istantanea così descritta nelle equazioni di Navier-Stokes, assumendo che le strutture fluidodinamiche in un flusso turbolento siano statisticamente isotrope e che le caratteristiche delle piccole scale siano indipendenti dal sistema, si ottiene che

la grandezze caratteristiche delle scale dissipative dipendenti esclusivamente dalla viscosità cinematica  $\mu$  e dalla potenza dissipata  $\varepsilon$  :

$$\eta = \left(\frac{\mu^3}{\varepsilon}\right)^{0.25} \quad u_n = (\mu\varepsilon)^{0.25} \quad t_n = \left(\frac{\mu}{\varepsilon}\right)^{0.25} \quad (1.3)$$

dove  $\eta$  è la lunghezza caratteristica dei vortici dissipativi di Kolmogorov;  $u_n$  la velocità caratteristica e  $t_n$  il tempo caratteristico (Kresta e Brodkey, 2004).

## 1.2 Tipologie di agitatori

Il campo di moto e la qualità della miscelazione in un reattore agitato sono fortemente influenzati dal tipo di agitatore impiegato, oltre che dalla geometria del reattore. Sono stati messi a punto nel corso degli anni una grande varietà di agitatori meccanici, con lo scopo di rendere il più efficiente possibile l'operazione di miscelazione e quindi migliorare l'economicità dei processi.

Una prima classificazione divide gli agitatori in due categorie:

- Agitatori veloci
- Agitatori lenti.

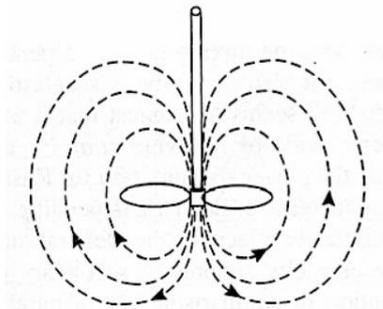
Tale distinzione è effettuata considerando le dimensioni della girante relative a quelle del reattore e le velocità di normale utilizzo.

**Agitatori veloci**: tipicamente utilizzati per il mescolamento di liquidi a viscosità medio-bassa, sono caratterizzati da un rapporto tra il diametro dell'agitatore (D) e il diametro del reattore (T) compreso tra 0.2 e 0.5. Affinché si raggiunga un buon grado di miscelazione in tutto il sistema, è necessario lavorare a velocità di agitazione relativamente alte. L'energia totale fornita dall'agitatore al liquido può essere trasferita sia per produrre forte turbolenza all'interno del reattore, sia per favorire processi detti *shear-sensitive*, nei quali è necessaria una grande forza di taglio per generare elevati gradienti di velocità, per disperdere di una o più fasi in un mezzo; sia per massimizzare la circolazione del fluido, favorendo i processi detti *flow-sensitive*, come le operazioni di scambio di calore, miscelazione di liquidi miscibili o sospensione di solidi.

Gli agitatori veloci sono a loro volta classificati in base al campo di moto generato:

- agitatori a flusso assiale;
- agitatori a flusso radiale;
- agitatori ad alto sforzo di taglio.

agitatori a flusso assiale: il flusso generato è essenzialmente assiale, mostrato in Figura 1.1, con formazione di correnti parallele all'albero della girante; questi agitatori sono principalmente impiegati in processi di miscelazione di liquidi miscibili, di sospensione dei solidi e di scambio di calore. Un Classico esempio di agitatore assiale è dato dalle turbine Hydrofoil; agitatori assiali a profilo ottimizzato, applicati in tutti quei campi in cui è necessario un flusso assiale a basso sforzo di taglio (possiedono quindi alta efficienza per il mescolamento di liquidi e la sospensione di solidi). Questi agitatori sono formati da tre o quattro pale affusolate con un profilo aerodinamico di inclinazione variabile lungo l'asse delle pale; ciò permette una maggiore uniformità della velocità del fluido nella sezione di scarico dell'agitatore, un minor consumo di energia e una buona capacità di pompaggio per unità di potenza.



**Figura 1.1: esempio Linee di flusso indotto da una girante assiale- “downpumping”, (Paul E.L., et al., 2004)**

agitatori a flusso radiale: il flusso generato da questi tipi di agitatori, mostrato in Figura 1.2, tralasciando la componente tangenziale, è essenzialmente radiale; essi vengono utilizzati in tutti quei processi in cui è necessaria un'elevata turbolenza, in particolare in prossimità dell'agitatore. Un classico esempio di agitatore radiale è la turbina Rushton che nella versione standard ha sei pale piatte di lunghezza, larghezza e diametro del disco rispettivamente pari 1/4, 1/5 e 3/4 del diametro dell'agitatore. Recenti sviluppi hanno portato alla costruzione di agitatori a pale concave, utilizzati soprattutto in applicazioni gas-liquido, poiché offrono una migliore capacità di dispersione del gas, e quindi possono trattare, senza che si instaurino fenomeni di

ingolfamento, a maggiore portata di gas rispetto alle normali turbine Rushton. Si inseriscono in questa categoria anche gli agitatori ad alto shear, particolari turbine che lavorano ad alta velocità di rotazione e sono solitamente utilizzate per l'aggiunta di una seconda fase in processi di frantumazione, di dispersione di pigmenti e di creazioni di emulsioni. Presentano una bassa capacità di pompaggio e per questo motivo vengono spesso accoppiati ad agitatori assiali per garantire buon grado di miscelamento.

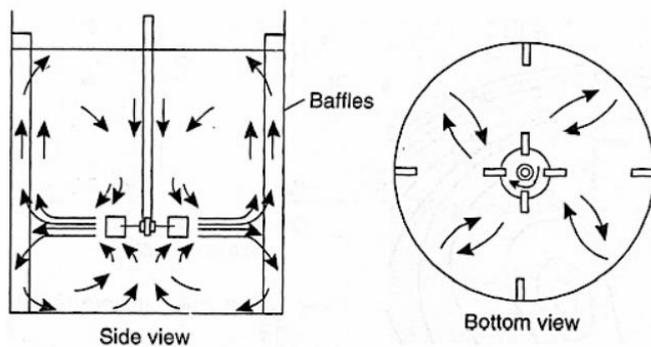


Figura 1.2: esempio di campo di moto indotto da giranti radiali in presenza di setti frangivortice, (Paul E.L., et al., 2004)

**Agitatori lenti:** caratterizzati da un rapporto tra il diametro della turbina e il diametro del reattore prossimo all'unità, hanno la funzione di rimescolare lentamente il contenuto dell'apparato e assicurare soprattutto il ricambio del fluido che si trova vicino alla parete; vengono quindi generalmente impiegati con fluidi molto viscosi, newtoniani o non newtoniani. È possibile distinguere agitatori tangenziali puri, tipici sono quelli ad ancora o a gabbia, e agitatori a elica, che forniscono al fluido un particolare moto dall'alto verso il basso in grado di favorire il mescolamento.

### 1.3 Parametri caratteristici

Considerando un reattore agitato che tratta un flusso monofase, è possibile caratterizzare il campo di moto all'interno dell'apparecchiatura attraverso la definizione di tre parametri adimensionali dipendenti dalle caratteristiche fisiche del fluido trattato e dal tipo di agitatore. Oltre al numero di Reynolds rotazionale ( $Re$ ) già riportato nel capitolo 1.1 vi sono:

- il numero di Potenza ( $N_P$ ), che caratterizza il consumo di energia dell'agitatore ed è definito dall'equazione (Eq. 1.4) riportata in seguito:

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad (1.4)$$

dove P,  $\rho$ , N e D rappresentano rispettivamente la potenza trasferita dall'agitatore al fluido, la densità del fluido, la velocità di agitazione e il diametro dell'agitatore. Tuttavia si valuta che la potenza effettiva da fornire all'albero della girante sia maggiore, in quanto il sistema è sempre interessato da dissipazione per attrito;

- il numero di Pompaggio ( $N_q$ ), proporzionale alla portata volumetrica trattata dall'agitatore. Esso che indica il grado di ricircolo presente nel reattore ed è definito dall'equazione (1.5):

$$N_q = \frac{Q}{ND^3} \quad (1.5)$$

con Q, N e D che rappresentano rispettivamente la portata volumetrica trattata dalla turbina, la velocità di agitazione ed il diametro dell'agitatore. Se il processo di miscelazione di un fluido avviene all'interno di un reattore dotato di setti frangivortice in condizione monofasiche, il numero di potenza e il numero di pompaggio dipendono esclusivamente dal numero di Reynolds;

- la velocità al bordo della girante ( $V_{tip}$ ), calcolata attraverso l'Equazione (1.6), è definita come la velocità massima che può raggiungere un elemento di fluido del sistema sottoposto ad agitazione e corrisponde alla velocità tangenziale sull'estremità della girante:

$$V_{tip} = \pi ND \quad (1.6)$$

con N è il numero di giri al secondo dell'albero e D diametro della girante.

#### **1.4 Sistemi di due liquidi immiscibili**

La miscelazione di sistemi in cui è presente più di una fase presenta notevoli complessità, a causa dell'interazione tra le fasi.

Nel caso di sistemi liquido-liquido, la velocità di agitazione, insieme alla geometria del reattore, determinano la fluidodinamica, che influenza fortemente la rottura, la coalescenza e la dispersione delle gocce formate dalla fase dispersa. Oltre che dalle caratteristiche fluidodinamiche la dispersione della fase dispersa è, ovviamente, influenzata anche dalle proprietà fisiche delle due fasi: densità ( $\rho$ ), viscosità ( $\mu$ ) e tensione interfacciale tra le due fasi ( $\sigma$ ).

La rottura delle gocce avviene prevalentemente in seguito alle deformazioni subite, a causa degli sforzi di taglio indotti dal fluido circostante. Le forze che si oppongono a tali deformazioni sono quelle di superficie, dipendenti dalla tensione interfacciale, e le forze interne alla goccia, dette viscosive, mentre sforzi di taglio sono generati dai gradienti di velocità fluido. Anche l'impatto con le pareti e le pale dell'agitatore possono comportare rottura delle gocce.

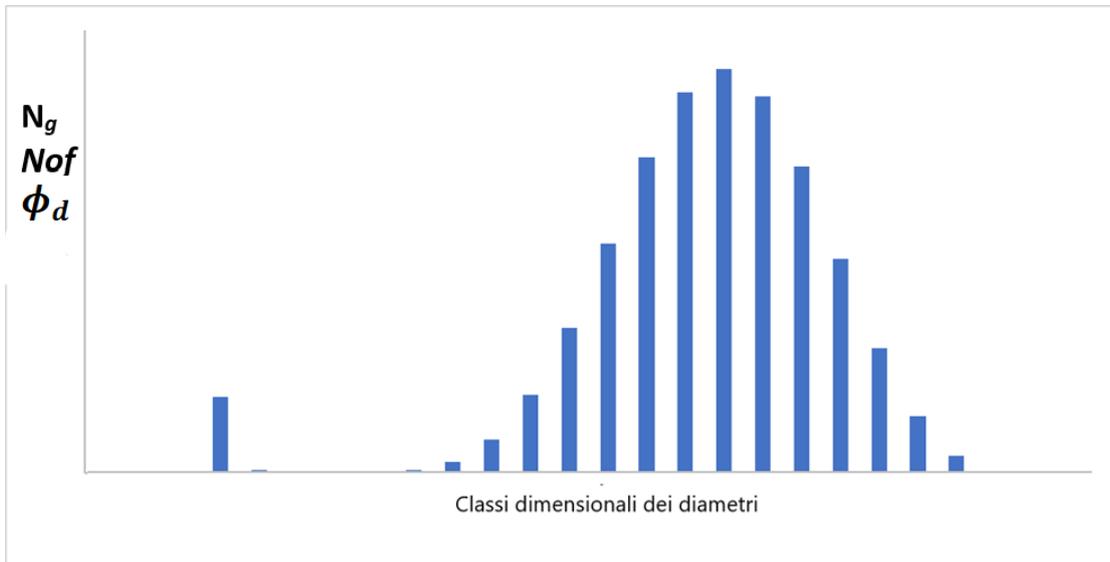
La coalescenza avviene, invece, quando due gocce collidono per poi unirsi. Tale fenomeno dipende, quindi, dalla frequenza con cui le gocce si incontrano e successivamente dal tempo di contatto. Non è detto, infatti, che il solo incontro di due gocce comporti la coalescenza, poiché è necessario che il film che le separa raggiunga almeno uno spessore di circa 50 angstrom. Se questo spessore, dipendente dal tempo di contatto, non viene raggiunto, le gocce non coalescono. Questo fenomeno è fortemente influenzato dalla tensione interfacciale, dalla velocità di agitazione e dalla frazione volumetrica della fase dispersa (Leng e Calabrese, 2004).

#### **1.4.1 Distribuzione dimensionale delle gocce**

Rottura e coalescenza sono responsabili della distribuzione dimensionale delle gocce (DSD). Tale distribuzione è generalmente rappresentata con un istogramma, (Figura 1.3), in cui ogni classe dimensionale è rappresentativa di un intervallo di diametri delle gocce. L'altezza delle classi può essere rappresentata in vari modi:

- con il numero di gocce ( $N_g$ ) per ogni classe di diametri;
- con il numero di frequenza (*Number of frequency – Nof*), ossia il rapporto tra il numero di gocce per ogni intervallo di diametri e il numero di gocce totali nel sistema, compreso quindi tra 0 e 1;

- con  $\phi_d$ , ossia il rapporto tra il volume occupato dalle gocce, appartenenti ad una classe dimensionale, e il volume totale di fase dispersa.



**Figura 1.3: esempio qualitativo di una distribuzione dimensionale di diametri (DSD)**

Nota la distribuzione dimensionale delle gocce, in sistemi liquido-liquido, è possibile determinare la velocità di risalita delle gocce, la superficie di scambio disponibile per il trasferimento di materia e di calore, la velocità di coalescenza, (Mugele e Evans, 1951).

Uno tra i parametri più utilizzati, ricavabile dalla DSD, è l'area superficiale della fase dispersa. Essa è direttamente correlata al diametro medio di Sauter ( $D_{32}$ ), che si esprime come il rapporto tra il terzo momento e il secondo momento della DSD:

$$D_{32} = \frac{\sum_i^m n_i d_i^3}{\sum_i^m n_i d_i^2} \quad (1.7)$$

Dove  $m$  è il numero di classi dimensionali della DSD,  $n_i$  il numero di gocce per la classe dimensionale  $i$ -esima e  $d_i$  il diametro della classe dimensionale  $i$ -esima. Questa espressione del diametro pesa, infatti, il volume delle gocce per la loro superficie, fornendo un'indicazione sull'area superficiale della fase dispersa, collegata alla frazione volumetrica ( $\phi$ ) e al  $D_{32}$  secondo la seguente relazione:

$$D_{32} = \frac{\phi}{a_v} \quad (1.8)$$

Dove  $a_v$  è l'area interfacciale totale per unità di volume tra le due fasi e  $\phi$  il rapporto tra il volume della fase dispersa e quello della fase continua.

L'intervallo delle classi dimensionali, poiché derivante da fenomeni di rottura e coalescenza, è fortemente influenzato dalle proprietà fisiche delle fasi, dalla potenza fornita al sistema, dalla velocità di agitazione e dalla velocità di dissipazione di energia cinetica turbolenta nel reattore agitato (Zhou & Kresta, 1998).

#### 1.4.2 Relazioni tra DSD e altri parametri

I meccanismi alla base della formazione delle gocce, possono essere interpretati facendo riferimento agli studi effettuati da Kolmogorov (1948) e Hinze (1955), secondo cui la dimensione finale delle gocce è dato da un bilancio tra forze distruttive e coesive.

Lo sforzo di taglio ( $\tau_c$ ), impresso dai vortici presenti nella fase continua, che determina la rottura delle gocce, è dato dalla seguente relazione:

$$\tau_c = \rho_c \varepsilon^{2/3} d^{2/3} \quad (1.9)$$

Dove  $\rho_c$  è la densità della fase continua,  $\varepsilon$  la potenza dissipata e  $d$  il diametro della goccia.

Le forze coesive dovute alla tensione interfacciale e alla viscosità delle gocce che si oppongono alla deformazione sono date dalle seguenti relazioni:

$$\tau_s = \frac{\sigma}{d} \quad \tau_d = \mu_d \frac{\left(\frac{\tau_c}{\rho_d}\right)^{1/2}}{d} \quad (1.10 - 1.11)$$

Dove  $\tau_s$  rappresenta la forza di superficie per unità di area,  $\tau_d$  lo sforzo viscoso ottenuto dalla legge di Newton della viscosità dove la velocità caratteristica interna alla goccia è data da lo sforzo di taglio impresso dal sistema pari a  $\left(\frac{\tau_c}{\rho_d}\right)^{1/2}$ ,  $\mu_d$  e  $\rho_d$  sono rispettivamente viscosità e densità della fase dispersa (Hinze 1955).

Raggiunto l'equilibrio nel sistema, gli sforzi che comportano la rottura delle gocce devono uguagliare le forze coesive e questo avviene per un valore del diametro ( $d_{\max}$ ) sopra il quale le forze distruttive prevalgono e sotto il quale dominano le forze coesive.

Manipolando la relazione  $\tau_c = \tau_s + \tau_d$ , assumendo che  $d_{\max}$  sia proporzionale al  $D_{32}$  e che la potenza dissipata ( $\varepsilon$ ) sia proporzionale a  $N^3 D^2$ , si può ottenere una relazione che collega il  $D_{32}$

al numero di Weber ( $We$ ), che è dato dal rapporto tra le forze distruttive e coesive e dipendente dal numero di agitazione ( $N$ ):

$$\frac{D_{32}}{D} = CWe^{-\frac{3}{5}} \quad We = \frac{\rho_c N^2 D^3}{\sigma} \quad (1.12 - 1.13)$$

Dove  $C$  è una costante empirica.

Queste equazioni sono valide per un sistema diluito, dove la coalescenza sia trascurabile e la fase dispersa abbia bassa viscosità. (Chen & Middleman, 1967).

## **2 Tecniche di misura e strumentazione**

Nel seguente capitolo verranno illustrate le tecniche di misura utilizzate nel presente lavoro di tesi per studiare le caratteristiche fluidodinamiche e le distribuzioni dimensionali delle gocce (DSD) nei vari sistemi liquido-liquido studiati. Per le misure del campo di moto è stata utilizzata la PIV, mentre per lo studio dei diametri delle gocce un granulometro laser. Quest'ultima tecnica consente una migliore interpretazione dei dati ottenuti dalla PIV, che possono essere analizzati tenendo in considerazione le dimensioni delle gocce formate nel sistema in esame.

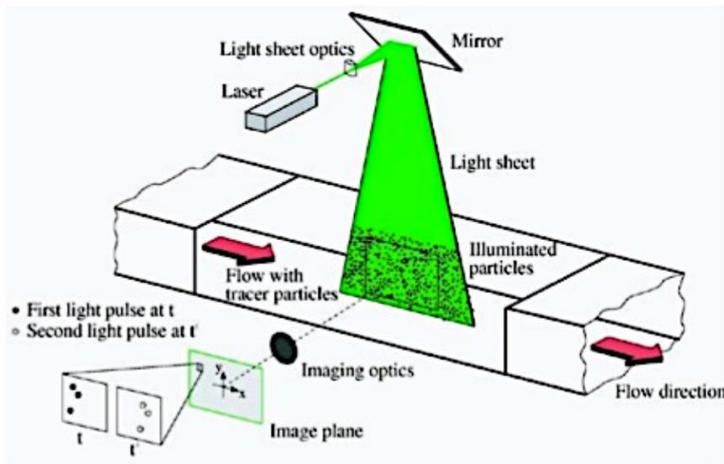
### **2.1 Tecnica PIV**

Negli ultimi trent'anni, grazie ai progressi fatti nei campi dell'ottica, dell'informatica, dell'elettronica e dei sistemi di acquisizione video e di immagini, è stata sviluppata in maniera sempre più sofisticata la tecnica PIV, diventata uno degli strumenti migliori per la visualizzazione qualitativa di flussi e la misura quantitativa di complessi campi di velocità istantanei (Raffel et al, 1998). A differenza di altre tecniche come l'anemometria a filo caldo, che impiegano sonde intrusive, la PIV, poiché basata su metodi ottici, non interagisce con il sistema studiato (tecnica non invasiva). Essa inoltre, al contrario di altre tecniche che misurano grandezze fisiche in punti distinti, come la tecnica LDA, fornisce la misura di un campo di moto su un piano, rendendo possibile l'individuazione di strutture vorticosi e lo studio di moti non stazionari.

La qualità dell'elaborazione e dell'analisi dei dati ha avuto un notevole progresso. Attraverso l'uso di telecamere digitali ad alta definizione di ultima generazione, che hanno portato ad un miglioramento delle immagini ottenute, e lo sviluppo di programmi di elaborazione ed analisi delle immagini, è stato possibile ottenere risultati sempre più accurati. La messa a fuoco delle telecamere sul piano di misura risulta riproducibile. Tuttavia, risulta critico, per la ripetibilità delle misure, il posizionamento delle telecamere e della sorgente di illuminazione ad alta potenza (Laser), il quale definisce la porzione del sistema sottoposta ad analisi.

#### **2.1.1 Principi di funzionamento della PIV in sistemi monofase**

L'apparato sperimentale, utilizzato per l'acquisizione dei dati attraverso la PIV, è costituito da più parti interagenti tra loro con il fine di ottenere misure di velocità su un piano. Uno schema della strumentazione e del principio di misura è mostrato nella Figura 2.1.



**Figura 2.1: rappresentazione di un sistema PIV (Raffel et al, 1998)**

La strumentazione è costituita da:

- Una sorgente di illuminazione pulsata ad alta potenza (laser);
- Un sistema ottico costituito da lenti cilindriche che trasformano il raggio del laser in una lama di luce;
- Un tracciante, con cui inseminare il fluido in esame in grado di seguire fedelmente il campo di moto di questo senza modificarlo e che interagisca con la luce proveniente dal laser, così da essere rilevato dalle telecamere digitali. Ciò comporta che il tracciante deve avere una densità prossima a quella del fluido e una dimensione ridotta. Deve, inoltre, essere chimicamente inerte per il sistema in esame, non tossico, non corrosivo, non abrasivo e possibilmente poco costoso;
- Una o più telecamere digitali ad alta definizione e ad alta velocità;
- Un acquirettore/elaboratore di immagini che sincronizzi laser e telecamere;
- Un software di elaborazione di immagini adeguato.

Il principio di funzionamento della PIV si basa sul rilevamento degli spostamenti delle particelle di tracciante che seguono il moto della regione di fluido che si vuole caratterizzare. La lama di luce prodotta dal laser illumina le particelle di tracciante nella regione interessata in due istanti successivi posti a una distanza temporale impostata (quindi nota). Sincronizzata con gli impulsi di luce laser, la telecamera, posta ortogonalmente rispetto alla lama di luce; immortalata in rapida successione sul frame 1 la posizione delle particelle all'istante del primo impulso di luce ( $t$ ) e la posizione delle particelle all'istante del secondo impulso sul frame 2( $t'$ ) L'ordine di grandezza dell'intervallo temporale tra i due istanti successivi ( $t$  e  $t'$ ) è dell'ordine dei centesimi di secondo, variabile a seconda delle velocità caratteristiche del sistema.

Per l'analisi, ogni immagine viene suddivisa in più aree, dette aree di interrogazione (IA), entro le quali si assume che la velocità dello spostamento compiuto dalle singole particelle sia costante. Tale spostamento nel tempo, che intercorre tra le due immagini, è determinato da un software che provvede, attraverso un algoritmo di cross-correlazione, a quantificarlo tramite l'analisi delle coppie di immagini acquisite. La velocità puntuale è quindi ottenuta dal rapporto tra lo spazio percorso dalla particella e il tempo intercorso tra l'acquisizione delle due immagini ( $\Delta t = t' - t$ ) (DynamicStudio v3.20 User's Guide, 2011).

Grazie all'acquisizione di molte immagini e alla loro elaborazione è possibile risalire alla componente di velocità media e fluttuante su un piano di misura. Si riescono ad ottenere, dunque, misure di campi di moto bidimensionali con buoni livelli di dettaglio, sia spaziali (dipendenti dalla risoluzione della telecamera e dalla sua posizione rispetto al piano illuminato), che temporali (dipendenti dalla capacità e velocità di acquisizione delle immagini)

### **2.1.2 Principio di funzionamento e classificazione dei laser**

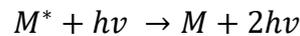
Il laser, acronimo di Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation, è un dispositivo utilizzato per ottenere fasci di radiazioni elettromagnetiche monocromatiche, le cui caratteristiche principali devono essere un'elevata irradianza concentrata in un'area molto piccola, una coerenza temporale e spaziale, ovvero la capacità di mantenere la stessa fase nel tempo e la stessa differenza di fase tra punti distinti di una sezione trasversale del fascio. Le regioni di lunghezza d'onda ricoperte dalle varie tipologie di laser variano dall'infrarosso a l'ultravioletto, passando per la regione del visibile. La luce laser è perciò caratterizzata da alta potenza e forte direzionalità.

Il processo usuale di emissione delle radiazioni luminose è dovuto principalmente a un ritorno spontaneo di un elettrone al suo livello energetico stabile da un livello più alto in cui esso è venuto a trovarsi. In questa transizione quantica può essere emesso un fotone la cui energia è pari alla differenza ( $\Delta E$ ) tra i livelli energetici coinvolti, la cui frequenza ( $\nu$ ) è pari a  $\Delta E/h$ , con  $h$  costante di Planck.



Dove  $M^*$  rappresenta la specie eccitata,  $M$  la specie stabile e  $h\nu$  l'energia del fotone emesso. I fotoni emessi in questi atti spontanei d'irraggiamento non sono però correlati tra loro: la radiazione emessa è intrinsecamente incoerente (Atkins e De Paula, 2006), quindi inadatta per formare fasci di luce laser. La transizione dal livello più alto al livello fondamentale può però avvenire, oltre che spontaneamente, per emissione stimolata. Le sorgenti laser funzionano sfruttando questo tipo di emissione. Ciò accade se l'elettrone che si trova al livello superiore

interagisce con un fotone avente frequenza  $\nu$ ; in questo caso l'elettrone, dopo l'interazione, torna al livello energetico più basso e emette un fotone coerente con quello che ha stimolato l'emissione, vale a dire avente la stessa frequenza  $\nu$ , la stessa fase iniziale e la stessa direzione di propagazione.

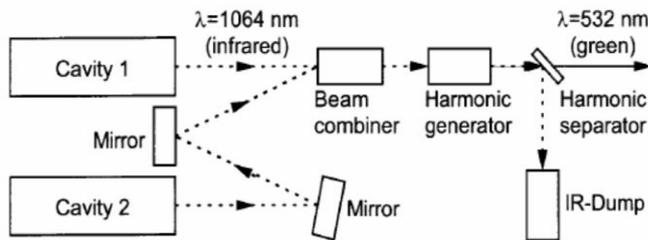


In condizioni di equilibrio termodinamico la popolazione elettronica dello stato eccitato è però molto minore di quella dello stazionario. Diventa quindi necessario che gli elettroni vengano prima eccitati con una sorgente energetica esterna (pompaggio), in modo che i fotoni incontrino un più grande numero di elettroni a livelli più alti e sia quindi favorita l'emissione di altri fotoni coerenti con quelli incidenti. L'amplificazione della luce è poi ottenuta mediante successive riflessioni dei fotoni in una cavità risonante, costituita essenzialmente da due specchi paralleli posti alle estremità dello strumento, di cui uno totalmente e l'altro parzialmente riflettente. Durante il percorso fra uno specchio e l'altro i fotoni colpiscono altri atomi eccitati che a loro volta emettono altri fotoni caratterizzati dalla medesima frequenza e fase di quelli già presenti: il tutto genera una radiazione monocromatica coerente e di alta intensità. Grazie allo specchio semi-argentato infine, parte della radiazione è fatta filtrare all'esterno rendendola disponibile per l'uso. Un dispositivo laser è quindi composto da tre componenti principali:

- 1** il materiale attivo, costituito dagli atomi responsabili dell'emissione dei fotoni;
- 2** il sistema di pompaggio, la sorgente esterna che eccita gli atomi del materiale attivo mediante energia elettromagnetica o chimica;
- 3** il sistema ottico, che amplifica e rende disponibile la luce laser.

I laser vengono classificati, a seconda della natura del materiale attivo utilizzato, in laser a stato solido, a gas, a semiconduttore, a liquido, ad elettroni liberi. Nelle applicazioni PIV si utilizzano laser allo stato solido. La tecnica PIV richiede illuminazione solo nel momento in cui le telecamere acquisiscono le immagini, rendendo necessario l'utilizzo di laser pulsati. fra questi i più utilizzati sono quelli a doppia cavità. Essi infatti permettono, a differenza di quelli a singola cavità, una doppia pulsazione senza restrizioni riguardo al tempo che intercorre tra le due pulsazioni in serie. Questo concede grande libertà nello scegliere l'intervallo tra gli impulsi, senza avere variazioni della quantità di energia emessa per ogni impulso (Raffel et al., 1998). Nel presente lavoro di tesi, le misure sono state eseguite utilizzando un laser Nd:YAG LITRON, che emette con frequenza massima pari a 15 Hz: il mezzo attivo è un cristallo YAG (Ittrio-Alluminio-Granato) drogato con neodimio (Nd) in cui il fascio di luce è generato da ioni  $\text{Nd}^{3+}$ , incorporati nei cristalli YAG. L'Nd:YAG possiede un'alta amplificazione, buone proprietà

termiche e meccaniche e può essere pompato otticamente con luce bianca attraverso l'uso di una lampada stroboscopica o con diodi laser. Lo schema di funzionamento del laser a doppia cavità utilizzato in questo lavoro per le acquisizioni PIV è mostrato in Figura 2.2.



**Figura 2.2: Laser a doppia cavità per PIV (DynamicStudio v3.20 User's Guide, 2011)**

I laser YAG emettono una luce di lunghezza d'onda di 1064 nm (IR): nelle applicazioni PIV, tuttavia, questa lunghezza d'onda non è utilizzabile, vista la maggiore sensibilità delle telecamere allo spettro blu-verde. Si utilizza quindi un generatore armonico che porta la luce laser nel visibile dimezzando la sua lunghezza d'onda a 532 nm. Tale processo non è molto efficiente e la frazione di IR rimasta viene eliminata, prima di essere resa disponibile per l'applicazione, utilizzando un separatore armonico. Il laser impiegato nel seguente lavoro è mostrato in Figura 2.3.

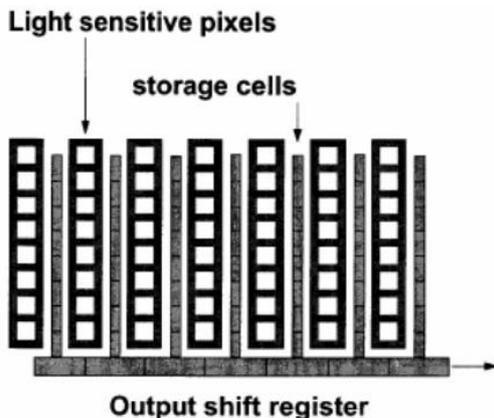


**Figura 2.3: Laser Nd:YAG Litron utilizzato nel presente lavoro di tesi.**

### 2.1.3 Le Telecamere

Strumento fondamentale per l'acquisizione dei dati PIV è la telecamera, che deve registrare la posizione delle particelle di tracciante nei due istanti successivi di tempo ( $t-t'$ ), permettendo, in seguito alla successiva elaborazione delle immagini, di determinare il vettore spostamento associato ai due istanti. I dispositivi maggiormente impiegati, utilizzati anche in questo lavoro di tesi, sono telecamere digitali dotate di un dispositivo ad accoppiamento di carica (Charged Coupled Device, CCD). Il CCD è un componente elettronico composto da materiali semiconduttori fotosensibili, capaci di accumulare una carica elettrica proporzionale

all'intensità della radiazione elettromagnetica che li colpisce. Questi elementi semiconduttori, detti pixel, vanno a formare una riga o una griglia e sono accoppiati in modo che ognuno di essi, sollecitato da un impulso elettrico, possa trasferire la propria carica a un altro elemento adiacente. I fotoni che colpiscono i pixel vengono poi convertiti in segnale elettrico, il cui voltaggio viene codificato in una scala di colori in base alla quale viene poi ricostruita l'immagine. Le telecamere, dotate di sensori CCD, sono utilizzate per le acquisizioni PIV in quanto permettono di registrare un segnale digitale istantaneo raffigurante la posizione delle particelle di tracciante nel moto (Raffel et al, 1998; Grant, 1997). Per poter risalire allo spostamento delle particelle, la telecamera deve poter acquisire una coppia di immagini temporalmente spaziate tra loro ( $t-t'$ ). Per permettere tutto ciò interviene il "progressive-scan-interline" (PCI) mostrato in Figura 2.4 che presenta al suo interno celle sensibili alla luce e, in egual numero, celle di deposito che non vengono esposte alla luce. Il primo impulso laser è sincronizzato in modo da impressionare il primo fotogramma che viene poi trasferito dalle celle fotosensibili alle celle di deposito in modo che al secondo impulso laser le celle fotosensibili siano di nuovo pronte per essere impressionate. Entrambi i fotogrammi vengono poi trasferiti in sequenza al sistema di acquisizione dati.



**Figura 2.4:** Schema di un sensore CCD- PCI.

Per la misura del campo di moto in sistemi monofase è utilizzata una sola telecamera, dotata di un filtro ottico, in modo da rilevare esclusivamente la posizione del tracciante in sospensione all'interno della fase liquida; per le prove in sistemi bifase vengono invece impiegate due telecamere, dotate di filtri ottici diversi, in modo che una registri solo il movimento delle particelle di tracciante della fase liquida continua, mentre l'altra rilevi unicamente le gocce. Per tutti i sistemi analizzati in questo lavoro, le telecamere utilizzate sono state HiSense MkII (Fig. 2.4) con un sensore CCD da 1344x1024 pixels e equipaggiate con un obiettivo Nikon da 50mm. In Figura 2.5 è mostrata la telecamera utilizzata per le acquisizioni attraverso la tecnica PIV



**Figura 2.5: Telecamera HiSense MkII utilizzata nel presente lavoro di tesi**

#### **2.1.4 Le particelle traccianti**

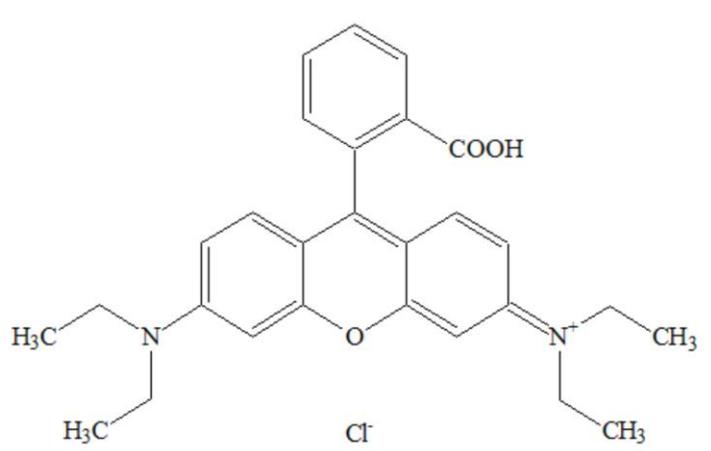
La misurazione della fase continua tramite la tecnica PIV avviene in modo indiretto, misurando la velocità delle particelle traccianti sospese nel fluido. Diventa dunque necessario che queste abbiano delle caratteristiche idonee per garantire l'affidabilità della misure. Per essere buoni traccianti le particelle devono essere sia in grado di riflettere la luce laser, che seguire il moto del fluido il più fedelmente possibile, senza però interferire con esso. In generale, il moto delle particelle sospese in un fluido dipende dalla forma della particella, dalla dimensione, dalla densità relativa al fluido e dalla concentrazione nel fluido. La forma delle particelle e la densità di esse influenzano il valore del coefficiente d'attrito (coefficiente di drag), mentre la dimensione e la densità influenzano la risposta della particella alle variazioni della velocità del fluido. Un'indicazione sulla capacità delle particelle di seguire il fluido è dato dal numero di Stokes, ottenuto dal rapporto tra i tempi caratteristici di rilassamento delle particelle e del fluido inseminato (Fangary et al., 2000). La concentrazione, invece, deve essere tale per cui vi sia una distanza media tra le particelle sufficiente, per poter trascurare interazione e urti. La capacità di riflettere la luce incidente è fondamentale affinché le particelle di tracciante siano visibili dalle telecamere. Quando un'onda piana incide su una sfera di dimensioni arbitrarie e con indice di rifrazione diverso da quello del mezzo, si genera un'onda diffusa ("scattering"). La particella diventa in tal modo una sorgente di radiazione elettromagnetica con intensità, direzione e polarizzazione diversa rispetto all'onda incidente. Questo fenomeno è descritto per particelle sferiche dalla teoria di Mie-Lorentz, secondo cui il parametro legato allo scattering ( $q$ ) dipende dal diametro delle particelle  $d_p$  e dalla lunghezza d'onda della radiazione incidente secondo la relazione seguente:

$$q = \frac{\pi d_p}{\lambda} \quad (2.1)$$

Particelle con dimensione maggiori generano quindi un'onda di scattering più intensa di quelle piccole, mentre la distribuzione della luce diffusa dalla particelle dipende dal parametro  $q$ . Per  $q > 1$  il rapporto fra luce diffusa dietro e davanti la particella è dell'ordine di 100-1000, mentre per  $q < 1$  il rapporto rimane attorno all'unità. Nella PIV è necessario avere una buona diffusione ai lati della particella per avere una buona qualità del segnale anche perpendicolarmente alla radiazione incidente. Vengono perciò utilizzate particelle di diametro compreso tra 0.1 e 50 $\mu\text{m}$  che garantiscono una buona interazione con il laser a lunghezza d'onda pari a 532nm. La scelta della tipologia di tracciante deve essere fatta considerando il fluido utilizzato e la sorgente di luce adottata, mentre la scelta della dimensione deve rispondere alla necessità di un buon segnale di input alla telecamera. Per quanto riguarda le applicazioni in fase liquida, i traccianti più comuni risultano essere:

- particelle di poliammide: forma sferica irregolare con densità pari a quella dell'acqua;
- sfere di vetro cave rivestite in argento;
- particelle polimeriche fluorescenti.

Queste ultime, vengono eccitate alla lunghezza d'onda emessa dal Laser ed emettono a lunghezza d'onda differente. Durante il corso del tirocinio sperimentale, sono state utilizzate sfere a base di polimetilmetacrilato (PMMA) rivestite di uno strato fluorescente di Rodamina-B (Figura 2.6), fornita dalla Sigma-Aldrich, che si eccita ad una lunghezza d'onda di 560nm ed emette a 584nm.



**Figura 2.6: Rodamina-B.**

### 2.1.5 Algoritmo di cross correlazione

Con la tecnica PIV è possibile determinare lo spostamento delle particelle senza seguirne direttamente il percorso. La coppia di immagini acquisita viene suddivisa in un certo numero di piccole porzioni chiamate aree di interrogazione (*Interrogation-Area, IA*) che divengono l'elemento base per il calcolo. Ogni area di interrogazione del primo fotogramma viene correlata alla corrispondente area del secondo fotogramma, in modo da stimare un vettore medio di spostamento delle particelle. Il procedimento della cross-correlazione è schematizzabile con un modello a segnale lineare digitale, mostrato in Figura 2.7.

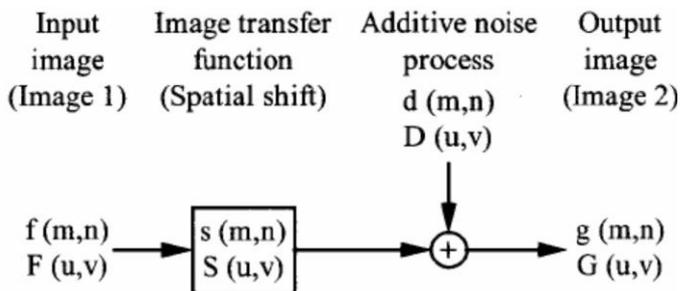


Figura 2.7: Modello di correlazione a segnale lineare

Dove la funzione  $f(m, n)$ , con  $m$  e  $n$  coordinate del sistema di riferimento, rappresenta l'intensità di luce all'interno dell'area di interrogazione registrata al tempo  $t$ , mentre la funzione  $g(m, n)$  rappresenta l'intensità di luce registrata al tempo  $t' = t + \Delta t$ . Quest'ultima, però, può essere considerata come il risultato dall'applicazione della funzione di trasferimento  $s(m, n)$  associata allo spostamento spaziale di  $f(m, n)$ , con l'aggiunta di un disturbo  $d(m, n)$ . La funzione di spostamento  $s(m, n)$  è quindi direttamente legata allo spostamento delle particelle all'interno dell'area di interrogazione ed al tempo che intercorre tra i due fotogrammi, mentre la funzione  $d(m, n)$  rappresenta il disturbo alla correlazione relativo all'ingresso e all'uscita di particelle dall'area investigata. Il compito della cross-correlazione è quello di stimare la funzione di spostamento  $s(m, n)$  sulla base dei valori misurati di  $f(m, n)$  e di  $g(m, n)$ . La funzione di cross-correlazione è data dalla relazione:

$$\phi_{fg}(m, n) = \sum_{k=-\infty}^{k=+\infty} \sum_{l=-\infty}^{l=+\infty} f(k, l)g(k + m, l + n) \quad (2.2)$$

un valore della funzione di cross-correlazione è elevato quando un gran numero di particelle trova riscontro con le corrispondenti particelle spazialmente spostate nel secondo fotogramma. In questo caso si parla di vera correlazione ("true correlation"). Si ottiene invece un basso valore

della funzione di cross-correlation nel caso in cui vi siano molte particelle che entrano o escono dall' area di interrogazione nell'intervallo di due fotogrammi. In questo caso manca la corrispondenza con la posizione iniziale o quella finale e si parla di *random correlation* o di perdita di coppie. Tale perdita di coppie, che si verifica principalmente ai margini dell'area di interrogazione, può essere limitata considerando una parziale sovrapposizione (“overlap”) tra le aree di interrogazione adiacenti: infatti, se una particella è uscita da un area di interrogazione è probabile che sia entrata nell'area di interrogazione adiacente. In questo lavoro di tesi l'elaborazione delle immagini è stata eseguita adottando il software DynamicStudio v. 3.20 operando una sovrapposizione del 50% e con una grandezza dell'area di interrogazione pari a 32x32 pixel.

### **2.1.6 Acquisizione ed elaborazione dei dati PIV**

Per la misura del campo di moto medio in regime turbolento, è necessario fare una media di valori istantanei (capitolo 1.2) su un numero adeguato di valori istantanei del campo di moto. Diventa dunque opportuno acquisire un numero di coppie di immagini ( $N_v$ ), sufficientemente elevato. viene riportata la procedura seguita per l'elaborazione delle immagini acquisite con la tecnica PIV.

- *Image mean*: calcolo dell'intensità media di tutti i pixel che compongono l'immagine;
- *Image arithmetic*: l'immagine media ottenuta viene sottratta da tutte le immagini acquisite ( $N$ ) in modo da attenuare il rumore associato al segnale
- *Cross- Correlation*: Applicata su tutte le coppie di immagini ottenute nel punto precedente, individua un vettore velocità medio, dato dal picco principale della funzione cross-correlazione, che fornisce il vettore spostamento medio per ogni area di interrogazione (IA), che, diviso per il  $\Delta t$  esistente tra ciascuna delle due immagini, fornisce il vettore velocità.
- *Peak Validation*: valuta la qualità del vettore medio restituito dalla funzione cross-correlazione attraverso il confronto del picco principale con il secondo picco; se il rapporto tra i due picchi è minore di un rapporto preimpostato, allora la correlazione è di tipo casuale e quindi il vettore verrà scartato. Nel presente lavoro si è adottato un rapporto tra i picchi pari a 1.2.
- *Range Validation*: serve ad eliminare i vettori con modulo di velocità uguale o superiore alla velocità periferica della girante ( $V_{tip}$ ). Poiché  $V_{tip} = ND\pi$ , è necessario ridefinire suo valore per misure al variare di  $N$ .
- *Vector Statistics*: restituisce la mappa vettoriale risultante dalla media delle mappe istantanee scaturite dalla “range validation”.

Alla fine di questa serie di analisi si ottiene un foglio di calcolo riassuntivo dove per ogni vettore presente sulla mappa sono riportati: Posizione in pixel e mm rispetto all'origine del sistema di riferimento, componenti della velocità media, varianza, deviazioni standard di entrambe le componenti di velocità, coefficiente di correlazione, status del vettore (0= vettore valido, 1= vettore non valido), numero di vettori validi su cui viene fatta la media in ogni determinata posizione.

La simbologia adottata è quella comunemente utilizzata nell'ambito della miscelazione:

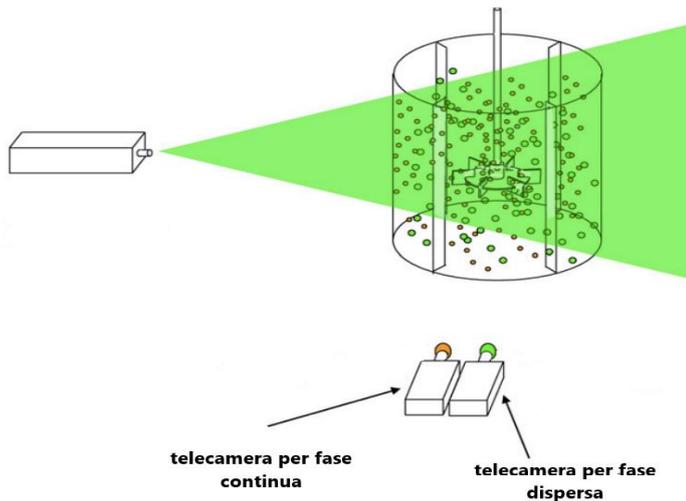
- $V$  è la componente radiale del vettore di velocità medio;
- $U$  è la componente assiale del vettore di velocità medio;
- $v'$  è la componente radiale del vettore di velocità fluttuante,
- $u'$  è la componente assiale del vettore di velocità fluttuante.

Le deviazioni standard sono collegate alle fluttuazioni di velocità, e corrispondono alla root mean square (r.m.s) delle deviazioni di velocità rispetto alla velocità media per ogni coppia di immagine correlata:

$$r. m. s. v' = \sqrt{\frac{1}{N_v} \sum_{i=1}^{N_v} v'_i{}^2} \quad (2.3)$$

## 2.2 Principi di funzionamento della PIV in sistemi bifase

La PIV può essere utilizzata per studiare un sistema contenente due fasi, come un sistema gas-liquido, solido-liquido o liquido-liquido. Il principio per l'acquisizione delle immagini e il processo di elaborazione dei dati sono analoghi a quelli descritti per i sistemi monofase. Tuttavia per ottenere misure di campi di moto per la fase continua e la fase dispersa sono necessarie due telecamere (Figura 2.8). una, dotata di un opportuno filtro ottico, registra il movimento delle particelle di tracciante della fase liquida continua; l'altra, dotata di un secondo diverso filtro ottico, rileva invece il movimento delle particelle costituenti la fase dispersa. Diventa dunque fondamentale che la radiazione luminosa riflessa o emessa dalle particelle traccianti abbia lunghezza d'onda differente da quella della fase dispersa, così da separare in ogni telecamera i rispettivi campi di moto. In questo modo ciascuna telecamera lavora in parallelo e indipendentemente dall'altra. Per queste misure, risulta ovvio che la porzione di piano inquadrato dalle due telecamere debba essere il più sovrapposto possibile, e che entrambe siano perfettamente allineate.



**Figura 2.8** Set-up per misure PIV in un sistema bifase (Montante et al., 2012)

Attraverso il software che applica l'algoritmo di cross-correlazione su ciascuna coppia di immagini acquisite dalle telecamere, è possibile ottenere contemporaneamente il campo vettoriale di velocità di entrambe le fasi.

### 2.3 Granulometro laser

Nel presente lavoro di tesi, sono state effettuate misure di distribuzione dimensionale delle gocce con una tecnica basata sulla diffrazione laser.

Una delle teorie su cui è basata questa tecnica è il modello di Fraunhofer, secondo cui il pattern di scattering generato quando un fascio laser interagisce con una particella dipende dalle sue dimensioni. In particolare, l'intensità della luce diffusa è direttamente proporzionale alle dimensioni della goccia, mentre l'ampiezza dell'angolo con cui il fascio laser viene deviato rispetto alla sua direzione è inversamente proporzionale alla dimensione. Questo modello non è però adatto a misure di particelle con diametri inferiori a 50 $\mu$ m. Più adatto, invece, è quello conosciuto come la teoria di Mie-Lorentz, già accennata nel capitolo 2.1.4. Quest'ultima è una soluzione analitica sul problema dello scattering di un'onda elettromagnetica su una particella sferica. Anche se molto accurata, in molti sistemi, tra i quali le dispersioni liquido-liquido, le gocce possono avere varie forme, ma raramente geometria sferica. Per risolvere questo problema si utilizza il metodo delle sfere equivalenti. Il diametro sferico equivalente di un oggetto di forma irregolare è il diametro di una ipotetica sfera che rappresenta una certa proprietà equivalente dell'oggetto considerato. Le proprietà possono essere scelte in base alle necessità sperimentali. Lo strumento utilizzato nel presente lavoro di tesi, utilizza il diametro rappresentante una sfera perfetta avente il volume della particella/goccia da analizzare.

La strumentazione utilizzata è un granulometro Laser uno Spraytec, prodotto dalla Malvern. Ad esso sono accoppiati una sorgente di potenza supplementare (*external power supply unit – PSU*) e un computer contenente il Software Spraytec. Oltre a queste unità, per le misure del sistema liquido-liquido oggetto di studio, è stato utilizzato un campionatore chiamato *Wet Dispersion Unit*, anch'esso prodotto dalla Malvern (*Spraytec Laser Manual*, 2007)

### 2.3.1 Componenti Spraytec

In questo capitolo verranno introdotte le componenti dello strumento Spraytec utilizzato (Figura 2.9).

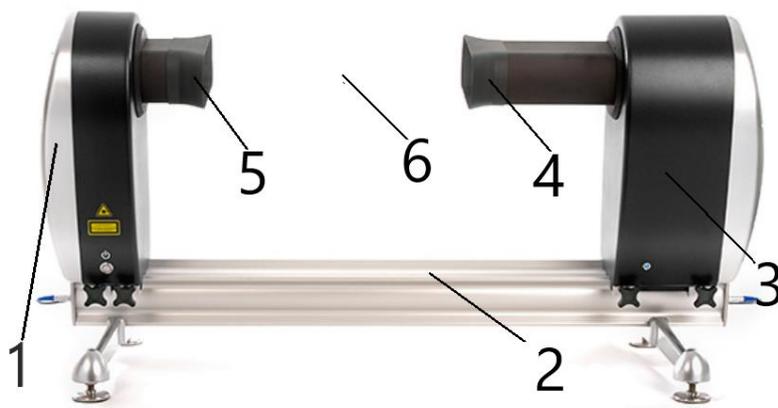


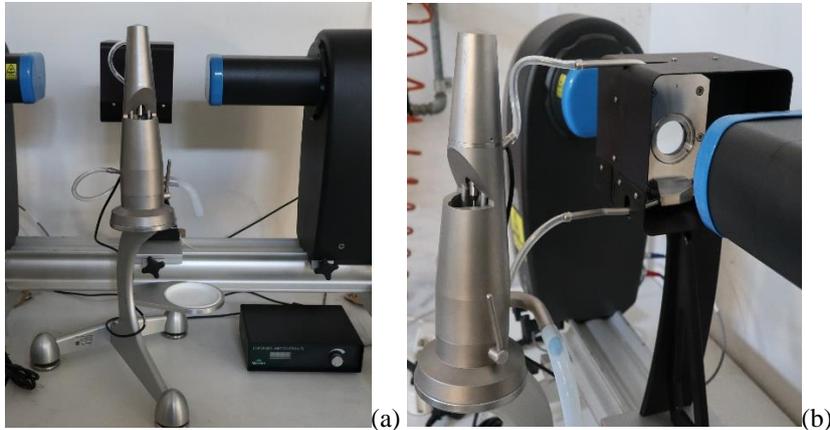
Figura 2.9: Spraytec utilizzato per misure di DSD.

Il Trasmettitore (1) contiene la sorgente di luce laser. Si tratta di un laser a Gas dove la sorgente di amplificazione è una miscela gassosa formata da Elio e Neon (Laser He-Ne), con un sistema di pompaggio indotto da una scarica elettrica. La luce laser prodotta presenta una lunghezza d'onda pari a 632.8nm, che viene collimata, attraverso le lenti (5), in un fascio di 10mm di diametro. Attraversando la zona di misura (6), il fascio di luce laser viene deviato dalle particelle e raggiunge il ricevitore (3). Questo elemento contiene un sistema di lenti (4) che focalizzano le radiazioni verso dei ricevitori a fotodiodi, che trasformano segnali ottici in elettrici, che vengono inviati al software per la loro elaborazione.

Il ricevitore ed il trasmettitore sono posti su un banco di supporto ottico (2) (*optical support bench o X-bar*), formato da una barra metallica con delle flange a forma di X che mantengono le componenti soprastanti stabili e sicure. Ricevitore e trasmettitore possono essere traslati sopra di esso con la sicurezza che rimangano allineati. Questa componente è infatti alla base dell'allineamento dello strumento.

### 2.3.2 Campionatore

Il campionatore utilizzato nel presente lavoro di tesi, in quanto il più idoneo, tra quelli messi a disposizione dalla Malvern, per lo studio di DSD in un sistema liquido-liquido è l'unità di dispersione a umido, mostrata in Figura 2.10.

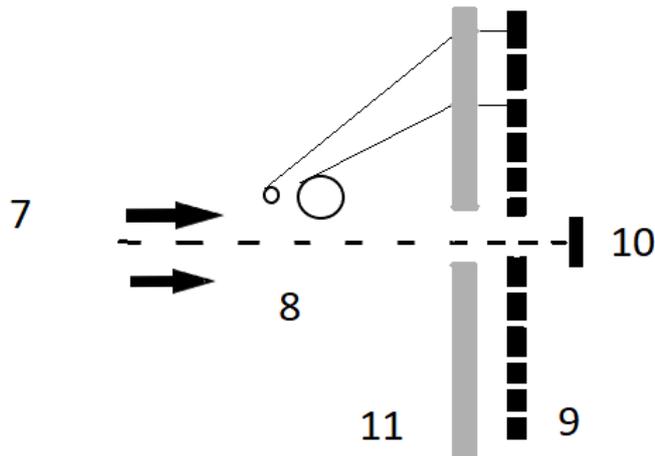


**Figura 2.10:** Unità di dispersione a umido(a), cella di misura(b).

Questo apparato è composto da un campionatore, dove viene inserito il campione (Figura 2.10 a), collegato sopra e sotto da due tubi alla cella attraversata dal fascio laser durante la misura (Figura 2.10 b). All'interno del campionatore è presente una girante che, generando un moto assiale verso il basso, spinge la miscela nel tubo sottostante. Dopo aver attraversato la cella dal basso verso l'alto, la miscela ritorna nel campionatore. La velocità di agitazione della girante, che determina la portata all'interno del sistema, si può regolare dall'unità di controllo (Figura 2.10 a, in basso a destra) e può essere impostata all'interno di un intervallo compreso tra 250 e 3500 rpm. La scelta della velocità di agitazione risulta un parametro critico per lo studio di un sistema composto da due liquidi immiscibili, in quanto può modificare il diametro delle gocce e, se troppo bassa, comportare una separazione delle due fasi.

### 2.3.3 Misure Spraytec e parametri ottenibili

Come mostrato in Figura (2.11), parte la luce Laser (7) quando entra in contatto con le gocce (8), viene diffusa, deviata sulle lenti collimanti e trasferita successivamente al *detector array* (9). Tramite una relazione che lega l'angolo della luce deviata rispetto al fascio incidente con il sistema il software risale al diametro delle gocce ed al numero di queste all'interno del campione. Utilizzando il metodo del volume delle sfere equivalenti ai diametri delle gocce misurate, lo strumento risale al volume occupato dalle gocce di ogni singola classe e quindi al volume totale di fase dispersa.



**Figura 2.11:** interazione del fascio laser proveniente dal trasmettitore con le gocce, le lenti collimanti e il *detector array*.

Parte del fascio laser, invece, non venendo deviato, passa attraverso il foro centrale del *detector array* e raggiunge il ricevitore, detto detector 0 (10). Quest'ultimo registra, quindi, la luce trasmessa, con la quale, utilizzando la legge di Lambert-Beer, il software risale alla concentrazione volumetrica presente nel campione analizzato, correlandola alle classi dimensionali di diametri  $d_i$ , con la relazione seguente:

$$C_v = \frac{-2 \ln(T)}{3b \sum \frac{Q_i \phi_{d,i}}{d_i}} \quad (2.4)$$

Dove  $C_v$  è la concentrazione volumetrica in ppm,  $T$  la trasmittanza,  $Q_i$  è il termine di estinzione di scattering per la goccia di dimensione  $i$ -esima,  $\phi_{d,i}$  il rapporto tra il volume occupato dalle gocce di diametro  $i$ -esimo e il volume totale di fase dispersa.

Attraverso queste relazioni il software fornisce come output la distribuzione dimensionale delle gocce dove ad ogni classe dimensionale di diametri corrisponde la percentuale volumetrica ( $\% \phi_d$ ). Le misure possono essere effettuate in continuo, per un tempo massimo di 60 minuti. Si ottiene in questo modo la storia delle gocce, i parametri delle quali, sono forniti in funzione del tempo, così come la trasmittanza.

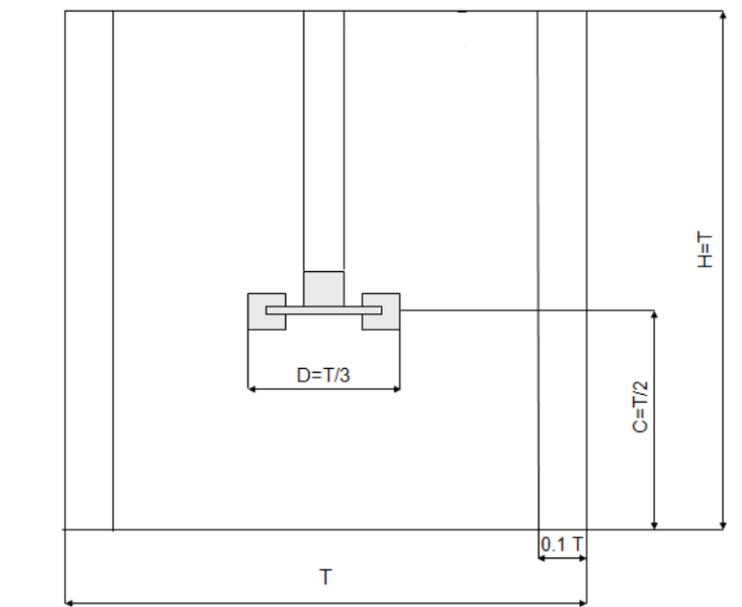
Molti dei parametri che fornisce il software per una singola misura sono ricavati dalla DSD:

- i momenti della distribuzione: (diametro medio di Sauter,  $D_{32}$ ; diametro medio volumetrico,  $D_{43}$ ; diametro medio,  $D_{10}$ );

- i percentili della distribuzione: indicati come  $D_v(n)$ , che rappresenta la dimensione volumetrica sotto la quale si trovano l'n% delle gocce.
- *Span*: utilizzato per valutare la forma della distribuzione; più è piccolo il valore dello *Span* e più è stretta la distribuzione.

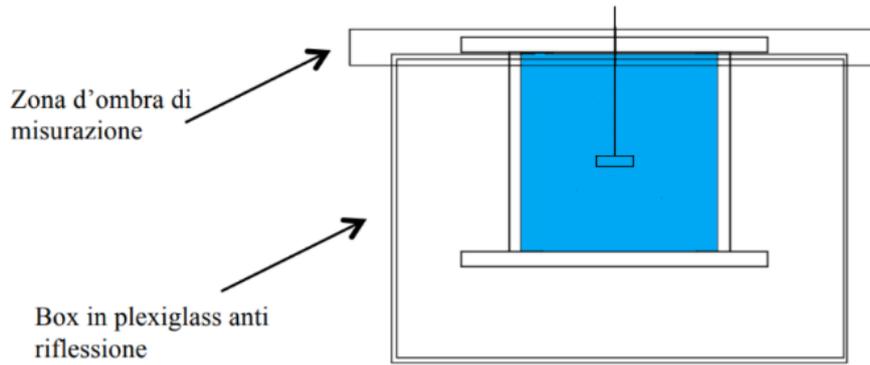
## 2.4 Geometria del reattore agitato

Nel presente lavoro di tesi è stata studiata la dispersione liquido-liquido in un reattore agitato meccanicamente di geometria cilindrica, a fondo piatto, interamente costituito di plexiglass, in modo da permettere la penetrazione al suo interno della lama di luce laser e alle telecamere di acquisire le immagini. La geometria del reattore è mostrata schematicamente in Figura 2.12.



**Figura 2.12: grandezze caratteristiche del reattore utilizzato nel presente lavoro di tesi**

Il coperchio, anch'esso in plexiglass presenta dei fori adibiti al caricamento e al prelievo di materia. Per minimizzare la rifrazione che il fascio laser subirebbe a causa delle pareti curve del reattore, quest'ultimo è fissato in un contenitore cubico, ugualmente in plexiglass, riempito con la stessa fase continua presente nel reattore (acqua demineralizzata). La parte superiore del reattore, in prossimità della flangia del coperchio, si trova al di sopra del contenitore, quindi fuori dal campo di misura come mostrato in Figura 2.13.



**Figura 2.13: schema del posizionamento del reattore**

Il reattore utilizzato è provvisto di quattro setti frangivortice equi-spaziati. Come agitatore è stata utilizzata una turbina Rushton a sei pale. Le dimensioni del reattore e della girante sono riportate nella tabella seguente (tabella 2.1) e costituiscono uno standard per lo studio dei reattori agitati.

H=altezza del reattore	232 mm
T=diametro del reattore	232mm
D=diametro della turbina	76.6mm
C=distanza della girante dal fondo del reattore	116mm
W=larghezza dei setti frangivortice	15.5mm
I=lunghezza delle pale della girante	19.2mm
S=spessore delle pale	2.65mm
P=altezza delle pale	16.35mm

**Tabella 2.1: descrizione delle dimensioni del reattore e della turbina.**

In tutto il lavoro di tesi, l'origine del sistema di riferimento utilizzato è stato preso nel centro del fondo del reattore, utilizzando un sistema di coordinate cilindriche  $(r,z,\theta)$ , dove  $r$  è la coordinata radiale,  $z$  quella assiale e  $\theta$  l'angolo rispetto al piano  $r$ - $z$  passante tra i due setti frangivortici.

## 2.5 Sistemi liquido-liquido studiati

Nel presente lavoro di tesi è stata studiata la miscelazione con tre oli differenti in acqua demineralizzata. L'obiettivo iniziale dell'attività sperimentale è stato quello di mettere a punto delle procedure sperimentali per l'utilizzo della PIV e del granulometro laser su questo tipo di sistemi. Il liquido principalmente utilizzato come fase dispersa durante il lavoro di tirocinio è stato il gasolio. Inoltre, sono stati studiati due oli siliconici, denominati oil1 e oil2. Le proprietà

fisiche dei tre liquidi sono riportate in tabella 2.2. La scelta di questa fase dispersa è stata la maggiore differenza di densità e di indice di rifrazione rispetto alla fase continua, così che le misure ottiche risultassero più significative.

Mentre la densità ( $\rho$ ) e viscosità cinematica ( $\mu_c$ ) del gasolio utilizzato sono state misurate. Per l'indice di rifrazione ( $n$ ) e la tensione interfacciale ( $\sigma$ ) in acqua, necessari rispettivamente per l'utilizzo del granulometro laser e per correlare i dati sperimentali, si è fatto riferimento alla scheda tecnica di un gasolio commerciale per  $\sigma$  e a Nita et al. (2013) per  $n$ . Per i due oli siliconici i dati sono riportati dalla scheda tecnica della casa produttrice.

	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\mu_c$ (Pa s)	$\sigma$ (dyne/cm)	$n$	$\phi$
Silicon Oil1 (T=25°C)	950	0,0019	21	1,40	0,05%
Silicon Oil2 (T=25°C)	969	0,004	21	1,40	0,05%
Diesel fluel (T=14°C)	810	0,0035	29	1,46	0,05%, 0,1%
Acqua demineralizzata	1000	0,001		1,33	

**Tabella 2.2: proprietà fisiche dei liquidi utilizzati**

### **3. Metodologie per la messa a punto delle tecniche sperimentali**

Nel presente lavoro di tesi, l'obiettivo principale è stato quello di metter a punto le tecniche sperimentali selezionate per effettuare misure su sistemi liquido-liquido descritti nel capitolo 2. In questo capitolo sono mostrati e gli esperimenti effettuati per identificare procedure affidabili per la raccolta di dati discussa nel capitolo 4.

#### **3.1 Procedura per l'acquisizione dei dati PIV in sistema monofase**

Prima di effettuare lo studio del sistema bifase liquido-liquido è stato opportuno studiare il sistema monofase per mettere a punto una procedura per effettuare la misura del campo di velocità della fase continua in assenza della fase dispersa. La misura è stata effettuata utilizzando il reattore riempito completamente con acqua demineralizzata e dopo avere effettuato un accurato posizionamento della lama di luce laser e delle telecamere. Il piano di misura studiato è descritto dalle seguenti coordinate:

- $36\text{mm} < r < 116\text{mm}$ ;
- $65\text{mm} < z < 171\text{mm}$ ;
- $\theta = 0$ .

##### **3.1.1 Degasamento del sistema**

Come già indicato nel capitolo 2, per misurare il campo di velocità e le fluttuazioni turbolente di velocità di un fluido con la tecnica PIV è necessario inseminarlo con un tracciante. Prima di procedere con l'inseminazione, è necessario ridurre al minimo ogni tipo impurezza lavando accuratamente il reattore e degasandolo. Sia le impurezze che le bolle di aria diffondono la luce verde emessa dal laser, e vengono quindi rilevate dalla fotocamera su cui è stato montato il filtro verde. Anche in assenza di tracciante, quindi, se il fluido contiene polvere o bolle la misura produce dei risultati che si riferiscono alla velocità di tali impurezze. Dunque, prima di procedere con la misura vera e propria, è necessario diminuire il più possibile la presenza di impurezze nel liquido.

Poiché si è deciso di lavorare con un sistema chiuso, in assenza di interfaccia acqua-aria, è stato necessario mettere a punto un sistema per degassare il liquido. Per farlo si è effettuato un ricircolo tra un recipiente contenente acqua degasata e il reattore, mantenuto a velocità di agitazione elevata. La procedura utilizzata è stata la seguente:

- Si riempie il reattore completamente con acqua demineralizzata. Questa operazione comporta inevitabilmente l'intrappolamento di bolle d'aria;

- Si imposta una velocità di agitazione sufficientemente grande da disperdere le bolle, strappandole dalle pareti e dal tappo del reattore;
- Si collega il reattore al recipiente da 1L, riempito con acqua degassata per riscaldamento. Il collegamento, mostrato in Figura 3.1, presenta una linea uscente dal reattore che scarica sul pelo libero del serbatoio ed una linea pescante, attraverso una pompa peristaltica dal fondo del serbatoio, dove la concentrazione di bolle è nulla;
- Mantenendo la velocità della pompa peristaltica a 600rpm, che, con i diametri dei tubi utilizzati, corrisponde ad una portata di circa 9,4ml/s, il sistema impiega circa 8 h per ottenere un livello di aria nel reattore accettabile al fine delle misure PIV;
- Si verifica infine, attraverso una misura, di non ottenere all'analisi delle immagini un numero significativo di misure valide.

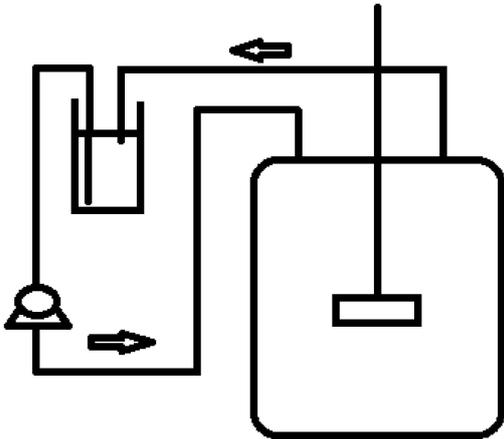


Figura 3.1: schema del sistema utilizzato per degasare il reattore.

### 3.1.2 Inseminazione del liquido con il tracciante

Degasato il reattore, si può procedere con l'inseminazione del liquido per la misura della velocità della fase continua. Si sono utilizzati due diversi tipi di tracciante: particelle di vetro cavo rivestite di argento e particelle di polimetilmetacrilato (PMMA) impregnate di rodamina. Le prime riflettono e scatterano la luce emessa dal laser, e quindi la misura va effettuata con la telecamera con il filtro verde. Il secondo tipo di particelle, grazie alle molecole di rodamina-B, che viene eccitata alla lunghezza d'onda  $\lambda = 560nm$  ed emette nel rosa  $\lambda = 584nm$ , comportando l'utilizzo di una fotocamera con il filtro rosa per effettuare la misura.

Prima di procedere con l'inseminazione è inoltre opportuno regolare l'apertura dell'obiettivo della telecamera utilizzata, tenendola più aperta possibile compatibilmente con la validazione del campo di moto misurato in una misura di prova, che deve ovviamente essere bassa. Su

questo punto vi è una netta differenza tra la telecamera con il filtro rosa e il filtro verde. Infatti, dato che la misura viene effettuata al buio e l'unica sorgente di luce nell'ambiente è verde, nella telecamera su cui è montato il filtro rosa può arrivare solo la luce emessa dalle particelle impregnate di rodamina che emettono nel rosa: le misure del bianco sono molto pulite anche con l'obiettivo molto aperto e sono state effettuate misure con l'apertura dell'obiettivo a 4. Al contrario, con le particelle di vetro rivestite d'argento è stato necessario tenere l'obiettivo molto più chiuso. Ciò è dovuto a tutte le impurezze contenute nel reattore che interagiscono con la luce verde emessa dal laser. Un buon compromesso è stato mantenuto con l'apertura dell'obiettivo pari a 22.

La procedura relativa all'inseminazione è stata effettuata nel modo seguente:

- si riempie il reattore con acqua demineralizzata;
- dopo averlo degasato, con una spatola, si preleva dal contenitore apposito il tracciante: nel caso delle particelle di PMMA impregnate di rodamina, le particelle sono bagnate da una soluzione acquosa. Diventa dunque opportuno prelevare le particelle dal fondo del contenitore;
- si trasferiscono le particelle nel reattore, mantenuto in agitazione;
- si procede effettuando un'acquisizione di un paio di immagini sul piano desiderato;
- con l'ausilio del software vengono analizzate le immagini, contando le particelle di tracciante presenti in una cella di piano corrispondente all'area di interrogazione utilizzata;
- si procede con l'aggiunta delle particelle fino a quando il numero di particelle per cella è circa a cinque;
- non essendo una procedura quantitativa, è necessario procedere con cautela nell'aggiunta del tracciante (una punta di spatola per volta), in quanto si rischia di inseminare eccessivamente il liquido.

### **3.1.3 Intervallo di tempo tra due fotogrammi**

L'intervallo temporale tra due impulsi successivi del laser,  $\Delta t$ , è necessario per calcolare la velocità istantanea di una particella di tracciante o di una goccia di fase dispersa. Esistono due differenti modi per impostare il problema. Il primo è di registrare uno spostamento di una singola particella pari a  $\frac{1}{4}$  della dell'area di interrogazione ( $L_{ia}$ ). Poiché la misura reale dell'area di interrogazione dipende dalla distanza della fotocamera dal piano studiato è necessario inserire un fattore di scala del sistema studiato ( $S$ ). Poiché la velocità delle particelle/gocce è differente nei vari punti del reattore, per calcolare il  $\Delta t$  si fa riferimento alla velocità massima all'interno del reattore, ovvero la velocità al bordo della girante,  $V_{tip}$ . Il  $\Delta t$  sarà quindi dato dalla seguente relazione:

$$\Delta t = \frac{(0.25 L_{ia} S)}{V_{tip}} \quad (3.1)$$

Essendo il campo di velocità studiato tridimensionale, la velocità delle particelle è influenzata fortemente anche dalla componente della velocità perpendicolare al piano di misura, che influisce sulla precisione della misura.  $\Delta t$  e lo spessore del fascio laser ( $z_l$ ), devono quindi essere impostati in funzione della velocità perpendicolare al piano ( $V_y$ ) in modo da rispettare la seguente disuguaglianza:

$$\frac{V_y \Delta t}{z_l} \leq 0.25 \quad (3.2)$$

Nel seguente lavoro di tesi sono stati utilizzati tali criteri (Gomez et al., 2010) per determinare il  $\Delta t$ . Seppur in linea di principio non è possibile identificare un valore di  $\Delta t$  che ottimizzi l'accuratezza della misura in tutto il volume del reattore, essendo le variazioni del campo di velocità molto significative, la strategia è quella di stimare la variazione indotta nel campo di moto al variare del  $\Delta t$ . Le variazioni minime delle velocità nel, per una velocità di agitazione pari a 450rpm, si ottengono per un  $\Delta t$  nell'intorno di 300 $\mu$ s. A partire da questo valore per misure a velocità di agitazione differente il  $\Delta t$  sarà dato dalla seguente relazione:

$$\Delta t_2 = \Delta t_1 \frac{V_{tip,1}}{V_{tip,2}} \quad (3.3)$$

### 3.1.4 Numero di immagini acquisite

Un altro parametro di fondamentale importanza è il numero delle immagini da acquisire per effettuare misure accurate della velocità media e delle fluttuazioni turbolente del liquido. Le condizioni studiate sono sempre corrispondenti ad un valore del numero di Reynolds maggiore di  $10^4$ , che corrispondono ad un regime turbolento in tutte le zone del reattore. Utilizzando la decomposizione di Reynolds, si può esprimere la velocità istantanea in un punto come la somma della componente media  $\bar{v}$  più quella fluttuante  $v'$  (equazione 1.2). Tali componenti, vengono calcolate in relazione al numero di immagini acquisite in cui vi è stata una vera correlazione ( $N_v$ ) nel modo seguente:

$$\bar{v} = \frac{\sum_{j=1}^{N_v} v_j}{N_v} \quad (3.4)$$

$$v' = \frac{\sum_{j=1}^{N_v} \sqrt{(v_j - \bar{v})^2}}{N_v} \quad (3.5)$$

Si è dunque proceduto effettuando acquisizioni a diverso numero di immagini per verificare il valore minimo di  $N_v$  tale che vi sia un'indipendenza statistica della componente media e di quella fluttuante della velocità (Gomez et Al, 2010). Le misure sono state effettuate in condizioni monofasiche, utilizzando come tracciante particelle di PMMA impregnate di Rodamina-B. L'area di interrogazione, come in tutte le misure di questo lavoro di tesi, è stata mantenuta pari a 32x32 pixels, corrispondente, data la distanza della fotocamera dal reattore, a circa 5x5mm<sup>2</sup>. La velocità di agitazione di queste misure è stata mantenuta di 450rpm, corrispondente ad un numero di Reynolds pari a 44007, e il  $\Delta t$  pari a 300us. Per avere un'indipendenza statistica del campo di moto medio dal numero di immagini sono necessarie almeno 500 immagini, con una validazione prossima al 95%. Per quanto riguarda i valori r.m.s delle fluttuazioni di velocità, ne sono necessarie almeno 1500. Nei campi scalari e vettoriali mostrati in questo lavoro di tesi, le zone del piano, che rientrano nella misura, dove, però,  $N_v$  non è sufficientemente elevato sono colorate in giallo, mentre le zone che non rientrano nel piano di misura sono colorate in bianco.

### 3.2 Misure PIV sistemi liquido-liquido

Selezionati i parametri di misura è stata messa a punto la procedura sperimentale per acquisire dati relativi a sistemi liquido-liquido immiscibili. Come fase continua è sempre stata utilizzata acqua demineralizzata, mentre come fase dispersa sono stati investigati i tre diversi oli (capitolo 2.5), con caratteristiche fisiche differenti. Per garantire l'accesso ottico, le prove sono state effettuate mantenendo una frazione volumetrica ( $\phi$ ) pari a 0,05%.

Essendo il volume del reattore di 9.81L sono stati iniettati al suo interno, una volta degasato, 5ml di olio. È bene specificare che tutte le prove sono state effettuate in assenza di pelo libero, per evitare intrappolamento di aria alle alte di velocità di agitazione necessarie per la completa dispersione dell'olio in acqua.

#### 3.2.1 Iniezione

Inizialmente l'olio è stato iniettato, facendo attenzione a non fare entrare aria all'interno del sistema, nella parte superiore del reattore, con la girante ferma. Questa modalità ha evidenziato dei problemi.

Per portare l'olio in dispersione, sono necessarie velocità di agitazione elevate. Le gocce formatesi in tali condizioni non coalescono, poiché si attaccano alle pareti del reattore ed ai setti frangi-vortice. Ciò comporta l'impossibilità di studiare il sistema a velocità di agitazione inferiori rispetto a quella utilizzata per portare l'olio in dispersione, poiché le dimensioni delle gocce sarebbe relativa a condizioni precedenti.

L'iniezione dell'olio nel sistema è stata quindi effettuata in corrispondenza della girante in movimento (circa ad un centimetro di distanza radiale), avendo cura di iniettare lentamente, così da non imprimere sforzi di taglio eccessivi sulla fase dispersa e non alterare le dimensioni delle gocce, dipendenti, quindi, solo dalla velocità di agitazione della girante. La siringa utilizzata ha un volume pari 10ml con un ago lungo 30cm.

In tal modo, per il medesimo sistema, è possibile effettuare misure a  $N$  crescente, così che le dimensioni delle gocce non risentissero delle condizioni di misura precedenti.

### **3.2.2 Stato stazionario**

Le misure sono state effettuate in condizioni di stato stazionario. Per valutare se effettivamente si trattasse o meno di tale condizione, sono state effettuate misure PIV dello stesso sistema ogni venti minuti. I campi di velocità ottenuti sono stati confrontati mediante una sottrazione vettoriale, operazione possibile con il software *DynamicStudio*. Si è ottenuto che i campi di moto misurati dopo 40 minuti dall'iniezione, non presentavano differenze apprezzabili. Il tempo atteso per effettuare ogni misura dopo l'iniezione e dopo ogni variazione di velocità di agitazione è stato dunque di 40 minuti.

### **3.3 Misure PIV bifase con due telecamere**

Le misure PIV sono state effettuate inizialmente con due fotocamere, una con il filtro rosa e l'altra con il filtro verde, con l'obiettivo di misurare simultaneamente il campo di velocità sia della fase dispersa che della fase continua. Poiché le gocce di olio scatterano la luce verde, sono state utilizzate come tracciante della fase continua particelle di polimetilmetacrilato impregnate di Rodamina-B. Il sistema è stato preparato nel seguente modo:

- preparazione del reattore, riempiendolo completamente di acqua demineralizzata e degasandolo con il metodo descritto nel capitolo 3.1.1;
- misura PIV preliminare per valutare la pulizia del fluido con entrambe le fotocamere;
- insemminazione liquido con il metodo descritto nel capitolo 3.1.2;

- scelta dell'apertura dell'obiettivo della fotocamera con il filtro verde, affinché la misura preliminare sia pulita. L'apertura dell'obiettivo di tale fotocamera con la presenza del tracciante è stata mantenuta a 32 (più chiusa possibile). Ad aperture inferiori infatti (22), nonostante la misura preliminare si fosse rivelata soddisfacente, dopo l'iniezione del tracciante la stessa apertura portava ad un misura più sporca;
- iniezione di 5ml di olio con il metodo descritto nel capitolo 3.2.1;
- attesa del tempo necessario per raggiungere lo stato stazionario;
- effettuazione della misura, acquisendo 2000 immagini con ogni fotocamera.

Tale configurazione del sistema ha però mostrato il seguente problema. Dopo l'interruzione della velocità di agitazione e la risalita delle gocce di olio è stata osservata una patina rosa oleosa in cima al reattore, mentre le particelle di PMMA avendo densità maggiore dell'acqua dovrebbero depositarsi sul fondo del reattore. Tale osservazione lascia dedurre che le particelle di tracciante in PMMA abbiano interagito con la fase dispersa. Indipendentemente dalla natura specifica dell'interazione tra olio e particelle traccianti, questo fenomeno mette in discussione l'affidabilità della misura, in quanto quello che dovrebbe essere il campo di moto misurato della fase continua, potrebbe essere influenzato dall'olio che appare contaminato dalle particelle impregnate di rodamina e viceversa.

Il piano di misura studiato è descritto dalle seguenti coordinate:

- $36\text{mm} < r < 116\text{mm}$ ;
- $65\text{mm} < z < 171\text{mm}$ ;
- $\theta = 0$ .

### **3.4 Misure PIV bifase con una telecamera**

Per semplificare il problema e avere la certezza di misurare unicamente il campo di moto della fase dispersa sono state effettuate misure PIV utilizzando una sola fotocamera; evitando, rispetto alla configurazione precedente, l'inseminazione del liquido. In seguito all'iniezione e il raggiungimento dello stato stazionario, state effettuate misure con i tre oli a disposizione. Per ogni tipo di olio sono stati effettuati tre replicati di un set di misure, entro ognuno dei quali sono stati acquisiti campi di moto a velocità di agitazione crescente. In seguito ad ogni set di misure è importante smontare il reattore per lavarlo accuratamente, a discapito di molto tempo

necessario per il suo degasamento successivo. Avendo a disposizione tre replicati per ogni prova è stata effettuata un'analisi statistica per valutare precisione e ripetibilità delle misure.

Il piano di misura studiato è descritto dalle seguenti coordinate:

- $2\text{mm} < r < 116\text{mm}$ ;
- $26\text{mm} < z < 186\text{mm}$ ;
- $\theta = 0$ .

### 3.4.1 Analisi statistica

Per ogni olio le misure sono state effettuate a velocità di agitazione crescente. Per il gasolio, per esempio, sono stati studiati i campi di moto a velocità di agitazione 400, 500 e 650rpm. Nonostante la precisione dell'inverter però, una volta selezionata la velocità di agitazione con cui effettuare la misura, è stata misurata con il tachimetro il valore velocità di agitazione prima e dopo la misura ed è stato riscontrato che il motore che aziona l'albero della girante può comportare deviazioni di  $\pm 7\text{rpm}$  rispetto alla velocità impostata inizialmente. Ciò ha comportato la necessità di uniformare i valori tra set di misure differenti. Per rendere confrontabili misure effettuate a velocità di agitazione leggermente differenti, si è operato nel modo seguente. Essendo il regime di moto del nostro sistema turbolento, è stato assunto che per le gocce di olio formate in un piccolo intervallo di velocità di agitazione il rapporto tra velocità in ogni punto del reattore e  $V_{tip}$  sia costante. Tale assunzione vale in regimi di moto turbolenti, per sistemi in cui la fase dispersa è data da particelle solide, che mantengono le stesse dimensioni al variare della velocità di agitazione. Ciò non è esattamente vero per sistemi di due liquidi immiscibili, dove le dimensioni delle gocce dipendono dalla velocità di agitazione, ma per differenze di velocità di agitazione così piccole si è trascurata questa differenza.

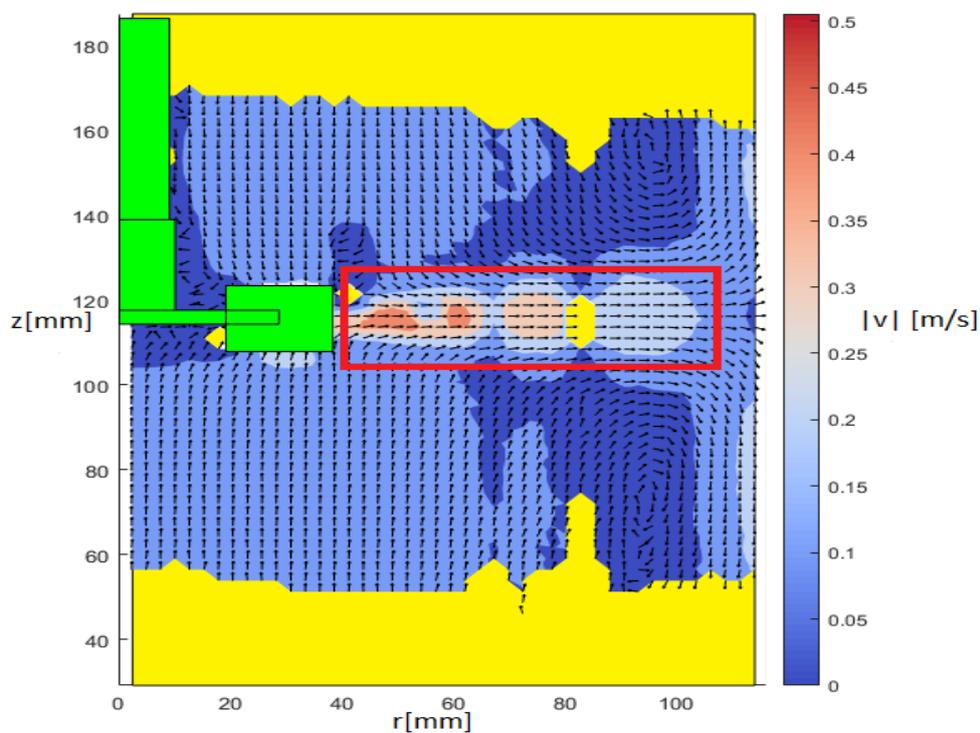
$$\overline{v_{ad,i}} = \frac{\overline{v}_i}{V_{tip}} \quad (3.6)$$

Dove  $\overline{v_{ad,i}}$  è la velocità media della coordinata i-esima adimensionalizzata e  $\overline{v}_i$  è la velocità. Operativamente, dopo ogni set di misure, è necessario smontare, pulire, montare, riempire e degassare il reattore. Nonostante la cura in queste operazioni per ogni prova il campo inquadrato dalla fotocamera cambia leggermente. Questo comporta la necessità, di manipolare ulteriormente i dati ottenuti dalla PIV. In particolare, è necessario traslare le coordinate di ogni

campo di moto, riportando ogni esperimento nel sistema di coordinate scelto (capitolo 2.4). Le coordinate di traslazione sono state quindi ricavate per ogni set di misure nel modo seguente:

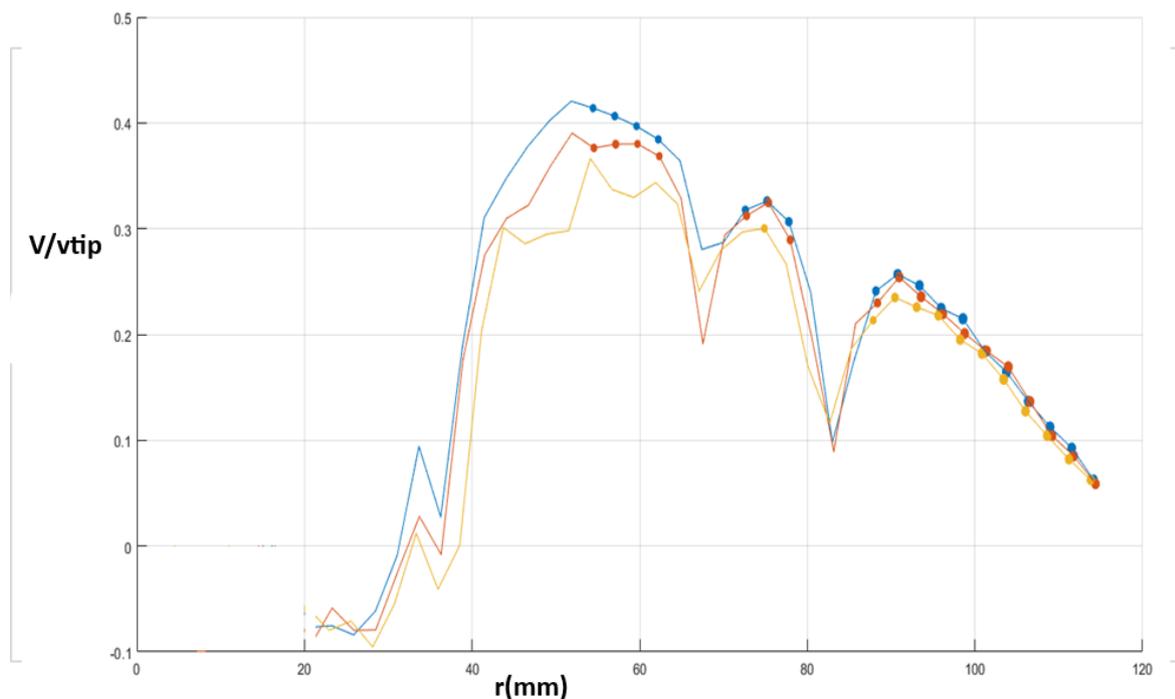
- nella foto utilizzata per la calibrazione delle misure PIV, dove l'origine sistema di riferimento non combacia con il centro del fondo del reattore, si trascrivono le coordinate  $(r_1; z_1)$  corrispondenti ad un punto noto del sistema, come lo spigolo superiore della girante;
- si calcolano, tenendo conto delle dimensioni di ogni parte del sistema (girante, pale ecc. ), le coordinate rispettive allo stesso punto, ma facendo riferimento al sistema di coordinate scelto:  $(r_{real}; z_{real})$
- si sottraggono  $(r_1 ; z_1)$  a  $(r_{real} ; z_{real})$ , ottenendo così le distanze da sottrarre a tutte le coordinate del piano di misura, riportandole dunque a quelle nel sistema di coordinate scelto.
- si applica questo procedimento ad ogni Set di misure.

Una volta riportati allo stesso sistema di coordinate, sono stati confrontati i vari campi di moto medio e i profili di velocità. Sono stati selezionati profili di velocità radiale e assiale, lungo le coordinate assiali estratti dai campi di moto della fase dispersa e della fase continua. Un esempio del campo di velocità misurato sul piano di misura è mostrato in Figura 3.2, dove si osserva il ben noto getto radiale tipico della turbina Rushton e il doppio anello di ricircolazione.



**Figura 3.2:** Esempio di campo vettoriale di velocità delle gocce in un piano verticale tra due setti frangivortice opposti e la mappa del modulo della velocità.

Nella zona del getto di scarica della girante, il numero di vettori validati è meno elevato rispetto che nella zona prossima alla parete a causa dei riflessi della pala e dell'opacità del sistema. Nell'analizzare i risultati, è quindi importante tenere conto del numero di vettori istantanei utilizzati per determinare il valore di velocità media ( $N_v$ ), che devono essere di un numero sufficiente affinché la misura sia affidabile, secondo il criterio utilizzato nel capitolo 3.14. Per identificare la coordinata radiale in corrispondenza della quale  $N_v$  è più elevato, si è utilizzato uno script in MATLAB, con cui i profili di velocità radiale sono plottati in funzione della coordinata radiale, mantenendo fissa la coordinata assiale  $z = 116\text{mm}$ , corrispondente al centro della pala. I valori di velocità sono stati marcati nelle zone dove i vettori validati sono  $\geq$  a 500 (Figura 3.3).



**Figura 3.3: Mostra profilo della componente radiale della velocità lungo il raggio, in corrispondenza di  $z=116\text{mm}$ .**

Scelta la coordinata radiale in cui i vettori validati sono più elevati, sono stati studiati vari profili di velocità lungo le coordinate assiali fissando la coordinata radiale scelta. I profili di velocità, visto il funzionamento della PIV, sono ottenuti da valori discreti di velocità istantanee per precise coordinate. Disponendo di tre profili di velocità sia assiali che radiali per ogni velocità di agitazione, è stata effettuata un'analisi statistica per valutare la precisione delle

misure effettuate sui campi di moto delle gocce di olio. è stata calcolata la deviazione standard per ogni coordinata j nel modo seguente:

$$\sigma_j = \sqrt{\frac{\sum_i^N (\bar{v}_{ij} - \bar{\bar{v}}_j)^2}{N_m - 1}} \quad (3.7)$$

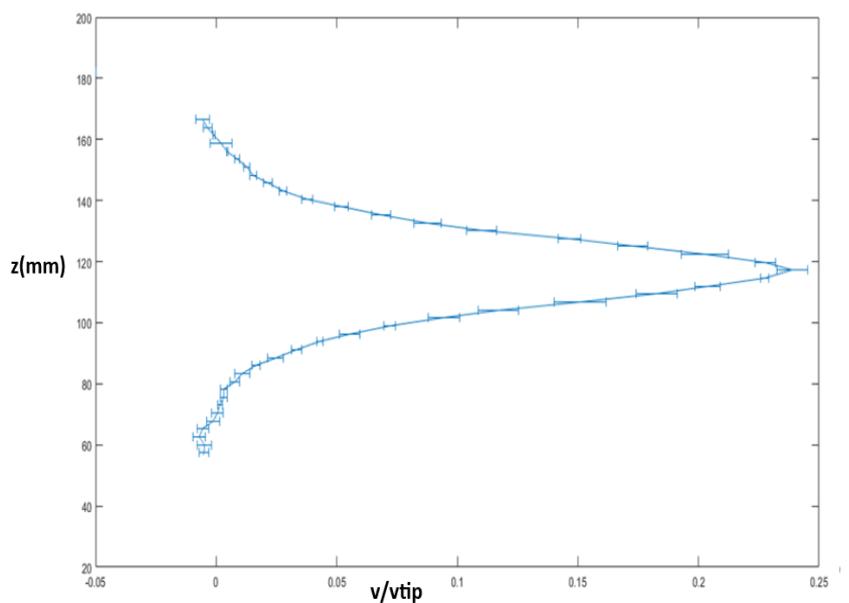
$\bar{v}_{ij}$ = vettore di velocità media radiale o assiale, diviso per  $V_{tip}$ , di per una precisa coordinata j, di una misura i-esima.

$\bar{\bar{v}}_j$ = vettore di velocità medio radiale o assiale di una precisa coordinata, risultante dalle 3 misure effettuate alla medesima velocità:

$$\bar{\bar{v}}_j = \frac{1}{N_m} \sum_{i=1}^{N_m} \bar{v}_{ij} \quad (3.8)$$

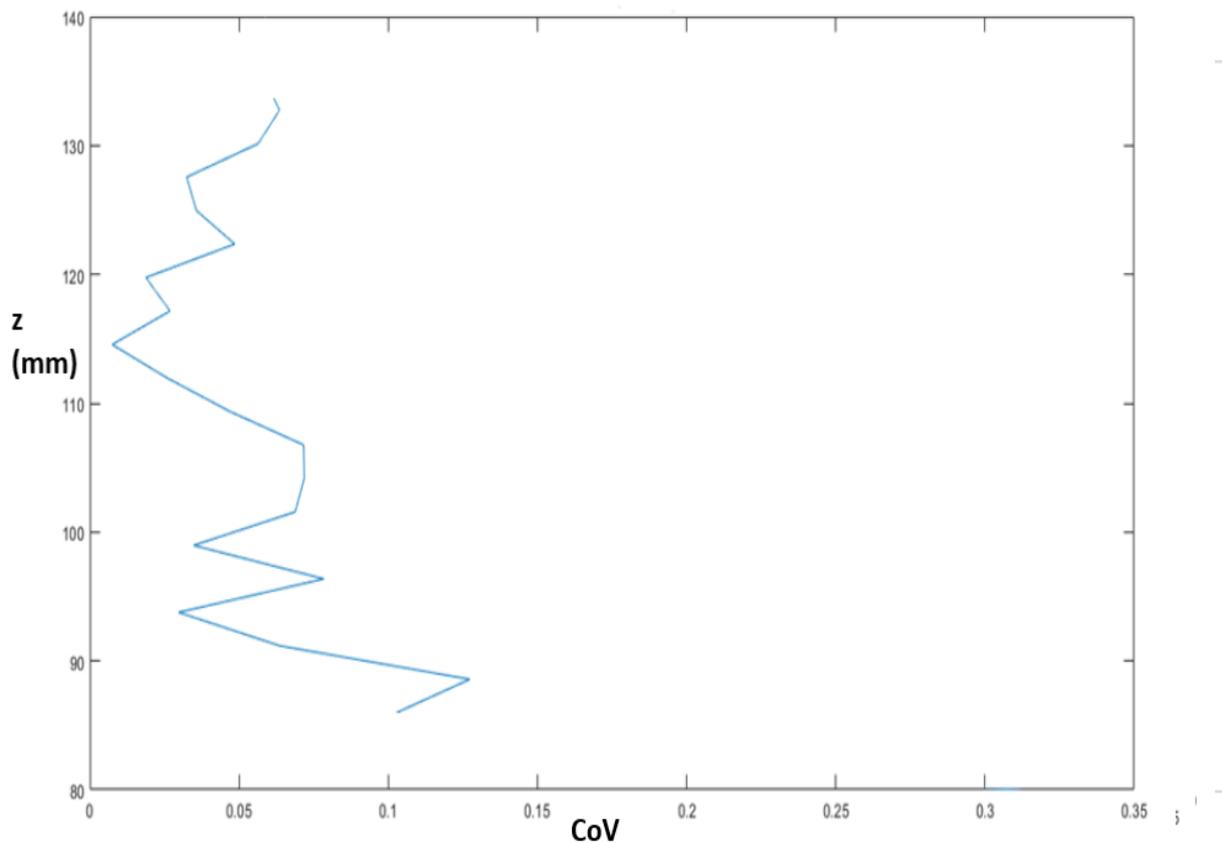
$N_m$  = numero di misure effettuate per ogni velocità di agitazione pari a 3 (Gomez et al, 2010).

Si ottiene quindi un grafico come quello mostrato in Figura 3.4, dove ad ogni velocità media calcolata in una precisa coordinata è associata l'incertezza delle misure effettuate. Ciò risulta importante per valutare le differenze tra profili di velocità ottenuti in misure differenti, in cui, tra l'una e l'altra, è stato necessario smontare il reattore per pulirlo.



**Figura 3.4: Mostra il Profilo assiale di velocità radiale, a  $r = 93\text{mm}$ . Le barre di errore rappresentano la deviazione standard calcolata su tre replicati**

Si è infine calcolato il coefficiente di variazione (Cov) relativo alle deviazioni standard precedenti (Figura 3.5), definito come il rapporto tra la deviazione standard e la media aritmetica delle velocità radiali o assiali. Pesando dunque la deviazione standard per la media si ha un'indicazione più accurata sulla precisione delle misure di velocità media effettuate per ogni coordinata.



**Figura 3.5: profilo assiale di velocità radiale del coefficiente di variazione a  $r=93\text{mm}$ , per una misura acqua-gasolio a 400rpm**

### **3.5 Procedura per l'acquisizione dei dati con il granulometro laser**

Per effettuare misure di distribuzione dimensionale delle gocce (DSD) con il granulometro laser sono state fatte una serie di prove preliminari per porsi nelle condizioni ottimali per effettuare le analisi, valutando il metodo di campionamento del sistema studiato il più possibile idoneo e le condizioni operative del campionatore da utilizzare durante la misura.

### **3.5.1 Bianco**

Ogni volta, prima di procedere con qualsiasi misura è necessario misurare il bianco, corrispondente alla misura con la sola fase disperdente (acqua demineralizzata) e dai vari agenti che possono interferire con la misura, in modo da sottrarli a quest'ultima. Prima di procedere con l'iniezione del campione, è necessario che il bianco presenti una trasmittanza molto elevata. L'oscuramento infatti, complementare alla trasmittanza, deve essere compreso tra lo 0 e 0,2% e l'intensità della luce raccolta dai detector deve essere alta in corrispondenza del solo detector 0 (capitolo 2.3.5)

Il primo obiettivo, in quanto la miscela studiata inizialmente acqua-gasolio è molto diluita ( $\phi=0,05\%$ ), è stato quello di determinare la quantità minima di acqua demineralizzata da utilizzare per la misura del bianco, così da poter aggiungere la maggior quantità di campione e analizzare una miscela il più concentrata possibile. Con lo strumento pulito e tenendo la velocità di agitazione del campionatore intorno ai 2500rpm, si sono misurati i bianchi ad aliquote di acqua crescenti: con circa 70\75ml di acqua si è ottenuto un ottimo bianco, con un oscuramento praticamente nullo. Con quantità minori di acqua il sistema del campionatore porta in dispersione bolle d'aria, che compromettono inevitabilmente la bontà della misura.

Dunque, le prime prove sono state effettuate aggiungendo le varie miscele al campionatore già contenente 75ml di acqua.

### **3.5.2 Tempo misure**

Per scegliere gli intervalli temporali in cui effettuare la misura, è stata calcolata la portata che circola nel campionatore calcolando il tempo necessario per riempire 0,2L di un becher da 1L, con il campionatore azionato a 2500rpm. Poiché il tempo impiegato è stato di 10 secondi la portata misurata alla velocità di agitazione 2500rpm è di 20 ml/s. In quanto il volume del campionatore, cella compresa, è di 160ml, si è deciso di impostare lo strumento in modo che effettuasse una misura mediata in 10 secondi, in modo che ogni unità di volume del campione passasse almeno una volta all'interno della cella. Non sono state effettuate misure mediate in tempi maggiori in quanto il sistema di ricircolo del campionatore influenza notevolmente con il passare del tempo le dimensioni delle gocce, come verrà mostrato nel capitolo 3.5.5.

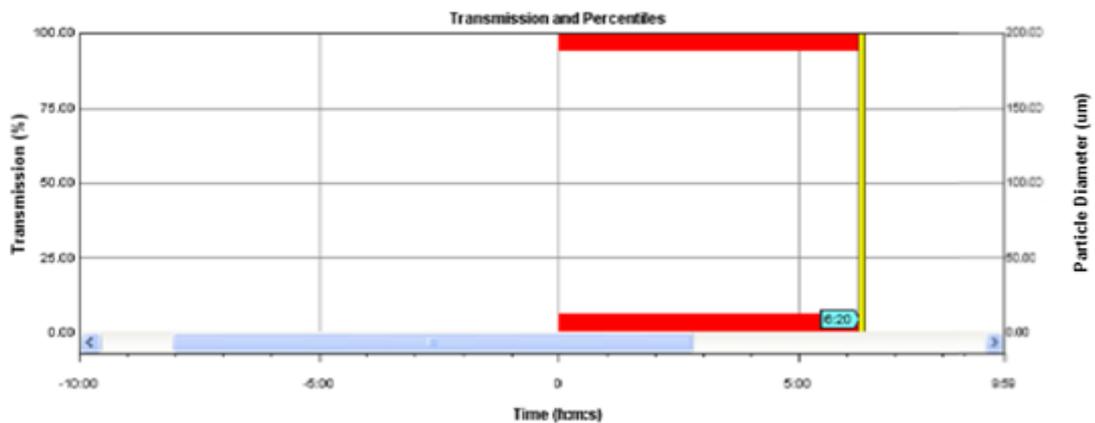
### **3.5.3 Prove effettuate per individuare una procedura di misura di DSD**

Le seguenti prove sono state effettuate con lo scopo di mettere a punto una procedura per effettuare misure di DSD e valutare l'effetto del campionatore sulla dimensione delle gocce.

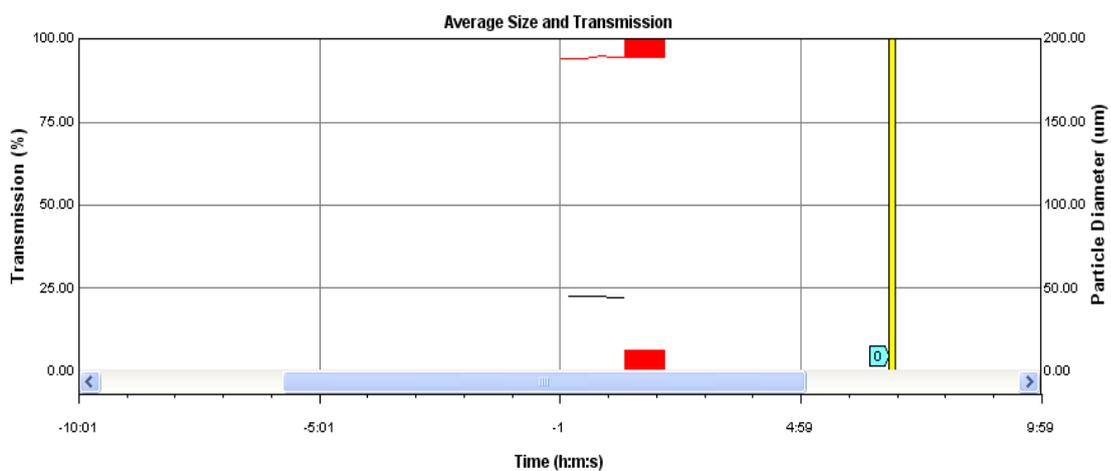
Tra i diversi oli disponibili, si è deciso di utilizzare il gasolio, in quanto i due oli siliconici presentano un indice di rifrazione molto simile a quello dell'acqua, rendendo meno affidabili le misure.

Il primo obiettivo è stato quello di trovare la frazione volumetrica minima di gasolio nel reattore affinché si riuscisse ad effettuare una misura con il Malvern in presenza del liquido disperdente utilizzato per calcolare il bianco.

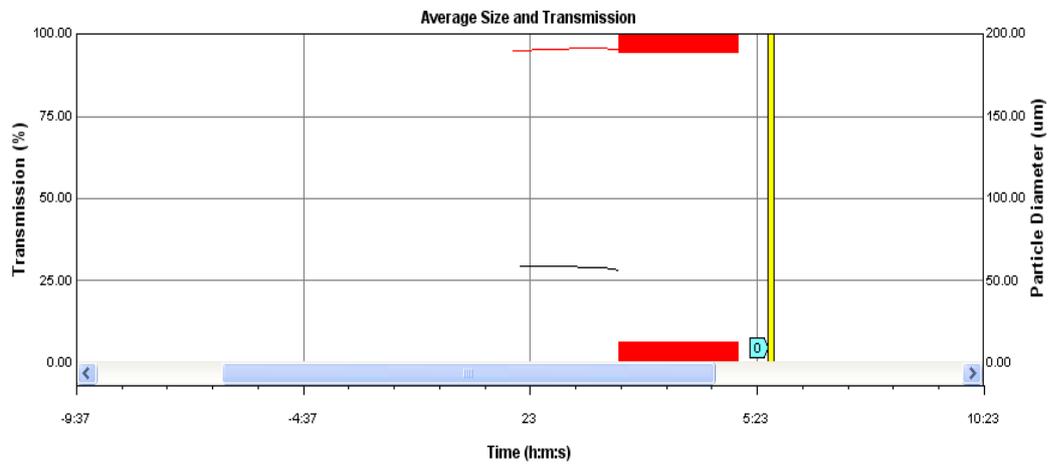
Inizialmente nel reattore, completamente degasato, sono stati iniettati 5 ml di gasolio all'altezza della girante ( $\phi = 0.05\%$ ), con velocità di agitazione di 400 rpm. Dopo circa 40 minuti (tempo per il raggiungimento dello stato stazionario) si sono prelevati 60 ml dal reattore e inseriti nel campionatore del granulometro, dove in precedenza era stato calcolato il bianco con 75 mL di fase disperdente. La velocità di agitazione della girante del campionatore è stata impostata per tutta la durata dell'esperimento a 2000rpm. La stessa prova è stata effettuata con frazioni volumetriche nel reattore differenti (0.1 ; 0.2 ; 0.3 ; 0.4 ; 0.5%). Le misure effettuate sono mostrate in Figura 3. 6 .



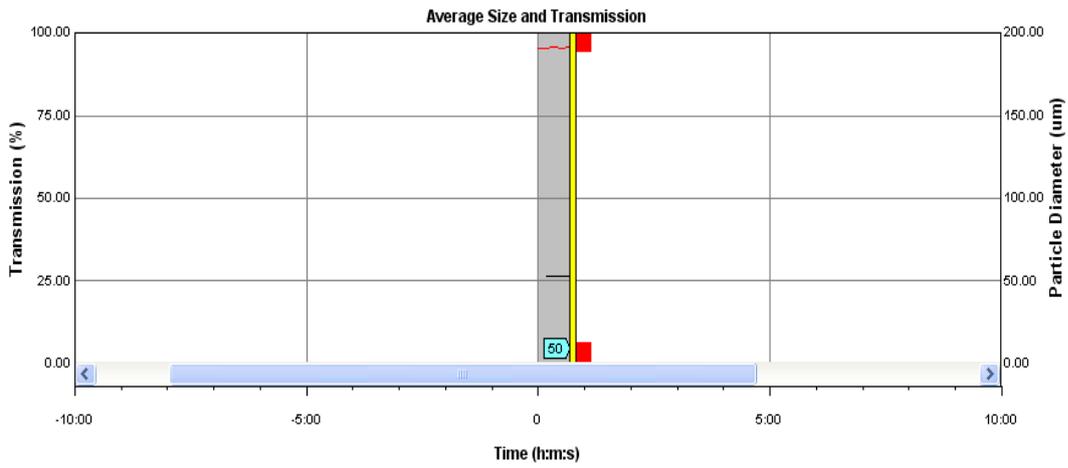
(a)



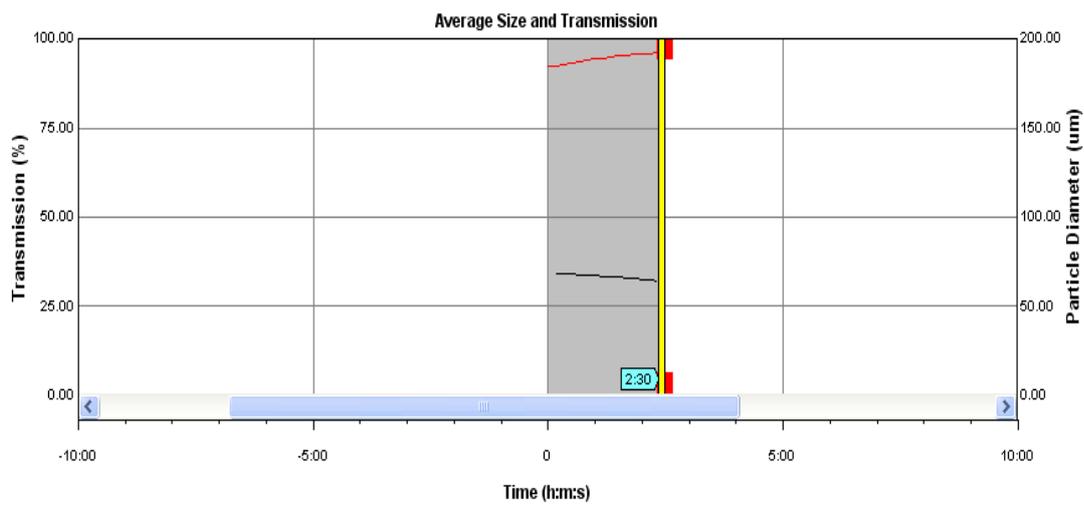
(b)



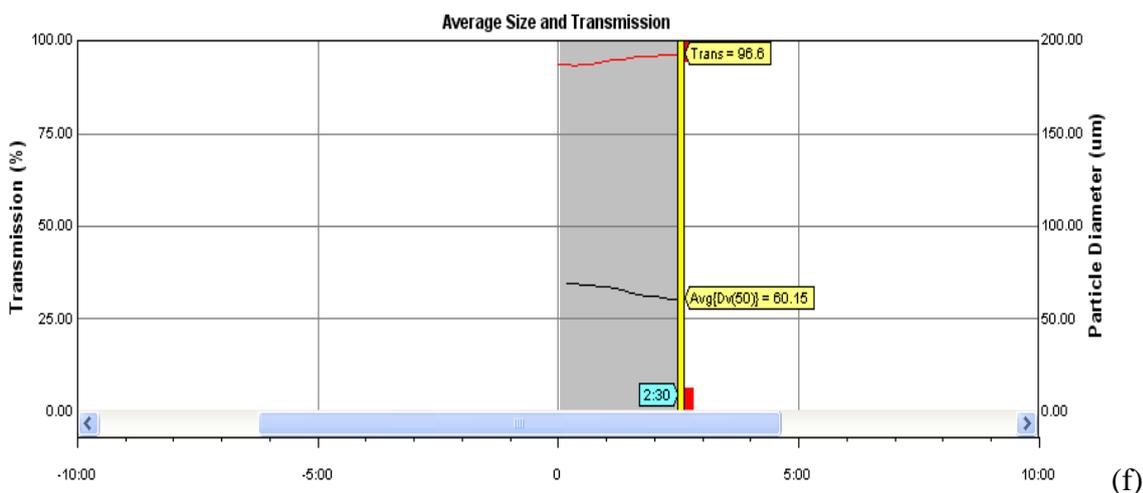
(c)



(d)



(e)



**Figura 3.6: risultati delle prove effettuate a diverse frazioni volumetriche: (a)  $\phi = 0.05\%$ ; (b)  $\phi = 0.1\%$ ; (c)  $\phi = 0.2\%$ ; (d)  $\phi = 0.3\%$ ; (e)  $\phi = 0.4\%$ ; (f)  $\phi = 0.5\%$ .**

In Figura 3.6 è mostrata sia la trasmittanza che il diametro delle gocce di gasolio in funzione del tempo. Le due bande rosse indicano che la trasmittanza è troppo elevata, non c'è oscuramento e quindi lo strumento non riesce a distinguere nessuna goccia: non si riesce ad effettuare la misura. Se, al contrario, la luce laser prodotta dall'emettitore viene deviata in maniera significativa dalle gocce di gasolio, si osservano due curve: una nera e una rossa, che indicano rispettivamente il diametro delle gocce e la trasmittanza.

Al di fuori della prima misura ( $\phi = 0.05\%$ ), in tutte le altre si nota un tempo iniziale, successivo all'iniezione del campione, in cui il diametro medio delle gocce viene calcolato. Dopo un tempo più o meno lungo, che dipenderà sia dalla frazione volumetrica nel campione che dal modo in cui questo è stato prelevato e iniettato nel campionatore, il segnale si perde in tutte le prove. Negli ultimi due esperimenti ( $\phi = 0.4\%$ ,  $0.5\%$ ), dove i tempi di misura risultano maggiori, si nota un andamento crescente della trasmittanza rispetto al tempo e uno decrescente del diametro delle gocce. le ipotesi formulate per questi comportamenti sono state le seguenti:

- è presente un tempo caratteristico di diluizione e, una volta diluiti i 60ml di campione iniettati nei 75ml per effettuare il bianco, il sistema potrebbe essere troppo diluito e quindi provocare un oscuramento troppo basso perché la misura venga effettuata;
- la girante del campionatore ha ulteriormente rotto le gocce di gasolio;
- la girante non è in grado di mantenere il gasolio in dispersione, non riuscendo ad impedirne la risalita.

Per indagare su queste ipotesi si è deciso di effettuare delle prove in cui, dopo aver calcolato il bianco con acqua demineralizzata, si è svuotato il campionatore e si sono aggiunti circa 100ml

di miscela prelevata dal reattore. In questo modo, in circolo nello strumento, era presente unicamente la miscela del campione non diluita. La girante del campionatore in entrambe le misure è stata tenuta inizialmente ad una velocità di agitazione di 2000rpm e, per la misura mostrata in Figura 3.7 (b) (dove si osserva un significativo un cambio di pendenza rispettivamente a 24 minuti) è stata aumentata a 3500rpm. Poiché il campione dell'ultima misura effettuata in precedenza aveva un frazione volumetrica nel reattore  $\phi = 0.5\%$ , le successive due prove son state condotte con tale concentrazione. Quest'ultime due misure sono mostrate in Figura 3.7. Entrambe partono dalla iniezione della stessa quantità di campione con stessa frazione volumetrica. La misura mostrata nella Figura 3.7 (a) mostra chiaramente un andamento crescente della trasmittanza all'aumentare del tempo. Già questa osservazione chiarisce una delle ipotesi precedenti; ovvero che la perdita di segnale (bande rosse dei primi esperimenti), dovuta ad una trasmittanza troppo elevata, è probabilmente causata da una separazione dei due liquidi, ma sicuramente non dalla diluizione. Infatti, in questa prova, il sistema non aveva modo di essere diluito, in quanto si è inserito direttamente il campione omogeneo in assenza del liquido disperdente puro.

Sempre nella misura mostrata nella Figura 3.7 (a), si nota una diminuzione del diametro medio delle gocce nel tempo. Questo comportamento può essere dovuto o ad una rottura progressiva delle gocce ad opera della girante nel campionatore oppure al fatto che, poiché il sistema si sta smiscelando e in dispersione rimangono solo le gocce più piccole, delle quali la risalita è più lenta. Una volta che la trasmittanza era prossima al 95%, nella misura mostrata in Figura 3.7 (b) si è aumentata la velocità di agitazione del campionatore. Si osserva diminuzione della trasmittanza, indice del fatto che probabilmente è stato portato un numero maggiore gocce in dispersione, e un brusco cambiamento della dimensione del diametro medio. Ciò può indicare che a causa della velocità di agitazione del campionatore potrebbero esservi fenomeni rottura delle gocce. Una velocità di agitazione troppo elevata provoca probabilmente una rottura delle gocce indesiderata. Si tratterà, dunque, di ottimizzare una velocità di agitazione del campionatore che non rompa significativamente le gocce e che non le faccia risalire, quanto meno nei primi 20-30 secondi di misura.

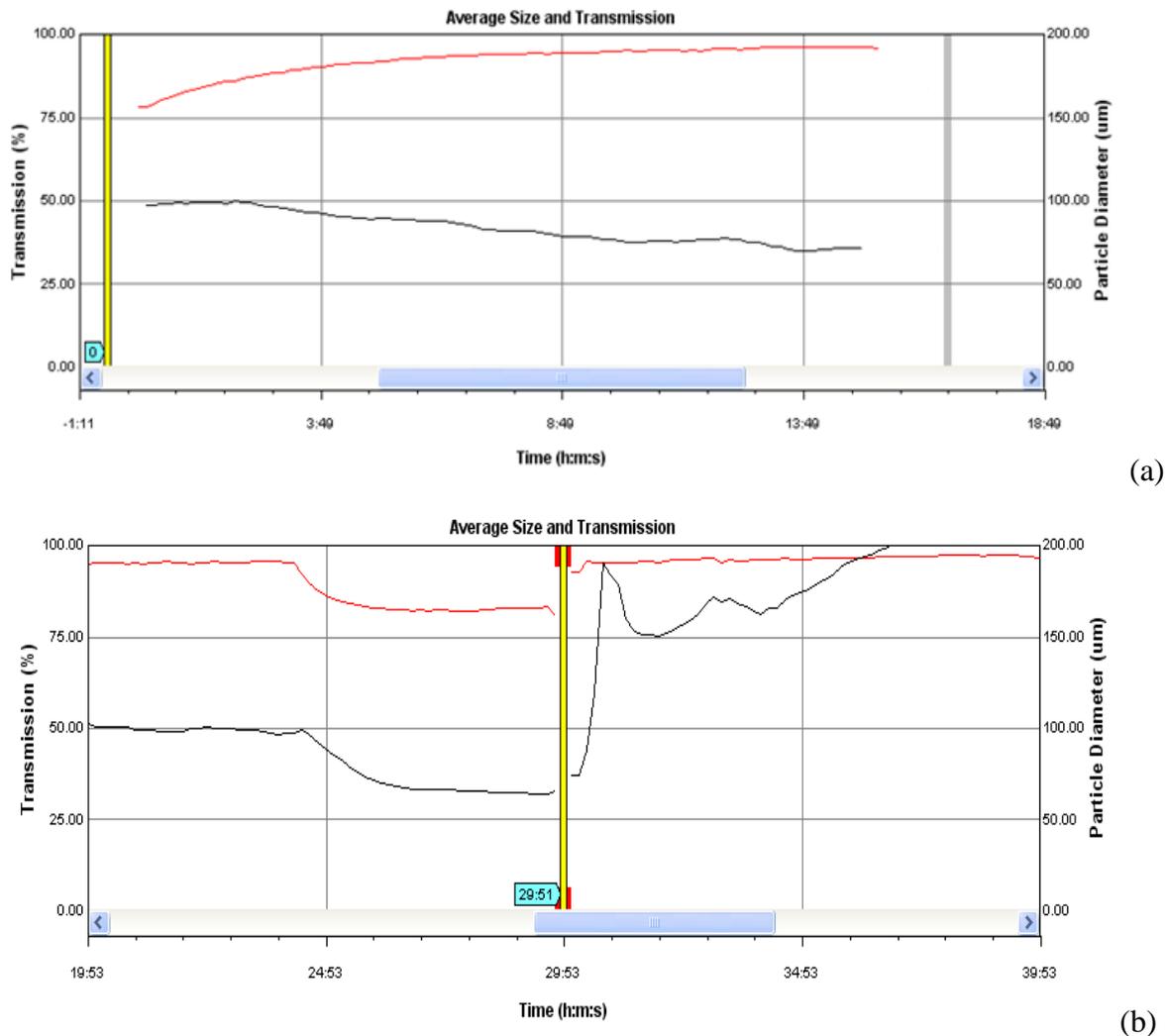


Figura 3.7: (a)  $\phi = 0.5\%$  N del campionatore = 2000rpm; (b)  $\phi = 0.5\%$  viene mostrato unicamente l'effetto della variazione di N del campionatore da 2000 a 3500rpm, dopo circa 24 minuti.

### 3.5.4 Metodo di campionamento

Poiché una frazione volumetrica di fase dispersa pari a 0,2% impedisce l'accesso ottico necessario alle misure PIV e rende impossibili misure dello stesso sistema con le due tecniche, si è deciso di effettuare le misure svuotando dal campionatore l'acqua demineralizzata dopo aver misurato il bianco e, come nel precedente esperimento, di iniettare nel campionatore vuoto il campione prelevato dal reattore con  $\phi$  pari a 0,1%, in quanto, anche con questo metodo, una  $\phi$  pari a 0,05% non viene rilevata dallo strumento. Il campionamento è stato effettuato inserendo da sopra il reattore una siringa dalla capienza di 100ml. Al posto dell'ago nella siringa è stato utilizzato un tubicino in plastica dal diametro di 6mm, in modo da evitare strozzature che avrebbero potuto influire sulle dimensioni delle gocce. Alla siringa è stato tolto lo stantuffo e il riempimento effettuato mettendo sotto pressione il reattore con una pompa peristaltica che

introduceva acqua demineralizzata da un'altra entrata. Lo schema semplificato per il prelievo del campione è mostrato in Figura 3.8.

Il punto di campionamento è stato mantenuto lo stesso in tutte le prove. Ponendo l'origine degli assi al centro del reattore sul fondo  $\theta=0$ , su un piano passante tra due setti successivi, le coordinate cilindriche  $(r, z, \theta)$ . di tale punto sono  $(80 \text{ mm}, 164\text{mm}, 45^\circ)$ .

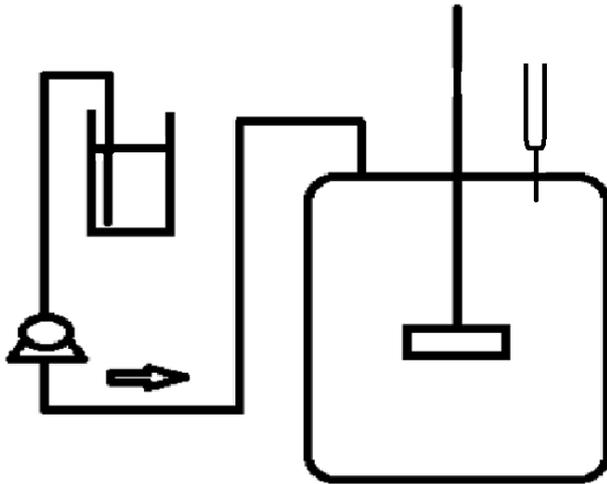


Figura 3.8: schema del sistema per il prelievo del campione per misure DSD.

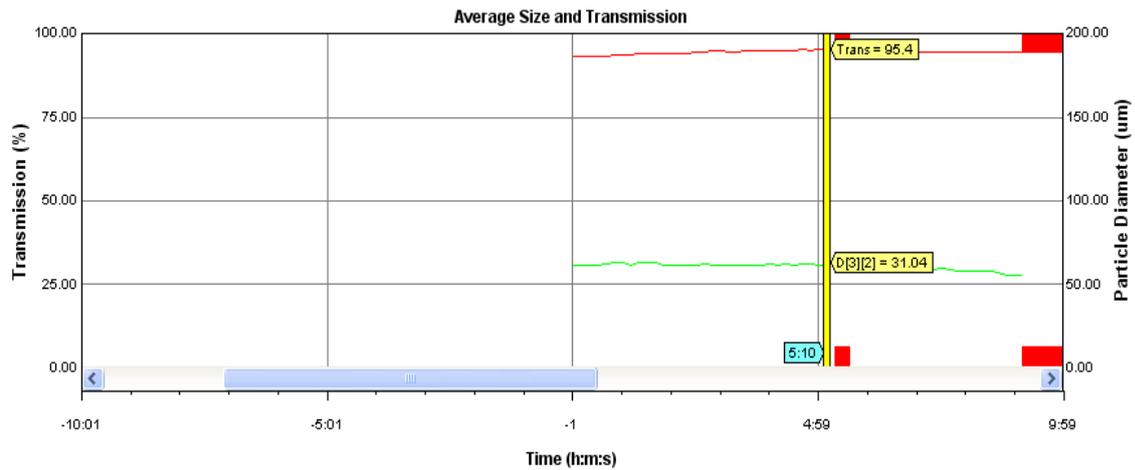
### 3.5.5 Influenza della girante del campionatore

Scelta la frazione volumetrica e il metodo di campionamento, è stata analizzata l'influenza della girante del campionatore sui diametri delle gocce di olio.

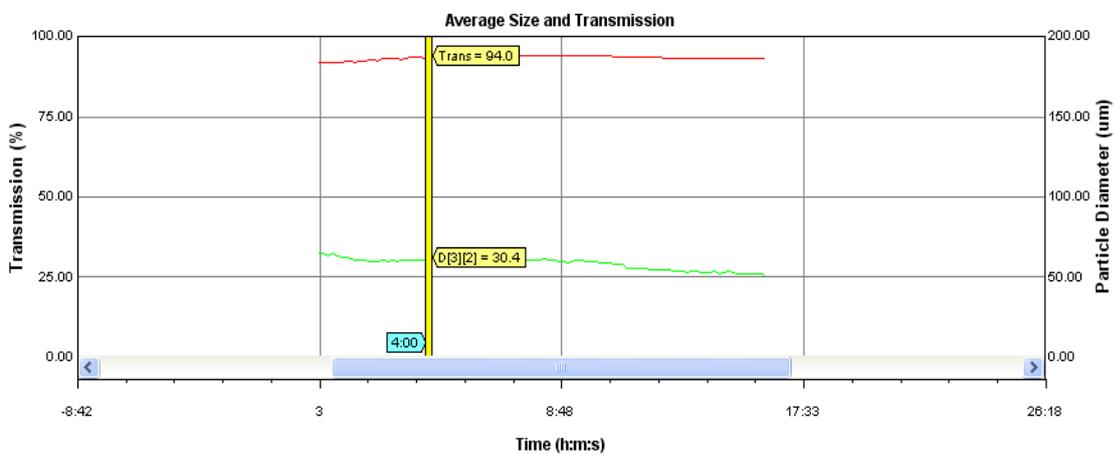
La velocità di agitazione del reattore è stata mantenuta fissa ( $N=700\text{rpm}$ ). Le gocce a  $700\text{rpm}$  presentano infatti diametri minori rispetto a velocità di agitazione inferiori, ottenendo quindi, con una stessa frazione volumetrica nel reattore, un numero maggiore di gocce, più facilmente rilevabile dallo strumento.

Sono state effettuate tre prove, con tre campionamenti diversi. In ogni prova è stata variata la velocità di rotazione della girante del campionatore per verificare se i diametri delle gocce si modificassero nel tempo. Le misure sono state effettuate a  $2300$ ,  $2600$  e  $2900\text{rpm}$ .

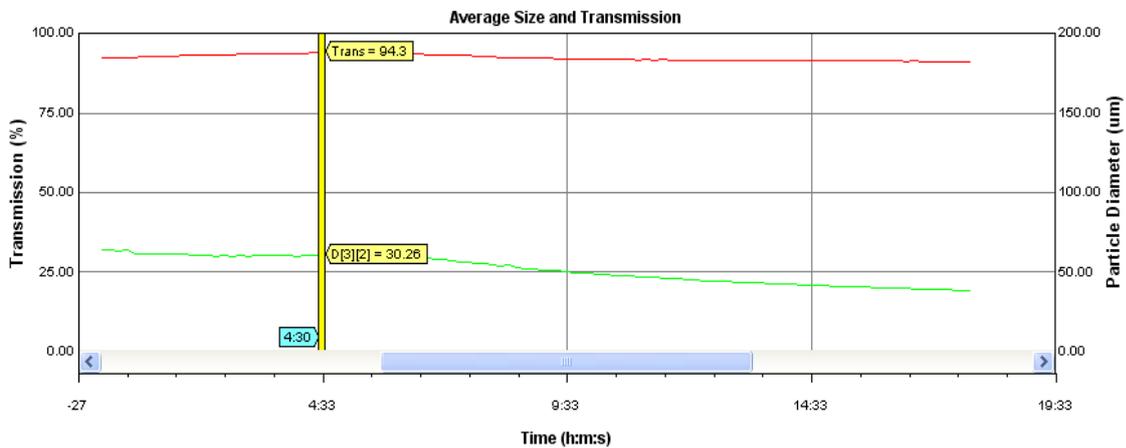
Impostando il  $D_{32}$  come output del software si nota, nella Figura 3.9, come questo rimanga pressoché costante per un buon periodo nell'intorno di  $30\mu\text{m}$  e presenti valori estremamente vicini nelle tre diverse misure, dando una buona indicazione sulla riproducibilità del metodo.



(a)



(b)



(c)

**Figura 3.9:** (a)  $\phi = 0.1\%$ , velocità di agitazione campionatore = 2300rpm; (b)  $\phi = 0.1\%$ , velocità di agitazione campionatore = 2600rpm; (c)  $\phi = 0.1\%$ , velocità di agitazione campionatore = 2900rpm

Un'analisi attenta delle singole classi di diametri, però, presenta degli andamenti non costanti delle singole classi di diametri prolungando la misura nel tempo. Nella Figura 3.10 sono mostrati tre istogrammi ricavati da una stessa misura, a tempi differenti. Poiché il software

fornisce come output la percentuale volumetrica per classe dimensionale rispetto al volume di fase dispersa, si è risaliti al numero di gocce per la classe dimensionale  $i$ -esima ( $N_{g,i}$ ), nel modo seguente:

$$\% \phi_{d,i} = \frac{V_{d,i}}{V_{gasolio}} 100 \quad (3.9) \quad N_{g,i} = \frac{V_{d,i}}{V_{goccia,i}} \quad (3.10)$$

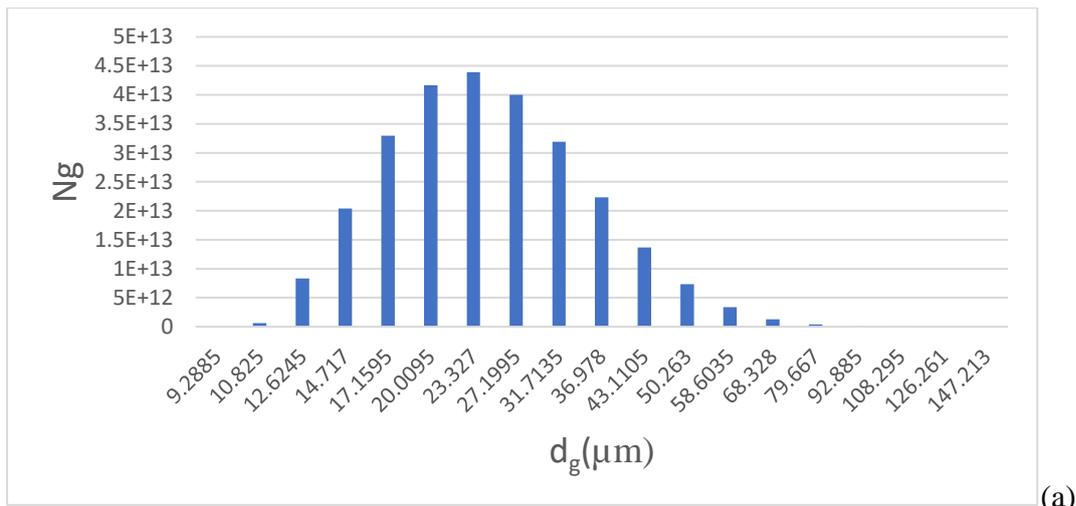
Dove  $V_{d,i}$  è il volume occupato dalle gocce di diametro  $i$ -esimo,  $V_{gasolio}$  è il volume di fase dispersa rilevato dallo strumento e  $V_{goccia,i}$  è il volume della goccia con diametro  $i$ -esimo, calcolato assumendo che la goccia sia sferica ( $V_{goccia,i} = \frac{\pi d_i^3}{6}$ ).

Il  $N_g$  è più sensibile, rispetto alla percentuale volumetrica, alle variazioni in quanto conta il numero delle gocce di un determinato diametro presenti nel sistema.

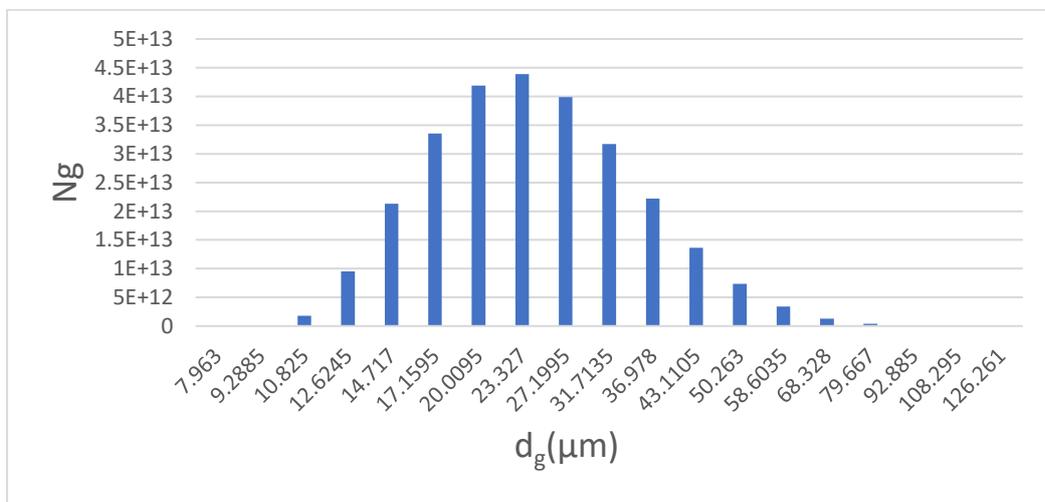
In Figura 3.10 vengono mostrati degli istogrammi in cui nelle ascisse viene mostrato, per ogni classe dimensionale di diametri, un valore ottenuto dalla media delle estremità della classe, e in ordinate il  $N_g$ . In questi, si nota un significativo aumento del numero delle gocce con i diametri inferiori nel tempo, dovuto probabilmente ad un effetto della girante. Questo effetto è palese nella differenza di  $N_g$  per le classi corrispondenti alle gocce con dimensione di  $6,83\mu\text{m}$  tra la Figura 3.10 (a) e 3.10 (c) e dal cambio della moda della distribuzione, la quale in Figura 3.10 (a) si trova nella classe dimensionale corrispondente a  $23,27\mu\text{m}$  mentre nella Figura 3.10 (c) a  $17,15\mu\text{m}$ .

Per tutte le condizioni sono state accettate solamente le misure risultanti dai primi venti/trenta secondi, ovvero le prime due/tre misure effettuate dal granulometro, in quanto, come spiegato nel capitolo 3.5.2, ogni misura è relativa ad una media di 10 secondi di acquisizione. Dalla Figura 3.10 (a), (b), che mostra DSD corrispondenti rispettivamente a misure effettuate dopo 10 e dopo 30 secondi, si osservano infatti differenze minime, rispetto alla Figura 3.10 (c), effettuata dopo due minuti.

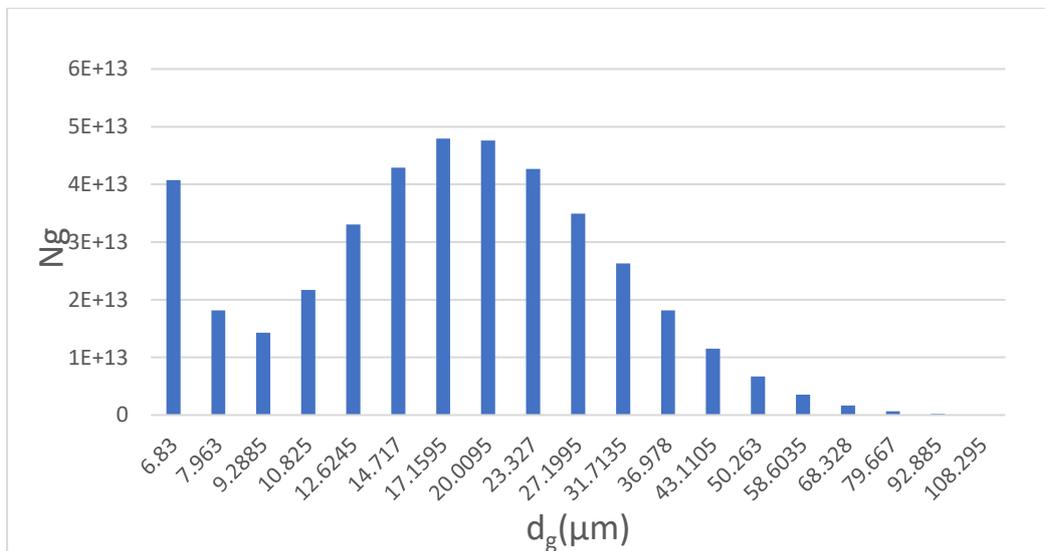
Sebbene, dunque, il  $D_{32}$  rimane pressoché costante anche per qualche minuto, gli sforzi indotti dalla girante del campionatore sulle gocce di gasolio comportano variazioni significative. Le misure effettuate dopo tempi superiori a 1 minuto, non presentano più DSD relative al reattore studiato, ma al sistema del campionatore e vanno quindi scartate.



(a)



(b)



(c)

**Figura 3.10 : Distribuzione dimensionale di gocce dopo tempi diversi: (a) dopo 10s; (b) dopo 30s; (c) dopo 2min.  $\phi = 0.1\%$  . Velocità girante campionatore = 2600rpm**

Come mostrato in Figura 3.11 (a) e (b) per ogni classe dimensionale è stata calcolata la deviazione standard e il coefficiente di variazione. Le Figura 3.11(b) mostra che coefficiente di variazione è minore per le classi di diametri con  $\% \phi_d$  maggiore.

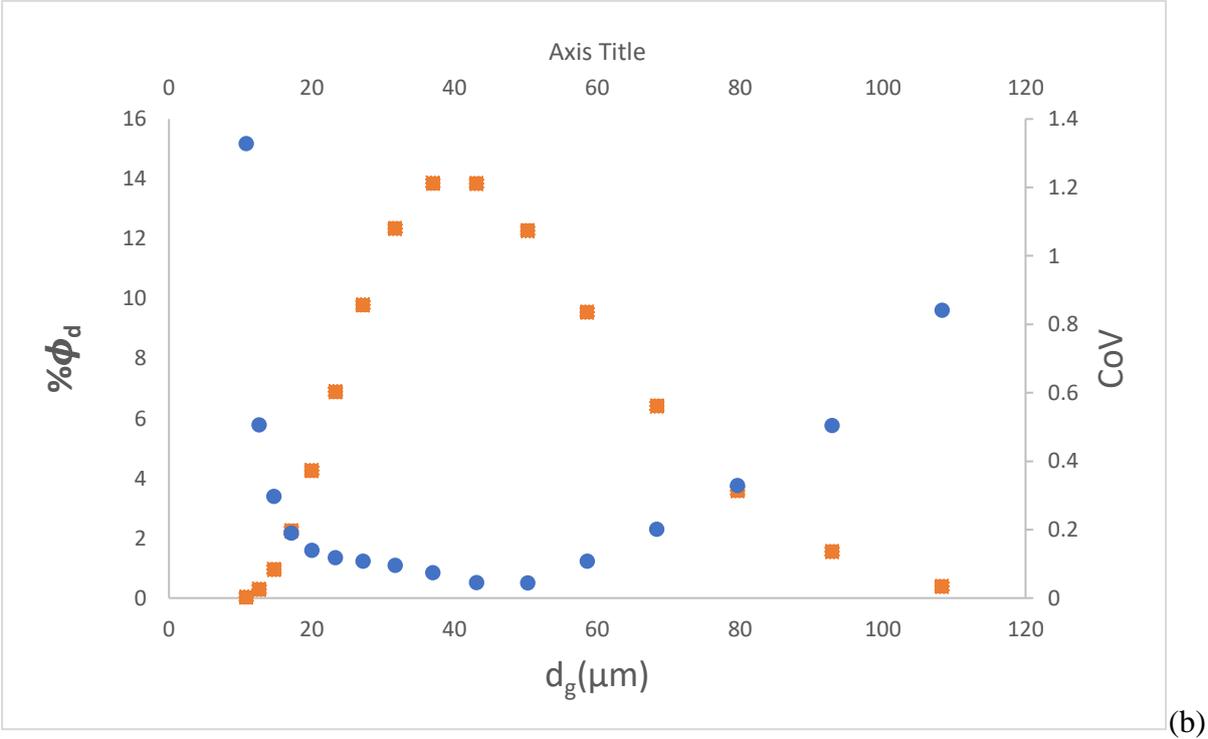
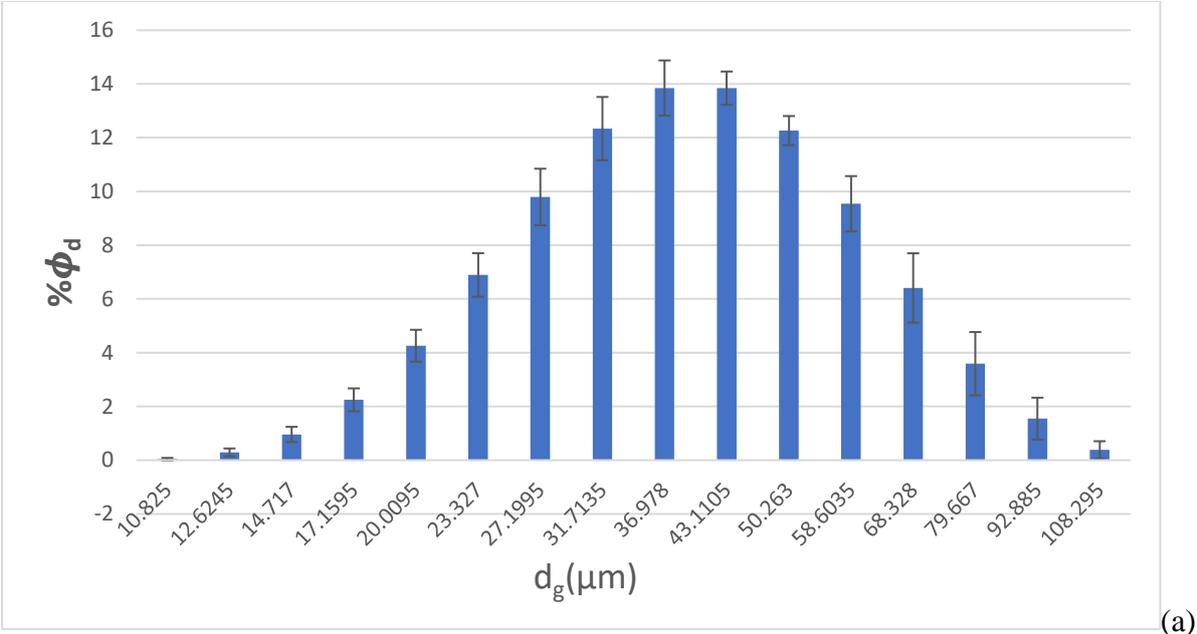


Figura 3.11: (a) DSD media delle tre prove effettuate a diverse velocità di agitazione. (b)  $\% \phi_d$  e CoV relativa a ciascuna classe della distribuzione (a)

In seguito alle misure preliminari, si è quindi deciso di effettuare le misure nel modo seguente:

- Si calcola il bianco utilizzando acqua demineralizzata come fase disperdente (100ml);
- Si svuota il campionatore;
- Si prelevano 100ml di miscela acqua-gasolio ( $\phi = 0,1\%$ ) con il metodo descritto nel capitolo 3.5.4;
- Si trasferisce campione nel campionatore, con velocità di agitazione pari 2500rpm, facendo attenzione a non inserire aria.
- Si effettua la misura, limitando l'analisi ai primi venti/trenta secondi di misura.

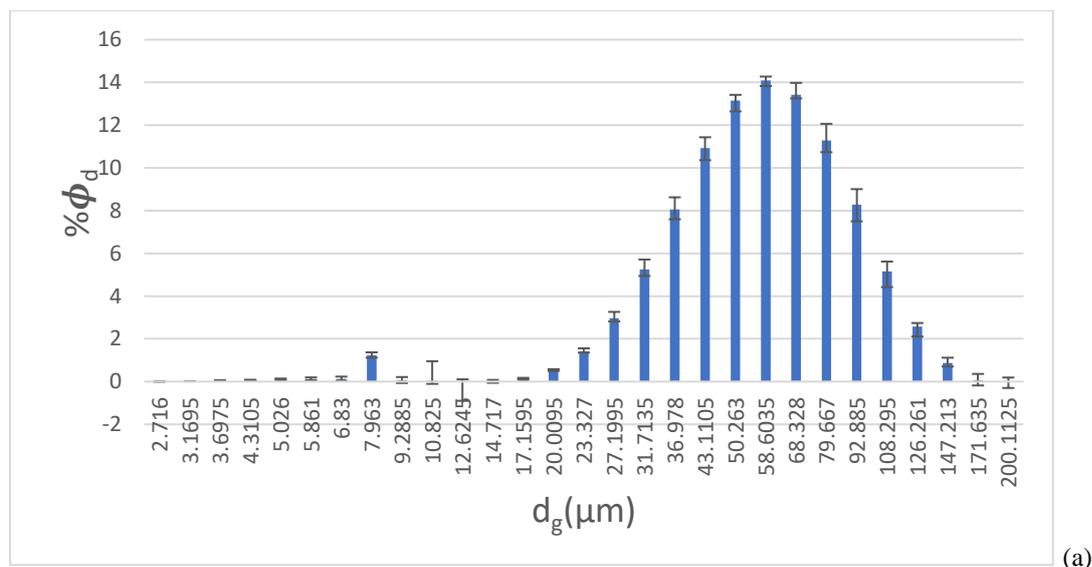
## 4. Risultati e discussione

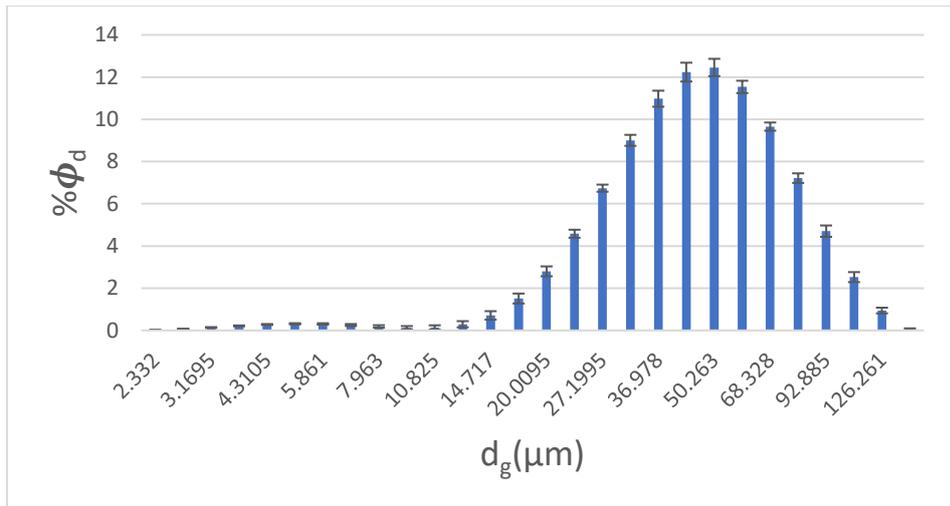
Nel presente capitolo verranno mostrati dapprima i risultati ottenuti di distribuzione dimensionale delle gocce di gasolio, utili per l'interpretazione dei campi di velocità ottenuti con la PIV mostrati successivamente. Per il sistema acqua gasolio saranno discusse le misure di velocità della fase continua e della fase dispersa misurate simultaneamente con la PIV- bifase e le misure di velocità della sola fase dispersa, ottenute con l'impiego di una singola telecamera, utilizzando una frazione volumetrica  $\phi = 0,05\%$  e  $0,1\%$ . Il campo di moto del gasolio sarà quindi confrontato con quello dei due oli siliconici dispersi, utilizzando una frazione volumetrica  $\phi = 0,05\%$ .

### 4.1 Risultati DSD

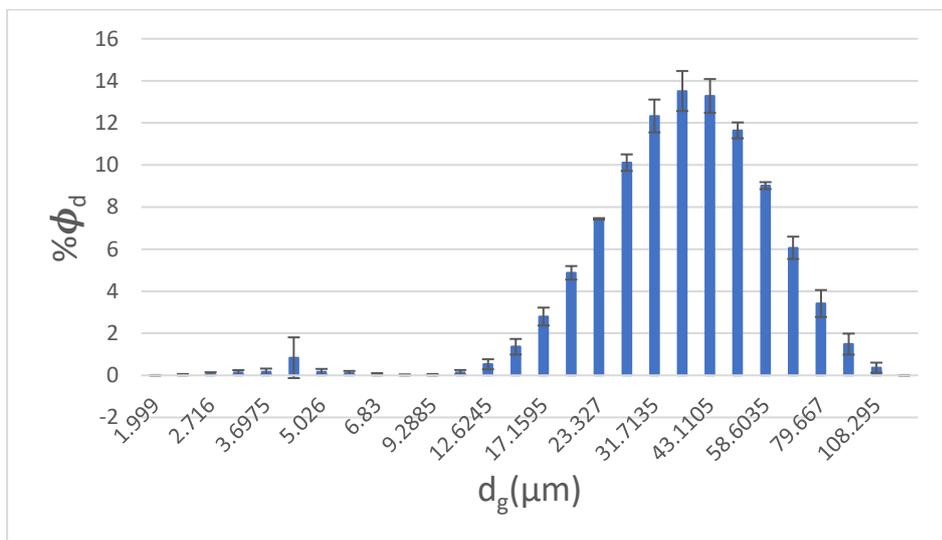
Per valutare l'affidabilità delle misure di DSD con la procedura messa a punto, si è analizzata l'influenza della velocità di agitazione del reattore sul diametro delle gocce di gasolio, confrontando i risultati con i dati di letteratura disponibili.

Per ogni velocità di agitazione del reattore, sono stati effettuati tre replicati, così da avere anche un'indicazione sulla ripetibilità della misura. Di ogni replicato, sono stati mediati i dati ottenuti nei primi 20 secondi. Le velocità di agitazione studiate sono state 500rpm, 600rpm, 700rpm, 800rpm. I risultati ottenuti sono mostrati in Figura 4.1, dove in ascissa è riportato il valor medio del diametro delle gocce della classe dimensionale i-esima e in ordinate la corrispondente frazione volumetrica percentuale ( $\phi_d$ ). La barra di errore rappresenta la deviazione standard calcolata dalle tre misure replicate.

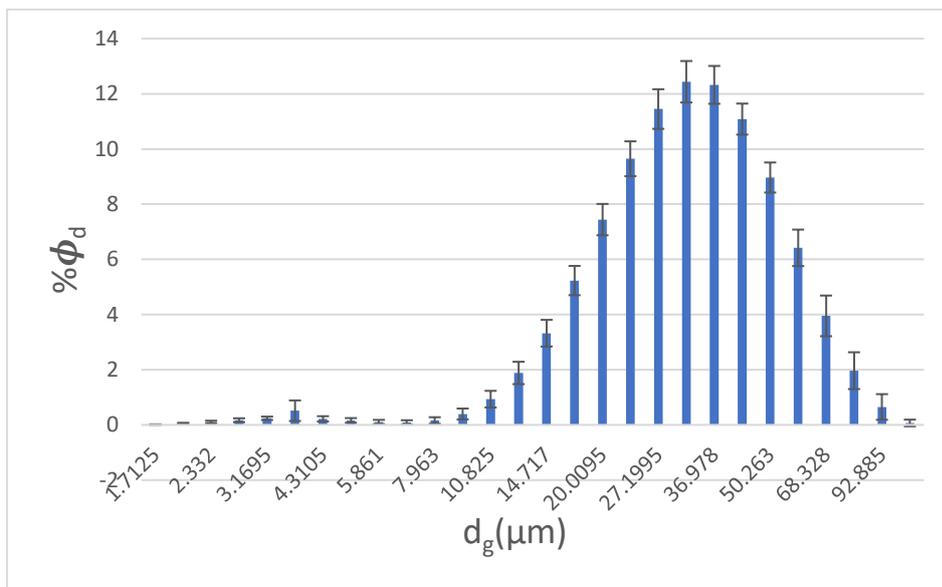




(b)



(c)



(d)

**Figura 4.1 : DSD della frazione volumetrica percentuale di ciascuna classe (a) N=500rpm, (b) N=600rpm, (c) N=700rpm e (d) N=800rpm.**

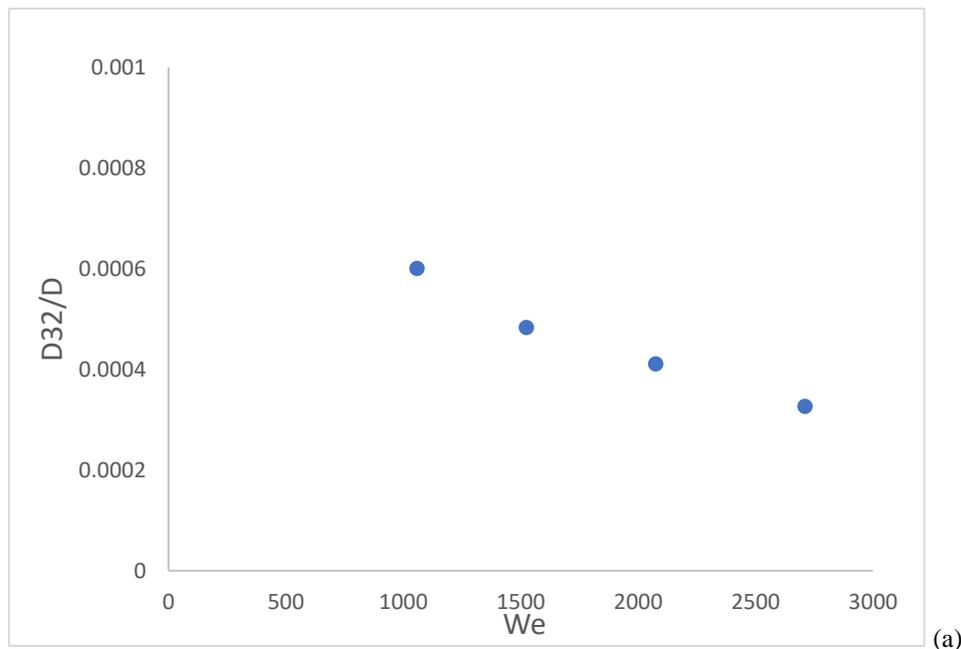
Come è possibile osservare, la deviazione standard per tutte le velocità di agitazione mostra una buona riproducibilità

Per un sistema diluito, in cui la coalescenza è trascurabile e la fase dispersa possiede una bassa viscosità, è mostrato l'andamento del  $D_{32}$  in funzione del numero di giri, che può essere approssimato dalla seguente relazione:  $D_{32}/D = C_1 * We^{-3/5}$  (1.12).

In Figura 4.2 è fornito l'andamento del  $D_{32}$  in funzione del numero di  $We$  per il nostro sistema. I risultati mostrano un andamento decrescente dei diametri e un buon accordo con la correlazione di letteratura (Chen & Middleman, 1967) fornita dall'equazione 1.12, secondo cui  $C_1$  è pari a 0.053; mentre l'equazione risultante dall'interpolazione dei dati sperimentali è la seguente:

$D_{32}/D = 0.050We^{-0.633}$ , con uno scarto quadratico medio pari a  $R^2 = 0.9894$ .

Ciò fornisce un'ulteriore conferma sull'affidabilità della procedura individuata.



**Figura 4.2:**  $D_{32}$  in funzione di  $We$  per il sistema acqua-gasolio  $\phi = 0,01\%$

#### 4.2 Dimensioni del $D_{10}$ : confronto tra le gocce di gasolio e il tracciante

Per interpretare le velocità misurate con la PIV è necessario utile valutare i valori del diametro  $D_{10}$ , ovvero il rapporto tra il primo momento della distribuzione e il numero di gocce, definito come:

$$D_{10} = \frac{\sum_i n_i d_i}{\sum_i n_i} \quad (4.1)$$

La PIV infatti opera rilevando le singole gocce nell'area di interrogazione su cui poi verrà effettuata l'analisi. Un'indicazione della dimensione media delle gocce rilevate dalla PIV viene proprio fornita dal  $D_{10}$ , rappresentante il diametro medio delle particelle. La seguente tabella 4.1 mostra i  $D_{10}$  per le velocità di agitazione studiate.

N(rpm)	$D_{10}$ (um)
500	14
600	6.5
700	6
800	5

**Tabella 4.1 : valori di  $D_{10}$  in funzione di N**

Facendo riferimento a queste dimensioni di  $D_{10}$  si può calcolare tramite la legge di Stokes la differenza tra la velocità di sedimentazione delle particelle di tracciante e quella di risalita delle gocce di gasolio e il numero di Stokes delle gocce di gasolio, per poi confrontarlo con le particelle di tracciante.

La legge di Stokes esprime la velocità di terminale  $u_t$  di una sfera di diametro  $d_d$  e densità  $\rho_d$  immersa in un fluido di densità  $\rho_c$  e viscosità  $\mu_c$  e vale per il Reynolds della particella minore di 1 ( $Re_p < 1$ ), dove  $Re_p = \frac{\rho_c u_t d_d}{\mu_c}$  :

$$u_t = \frac{(\rho_d - \rho_c)}{18\mu_c} g d_d^2 \quad (4.2)$$

N(rpm)	$u_t$ gocce di gasolio (m/s)	$u_t$ particelle PMMA (m/s)
500	-2.01E-05	2.33E-05
600	-4.33E-06	
700	-3.69E-06	
800	-2.56E-06	

**Tabella 4.2: velocità terminale delle gocce di gasolio a diverso N e velocità terminale delle particelle di rodamina**

In tabella 4.2 sono riportate le velocità terminali delle gocce di gasolio generate alle velocità di agitazione studiate e le velocità terminale delle particelle di PMMA impregnate di Rodamina-

B, le dimensioni delle quali ovviamente rimangono invariate alle varie velocità. Il modulo della differenza tra le due velocità è per tutte le velocità di agitazione nell'ordine di  $10^{-5}$  m/s: una differenza minima, molto minore dell'errore relativo alle misure PIV.

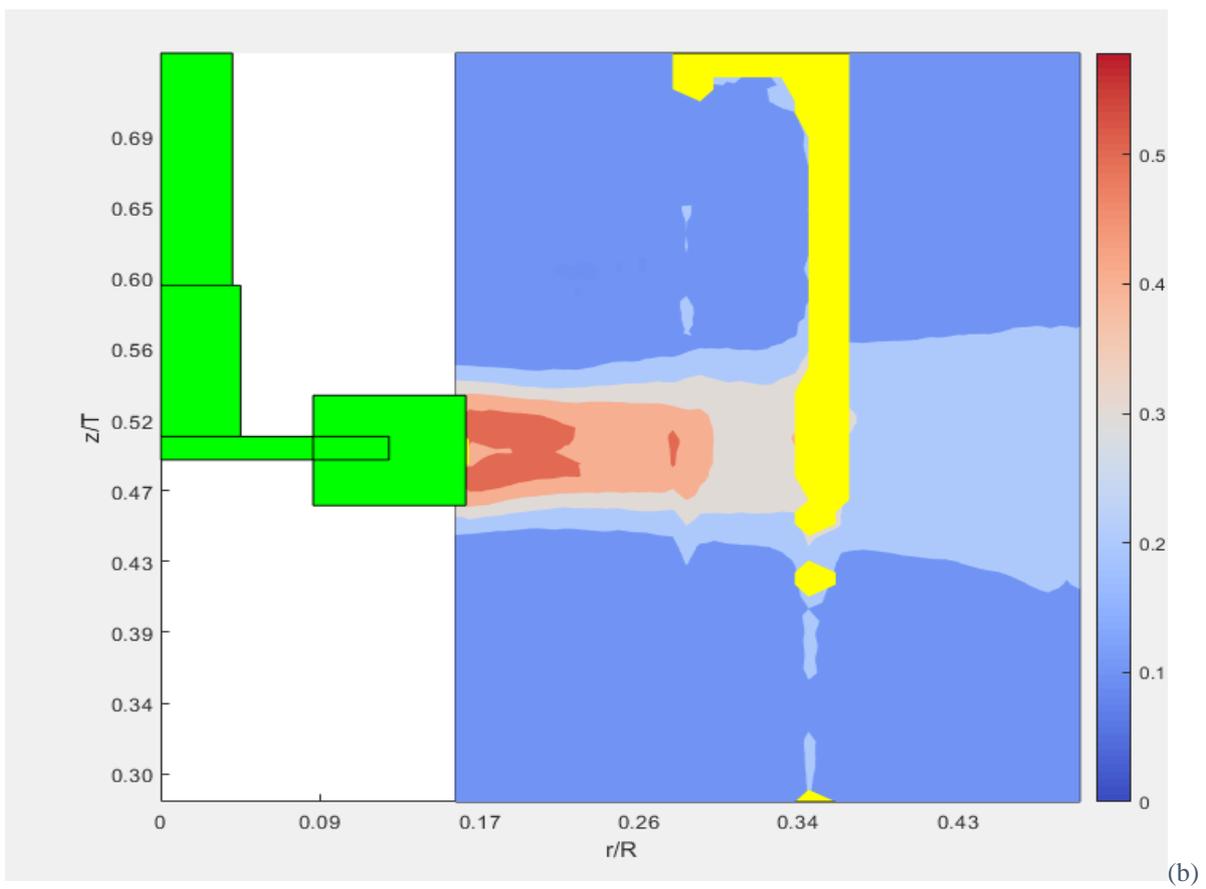
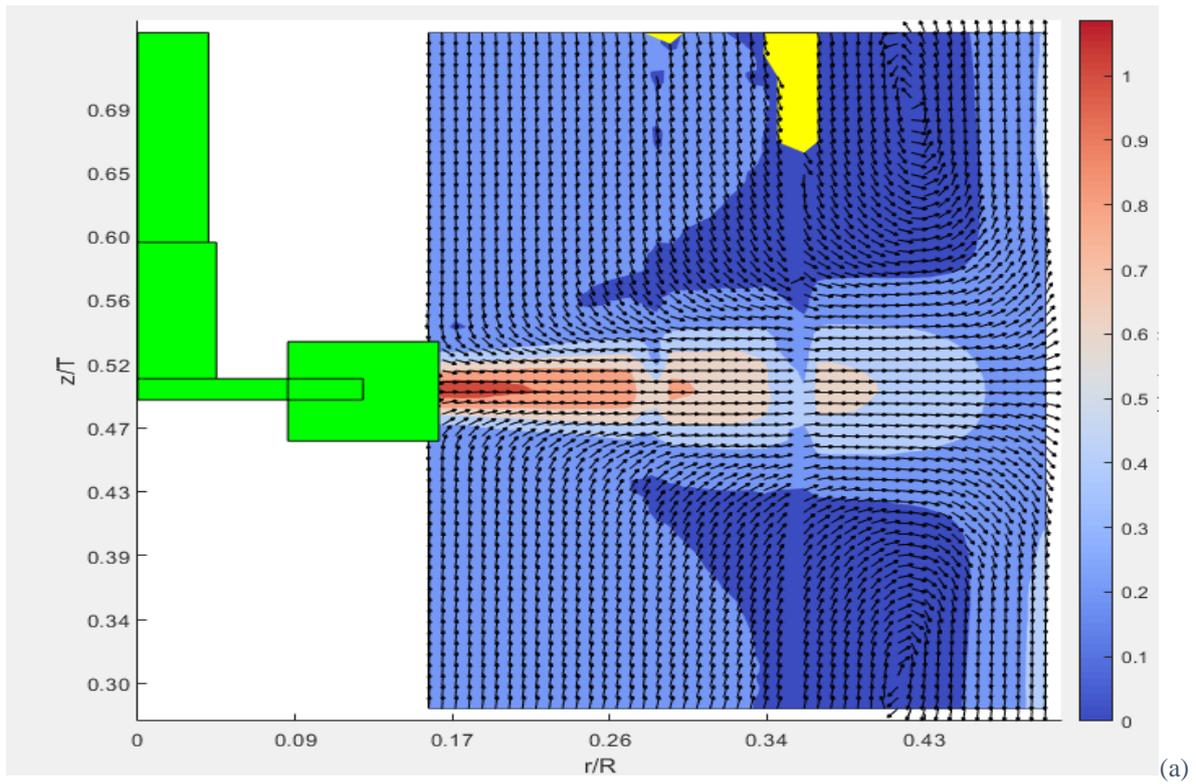
Il numero di stokes (St), definito come il rapporto tra il tempo di rilassamento della goccia/particella ( $t_p$ ) e il tempo di rilassamento del fluido ( $t_f$ ) in seguito ad un disturbo esterno, fornisce un'indicazione sulla capacità della particella di seguire le linee di flusso del fluido. Esso è definito da Rielly e Marquis (2001) per un reattore agitato meccanicamente, nel modo seguente:

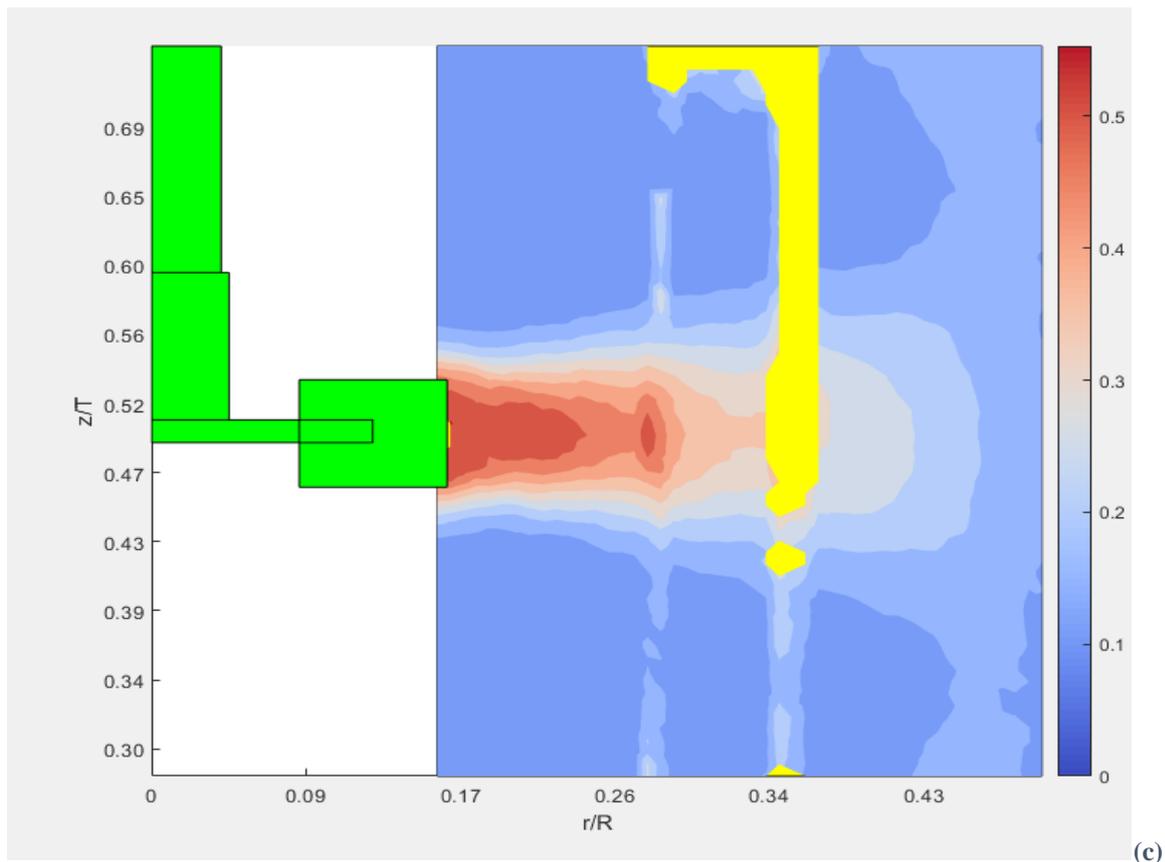
$$St = \frac{t_d}{t_f} \quad t_d = \frac{d_d^2 \rho_d}{18\mu} \quad t_f = \frac{aT}{0.53 \left(\frac{D}{W}\right) N D \left(\frac{D}{T}\right)^{\frac{7}{6}}} \quad (4.3)$$

Utilizzando queste relazioni il numero di Stokes delle gocce di gasolio formate a  $N=500$  rpm è dell'ordine di  $10^{-6}$ . Si può dunque dedurre che a tali velocità di agitazione le gocce di gasolio diventano traccianti del fluido, tanto quanto le particelle utilizzate. Diventa dunque impossibile, nel sistema studiato alle velocità di agitazione adottate, apprezzare delle differenze tra i campi di velocità del fluido e delle gocce di gasolio ottenuti con la PIV. Le misure PIV della fase continua sono comunque utili per valutare eventuali differenze della velocità media e fluttuante in presenza o in assenza della fase dispersa.

#### 4.3 Risultati PIV monofase acqua: campo di moto sul piano di misura e fluttuazioni

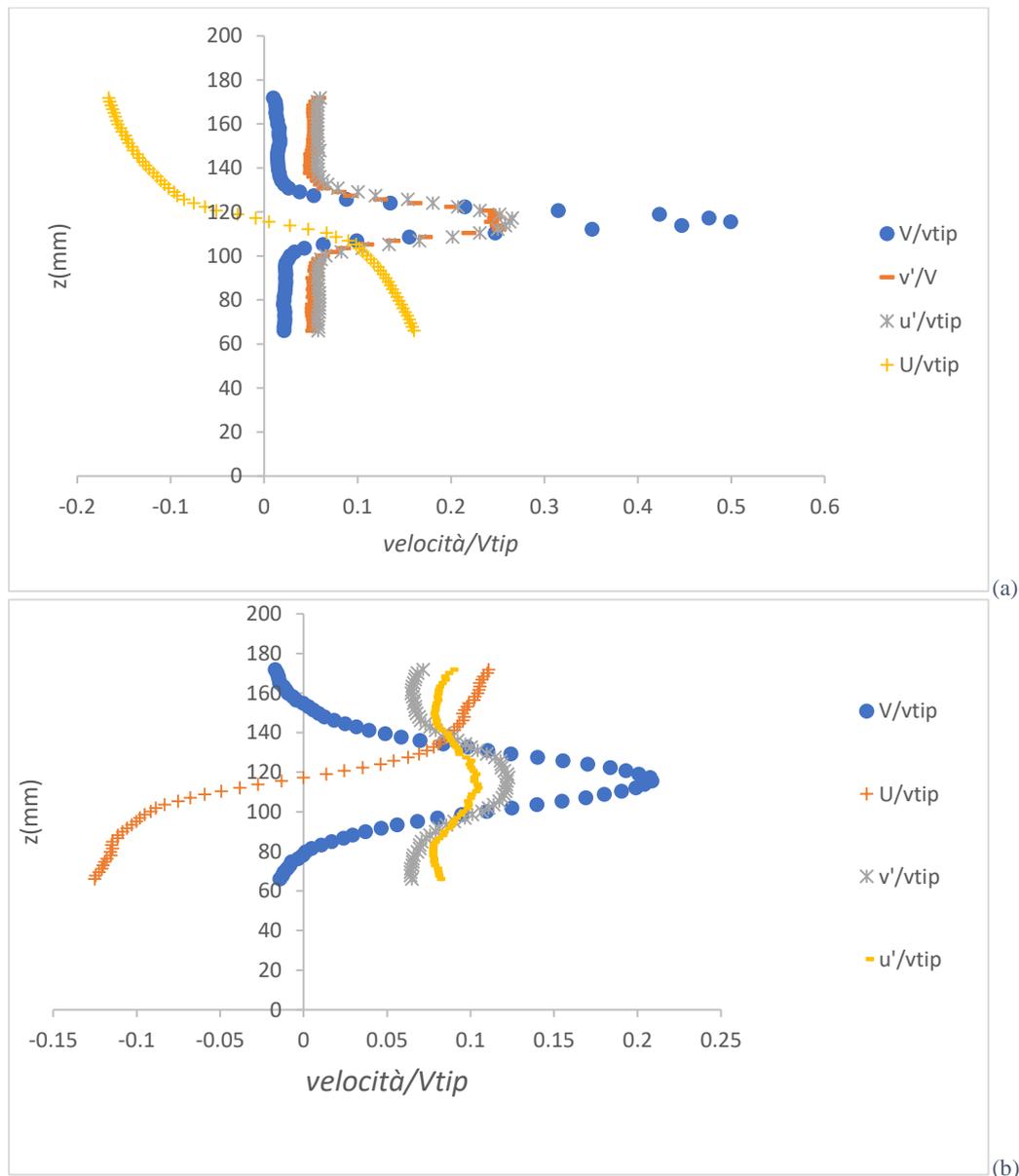
Prima di procedere con le misure delle velocità del sistema bifase con la tecnica PIV, è stato caratterizzato il campo di velocità medio nel reattore completamente riempito di sola acqua demineralizzata, agitato a  $N=500$ rpm. La misura è stata effettuata utilizzando un il tempo tra gli impulsi laser ( $\Delta t$ ) pari a 270us, la frequenza del laser a 5HZ, il numero di immagini acquisite pari a 2000 e l'area di interrogazione pari a  $5 \times 5 \text{mm}^2$  circa. Come tracciante sono state utilizzate particelle di Rodamina-B. Si è dunque montato il filtro rosa sulla telecamera adibita alla misura. In Figura 4.3(a) è mostrata la mappa vettoriale della velocità media che mostra il tipico campo di moto indotto dalla turbina Rushton, con il forte getto radiale nei pressi dell'agitatore e il doppio anello di ricircolazione tipici. Nelle Figure 4.3 (b) e (c), sono mostrate le mappe scalari rispettivamente dei valori r.m.s delle fluttuazioni di velocità radiale e assiale, che mostrano moduli simili, specie nei pressi dell'agitatore, pari a  $0.25 V_{tip}$  in accordo con quanto riportato da Lee & Yannakis (1998).





**Figura 4.3:** mostra in assenza di fase dispersa per  $N = 500\text{rpm}$ , (a) il campo di velocità media sul piano di misura; (b) r.m.s  $v'$ ; (c)r.m.s  $u'$ . La barra dei colori mostra il modulo della velocità (m/s).

In Figura 4.4 sono mostrati i profili delle velocità assiali e radiali insieme a quelli delle r.m.s delle fluttuazioni di velocità assiale e radiale per due differenti distanze dal centro del reattore. Tutti i valori di velocità sono scalati per la  $V_{tip}$ . Per  $r=52\text{mm}$  (Figura 4.4 (a)), si osserva un valore elevato di velocità nella componente radiale in quanto si è analizzato un profilo nei pressi della girante. Avvicinandosi alla parete ( $r=112\text{mm}$ , Figura 4.4 (b)) tale valore cala drasticamente e la componente assiale della velocità diventa più significativa. Si può notare, inoltre, l'inversione del verso della velocità assiale nelle due figure, dovuta al doppio anello di ricircolazione generato dalla turbina Rushton. Per quanto riguarda i valori di r.m.s. delle componenti assiali e radiali delle fluttuazioni di velocità, differenze maggiori osservano nei pressi della parete (Figura 4.4 (b)), dove presentano però intensità minore, mentre, nei pressi della girante (Figura 4.4 (a)), i valori delle due componenti sembrano equivalenti.



**Figura 4.4:** mostra l'andamento dei profili di velocità media radiale (V) e assiale(U), dei valori r.m.s delle fluttuazioni di velocità radiali ( $v'$ ) e assiali ( $u'$ ).  $N=500\text{rpm}$ . (a)  $r=52\text{mm}$  (b)  $r=106\text{mm}$ .

#### 4.4 Risultati PIV bifase: studio sistemi acqua-gasolio

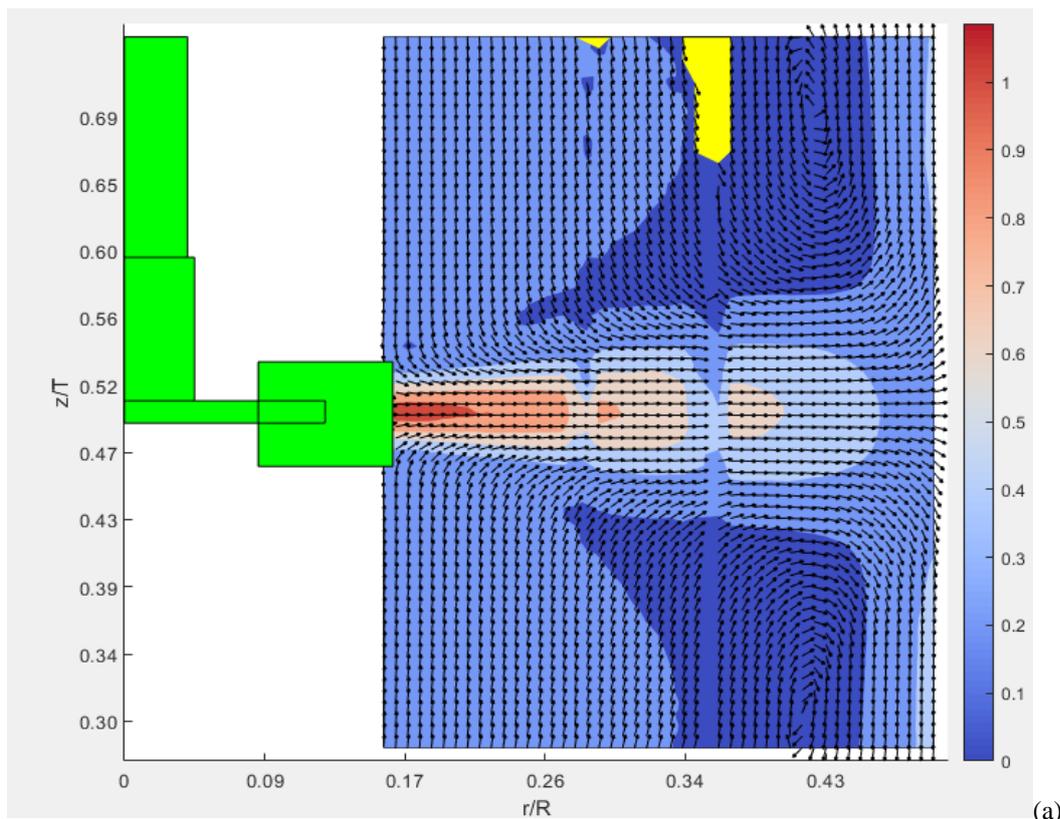
In seguito allo studio del campo di moto della sola fase acquosa, si è proceduto con lo studio del sistema bifase acqua-gasolio a differenti frazioni volumetriche (0,05% e 0,1%). Per misurare i campi di moto di acqua e gasolio in contemporanea è stata utilizzata la PIV bifase. Nella telecamera utilizzata per la misura della fase acquosa, è stato montato un filtro rosa, in quanto, come tracciante, sono state utilizzate particelle impregnate di Rodamina-B e l'apertura dell'obiettivo regolata a 4. Nell'altra telecamera, per la misura della fase dispersa, è stato montato un filtro verde, impostando l'apertura dell'obiettivo a 32. Le misure sono state

effettuate misurando successivamente i campi di moto, inizialmente in assenza di gasolio, poi dopo l'aggiunta di 5ml ( $\phi=0,05\%$ .) e infine dopo aver aggiunto altri 5ml ( $\phi=0,1\%$ ).

La velocità di agitazione è stata mantenuta per tutta la durata dell'esperimento pari a 500rpm. Prima delle due misure effettuate in presenza della fase dispersa, sono stati attesi i 40 minuti necessari per il raggiungimento dello stato stazionario (capitolo 3.2.2).

Inizialmente verranno valutate eventuali influenze della fase dispersa, presente in differenti frazioni volumetriche, sulla componente media e fluttuante di velocità dell'acqua. Successivamente sono stati confrontati i campi di moto e i profili di velocità scalari per la  $V_{tip}$  delle gocce di olio e della fase acquosa.

In Figura 4.5 sono mostrati i campi vettoriali di moto medio dell'acqua in assenza di gasolio (Figura 4.5 (a)) e a differente frazione volumetrica,  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$ , rispettivamente nelle Figure 4.5 (b) e (c). Non si osservano differenze tra la velocità media della fase acquosa in condizioni monofasiche e quelle con le frazioni volumetriche studiate. Si può dunque dedurre che in sistemi così diluiti, nelle condizioni adottate, la fase dispersa non influenza significativamente il campo di moto medio della fase continua.



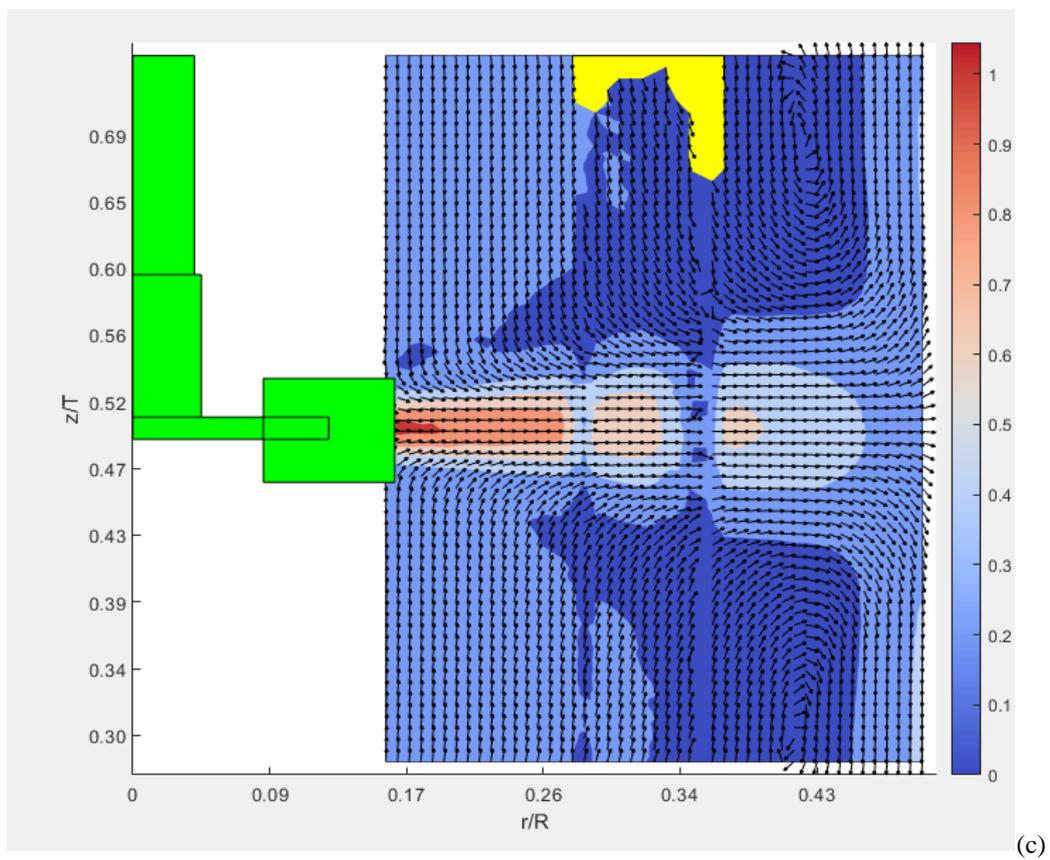
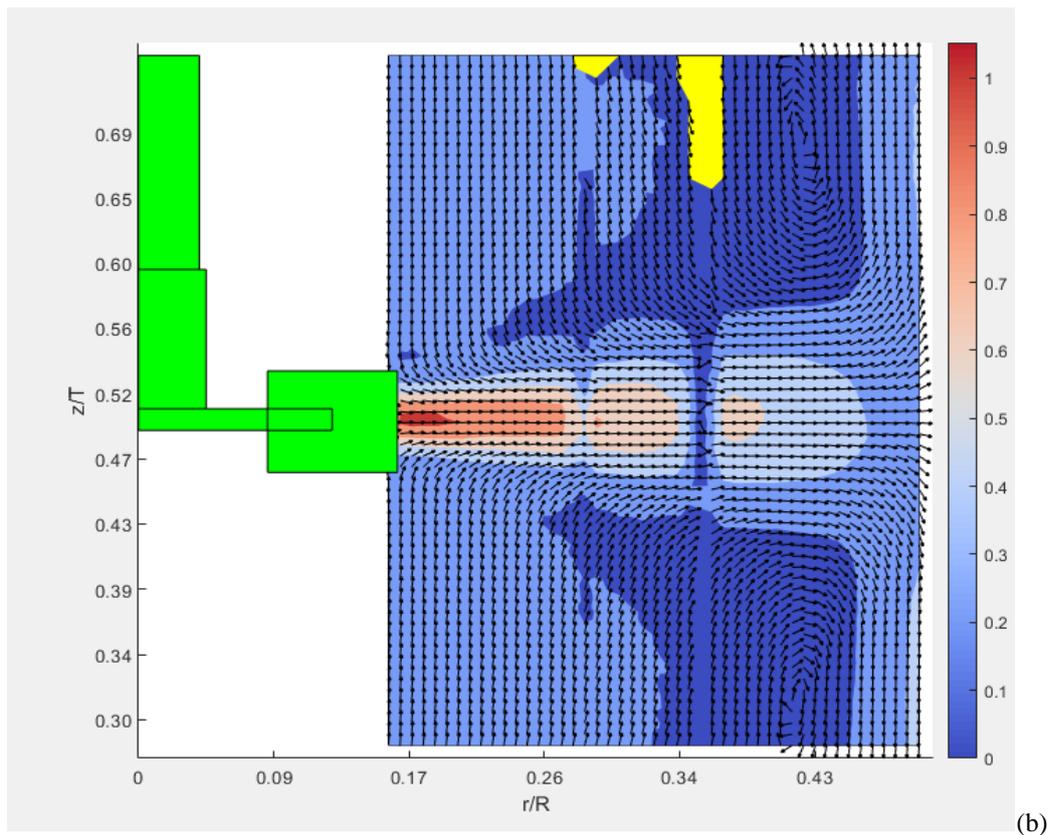
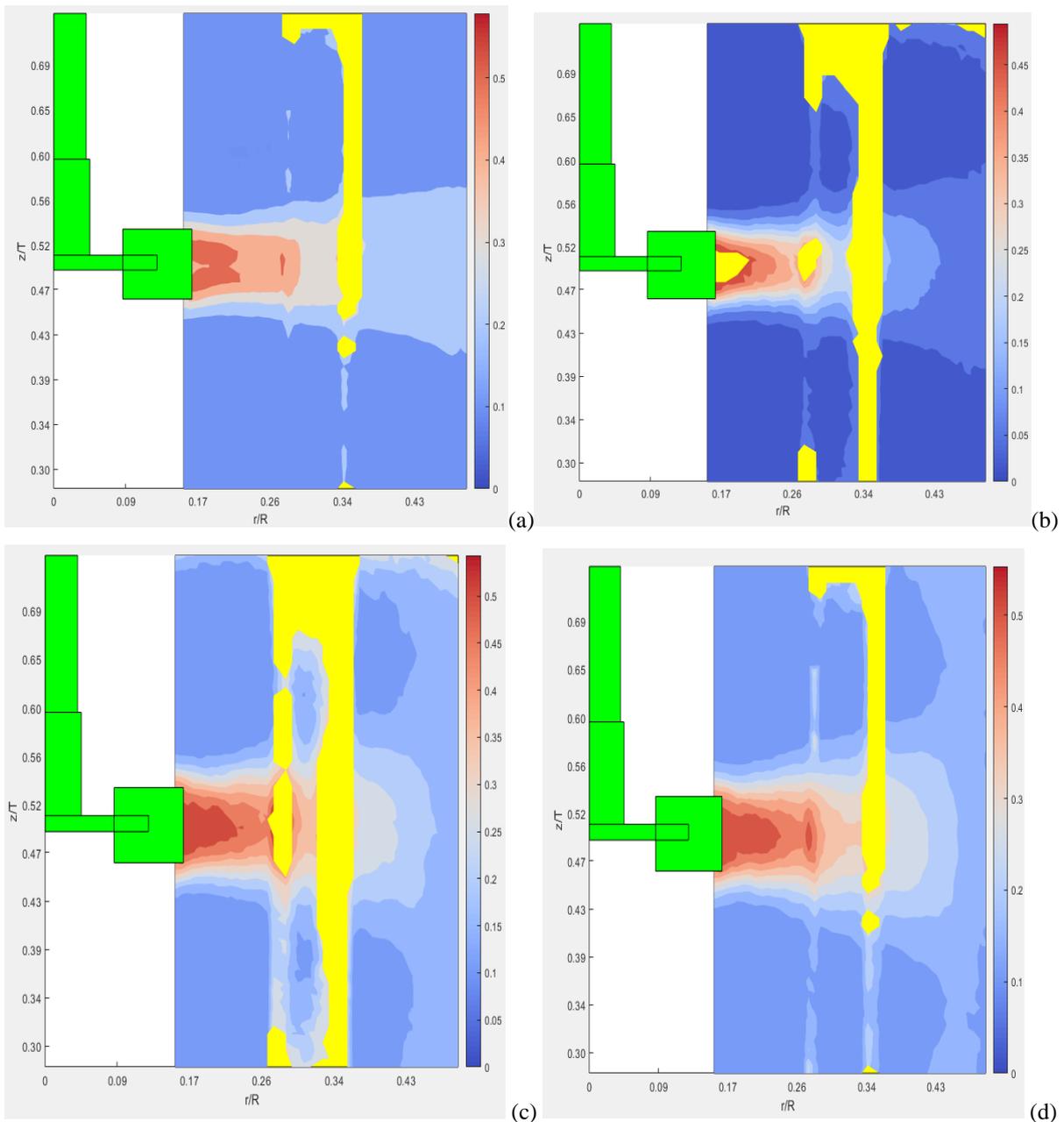
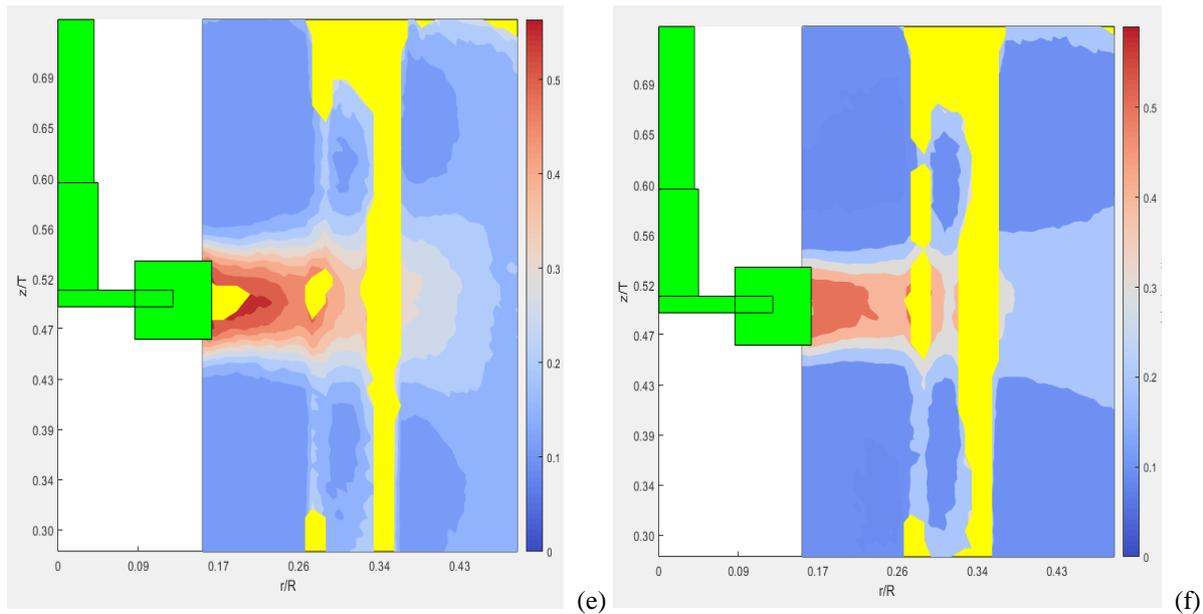


Figura 4.5: Mostra per  $N=500\text{rpm}$  (a) il campo di moto dell'acqua in assenza di olio; (b) il campo di moto dell'acqua con  $\phi=0,05\%$  di gasolio, (c) il campo di moto dell'acqua con  $\phi=0,01\%$  di gasolio. La barra dei colori mostra il modulo della velocità (m/s).

In Figura (4.6), sono mostrate le mappe scalari relative alle r.m.s delle componenti assiali e radiali delle fluttuazioni di velocità della fase acquosa a diversa frazione volumetrica di gasolio. In particolare, in Figura 4.6 (a), (b) e (c), sono mostrate le r.m.s. delle fluttuazioni di velocità radiale, misurate rispettivamente con frazioni volumetriche di gasolio pari  $\phi = 0\%$ ,  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$  e, analogamente, in Figura 4.6 (d), (e), (f) le r.m.s. delle fluttuazioni di velocità assiale.

Leggere differenze sembrano esservi all'aumentare della frazione volumetrica. Confrontando le mappe scalari In Figura 4.6 (a) e (c), per esempio, si possono osservare differenze sia nei pressi della girante, che nei pressi della parete.





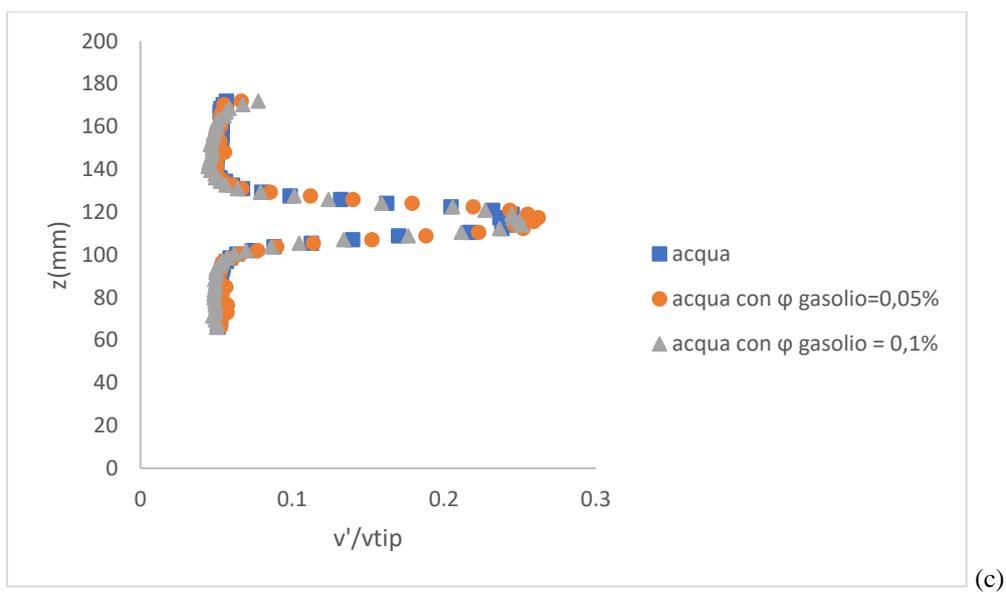
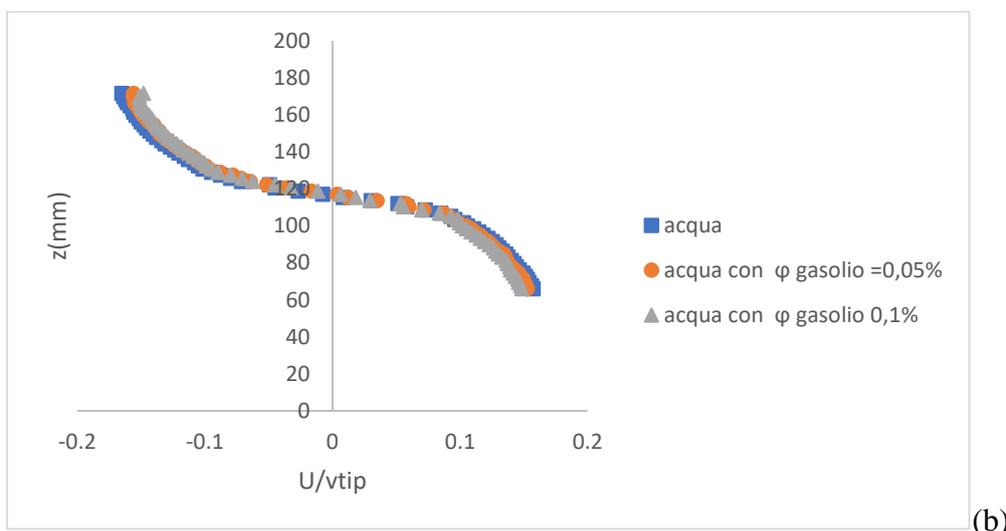
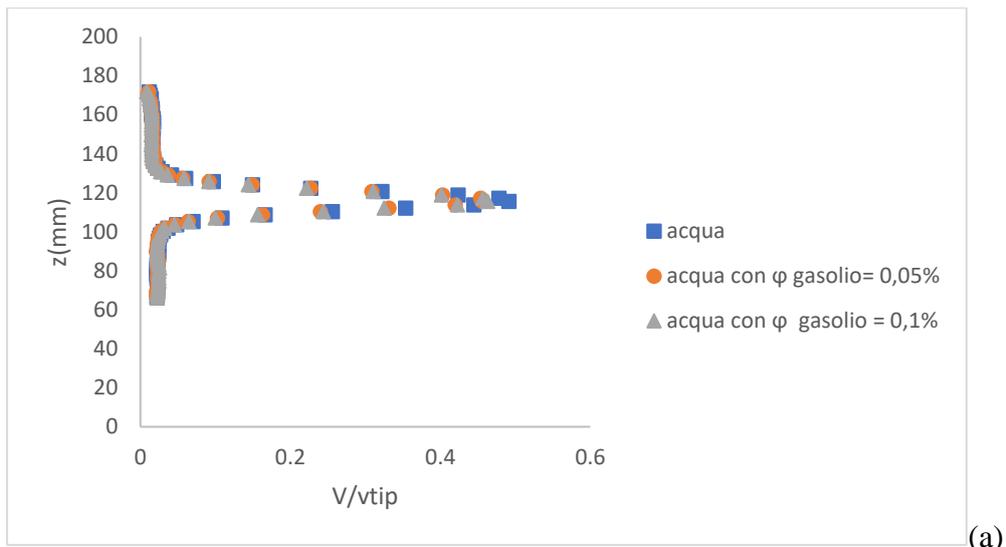
**Figura 4.6:** Mostra le mappe scalari delle r.m.s delle fluttuazioni di velocità radiale e assiale dell'acqua per diversa  $\phi$  per  $N=500\text{rpm}$ . (a) e (d) sono rispettivamente r.m.s  $v'$  e r.m.s.  $u'$  in assenza di gasolio. (b) e (e) sono rispettivamente r.m.s.  $v'$  e r.m.s.  $u'$  con  $\phi=0,05\%$  di gasolio. (c) e (f) sono rispettivamente r.m.s.  $v'$  e r.m.s.  $u'$  con  $\phi=0,1\%$  di gasolio. La barra dei colori mostra il modulo della velocità (m/s).

Per effettuare un confronto quantitativo delle componenti assiali e radiali della velocità media e delle r.m.s delle fluttuazioni di velocità della fase acquosa al variare della frazione volumetrica di gasolio, sono stati selezionati tre profili assiali a differenti distanze dal centro del reattore ( $r=52\text{mm}$ ;  $r=106\text{mm}$ ;  $r=112\text{mm}$ ).

Nelle Figure 4.7(a), 4.8(a), 4.9(a) state confrontate le velocità medie radiali, nelle Figure 4.7(b), 4.8(b), 4.9(b) le velocità medie assiali, nelle Figure 4.7(c), 4.8(c), 4.9(c) le r.m.s. delle fluttuazioni di velocità radiale e nelle Figure 4.7(d), 4.8(d), 4.9(d) le r.m.s. delle fluttuazioni di velocità assiale.

Osservando i profili di velocità media sia assiale che radiale dell'acqua, non si notano differenze al variare della frazione volumetrica nei tre profili selezionati.

Al contrario, delle differenze sono visibili per le r.m.s delle fluttuazioni, in particolare nei pressi della parete, dove le fluttuazioni hanno intensità minori (Figura 4.9 (c), (d)). Ciò vale sia per la  $v'$  che per  $u'$ . L'impressione, dunque, è che i cambiamenti, dovuti alla presenza di una fase dispersa, diventino sempre più rilevanti avvicinandosi a zone in cui l'intensità della turbolenza è minore, mentre nei pressi della girante, zona più interessante per studiare i fenomeni indotti dalle fluttuazioni di velocità, non vi siano differenze significative per sistemi così diluiti.



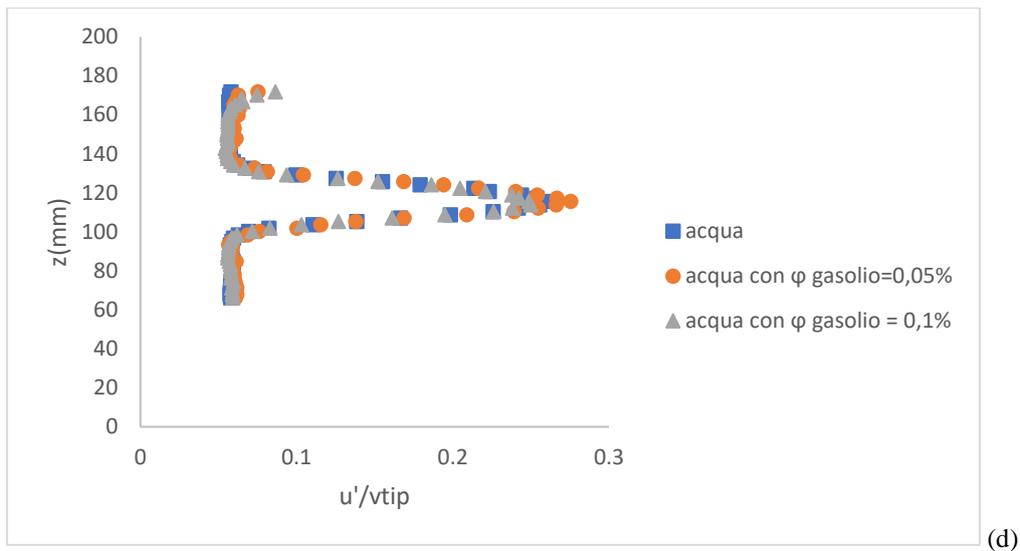
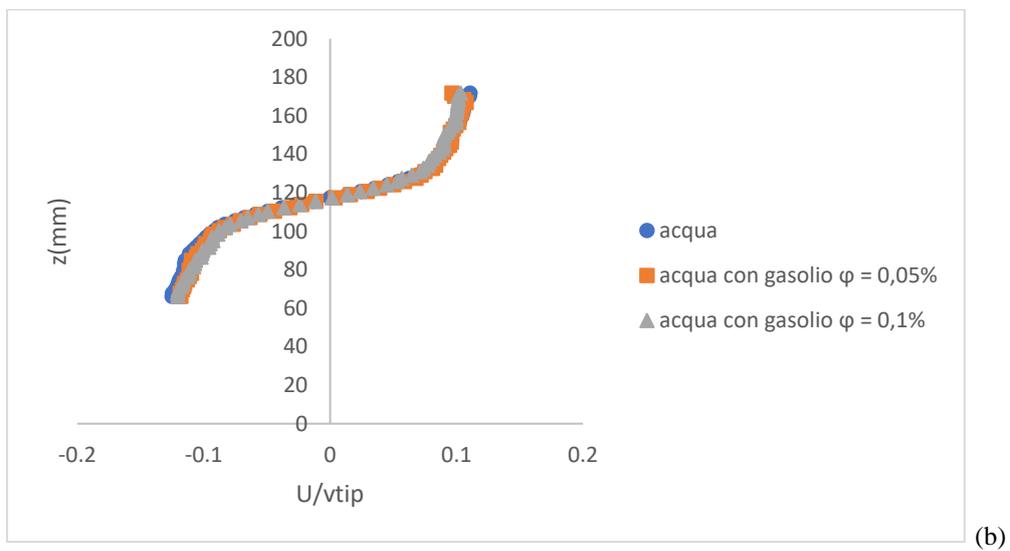
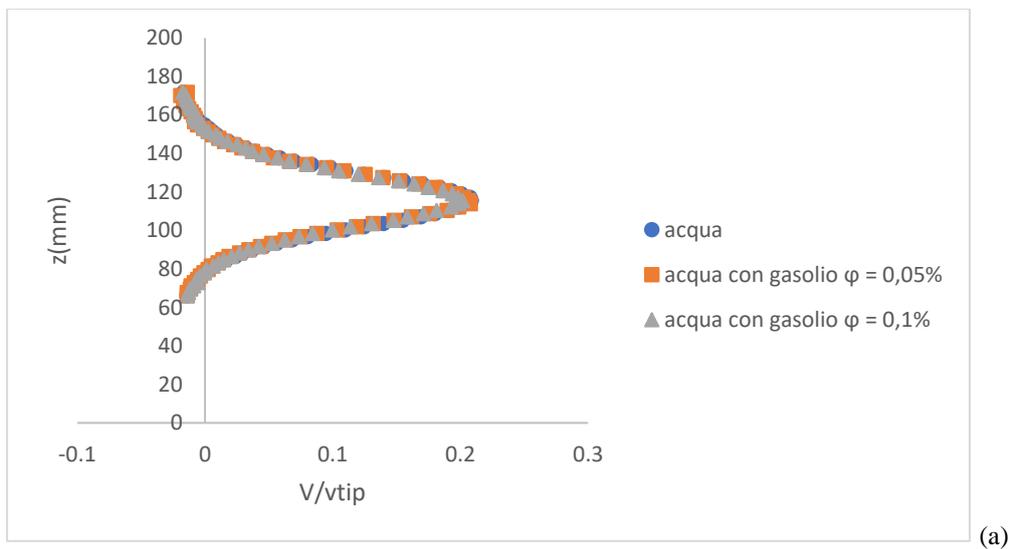
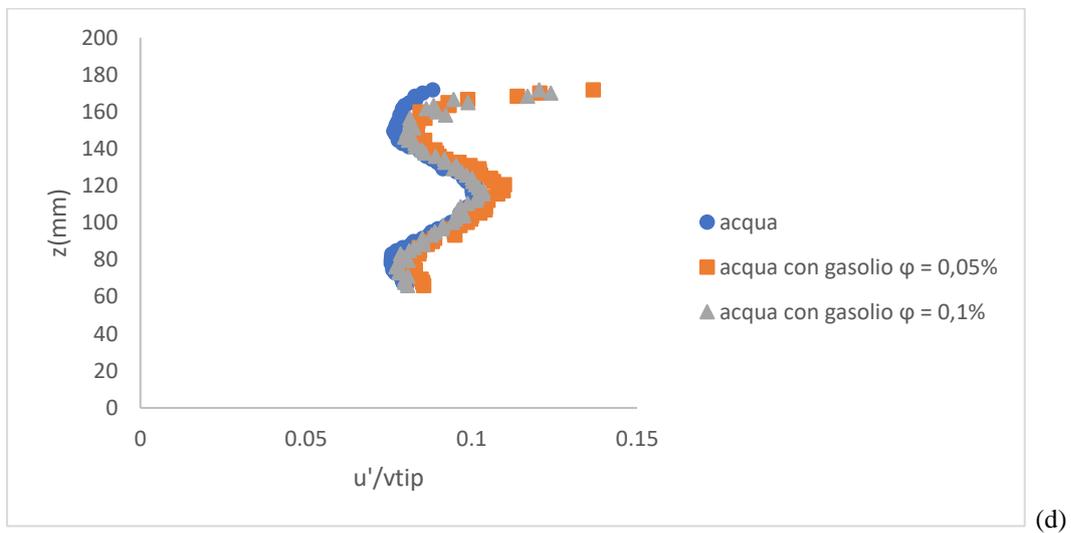
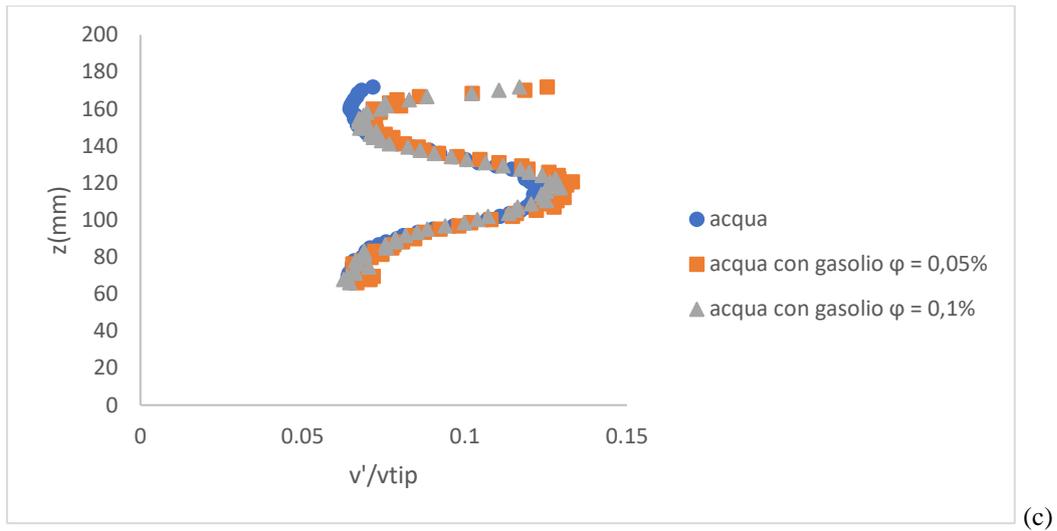
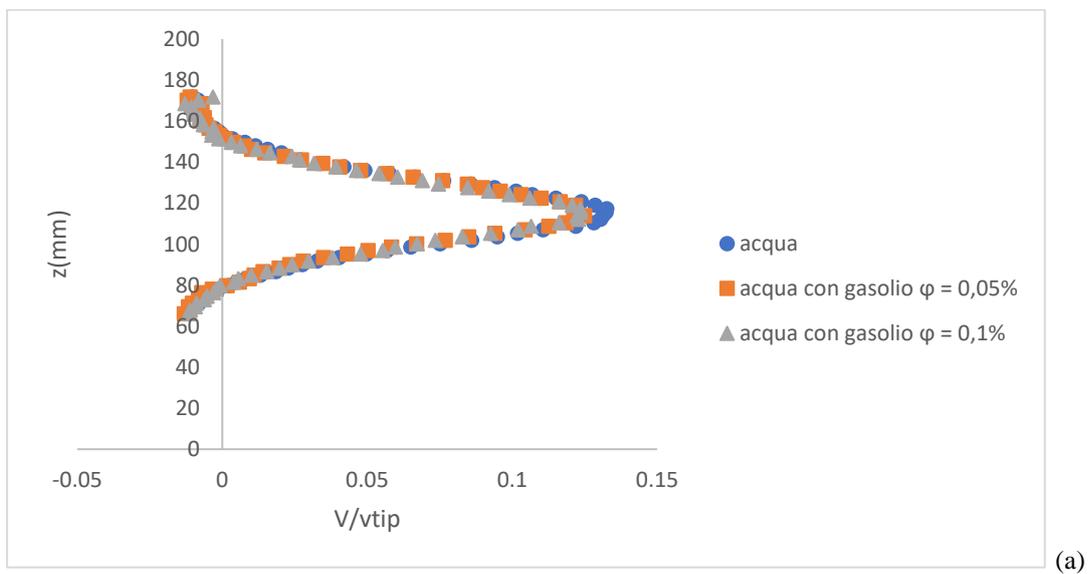


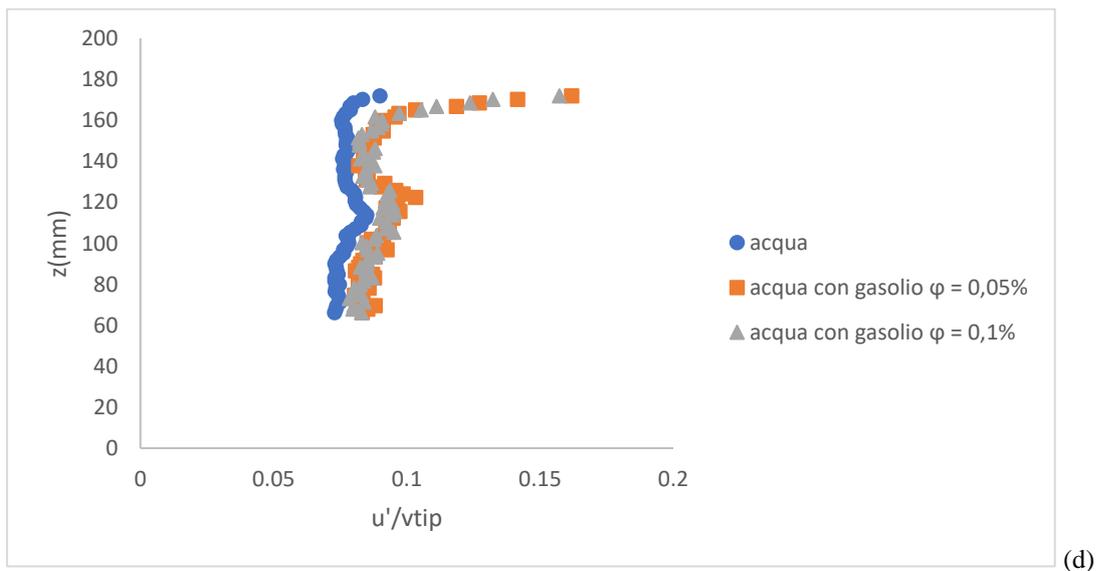
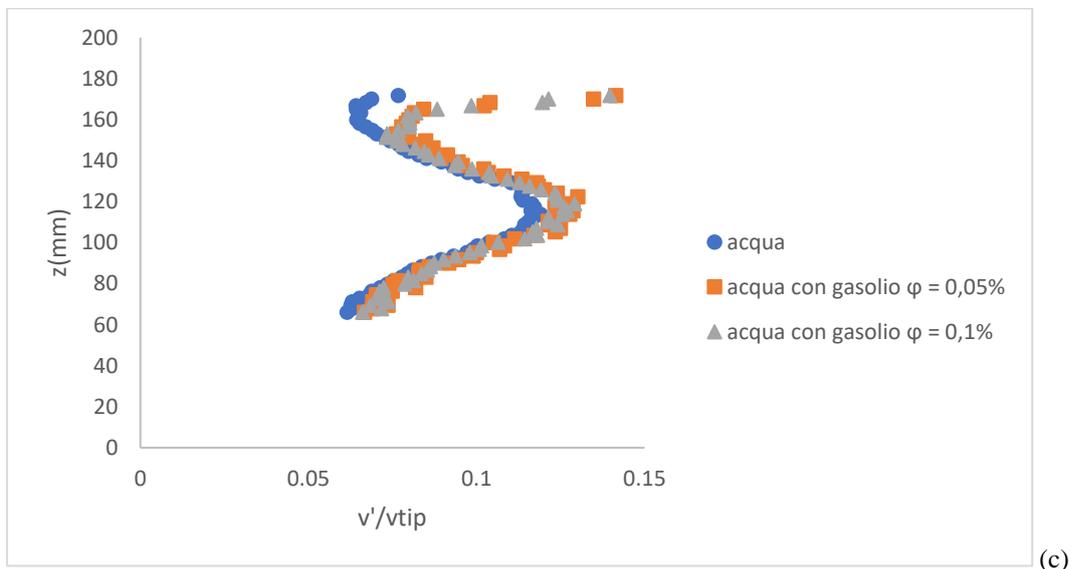
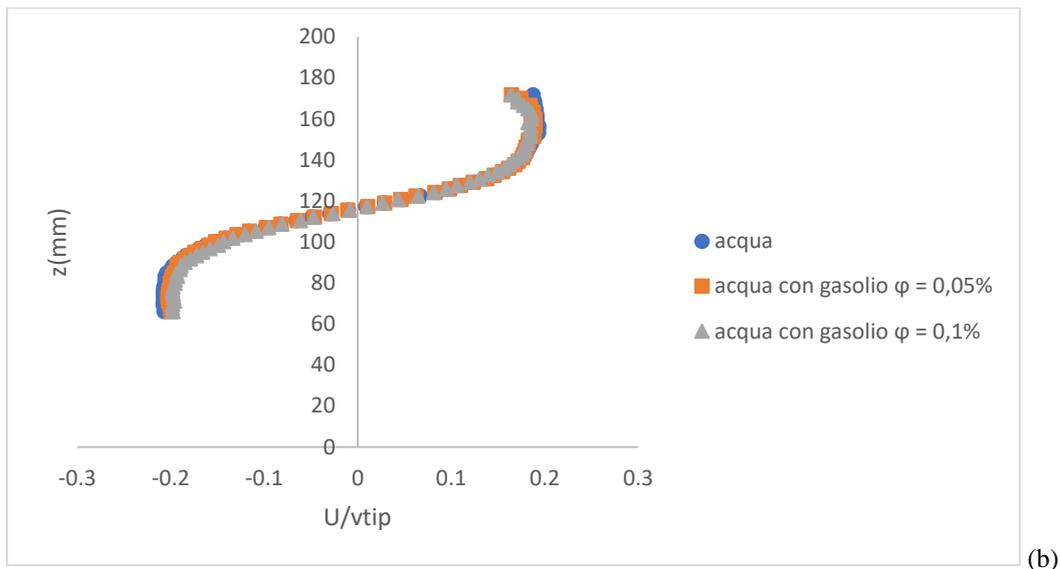
Figura 4.7: Mostra per  $N = 500\text{rpm}$  e  $r = 52\text{mm}$ ; il confronto tra profili di  $V/V_{tip}$ (a);  $U/V_{tip}$ (b), r.m.s  $v'/V_{tip}$ (c); r.m.s  $u'/V_{tip}$ (d) dell'acqua in tre condizioni: assenza di gasolio,  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$ .





**Figura 4.8:** Mostra per  $N = 500\text{rpm}$  e  $r = 106\text{mm}$ ; il confronto tra profili di  $V/V_{tip}$ (a);  $U/V_{tip}$ (b), r.m.s  $v'/V_{tip}$ (c); r.m.s  $u'/V_{tip}$ (d) dell'acqua in tre condizioni: assenza di gasolio,  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$ .

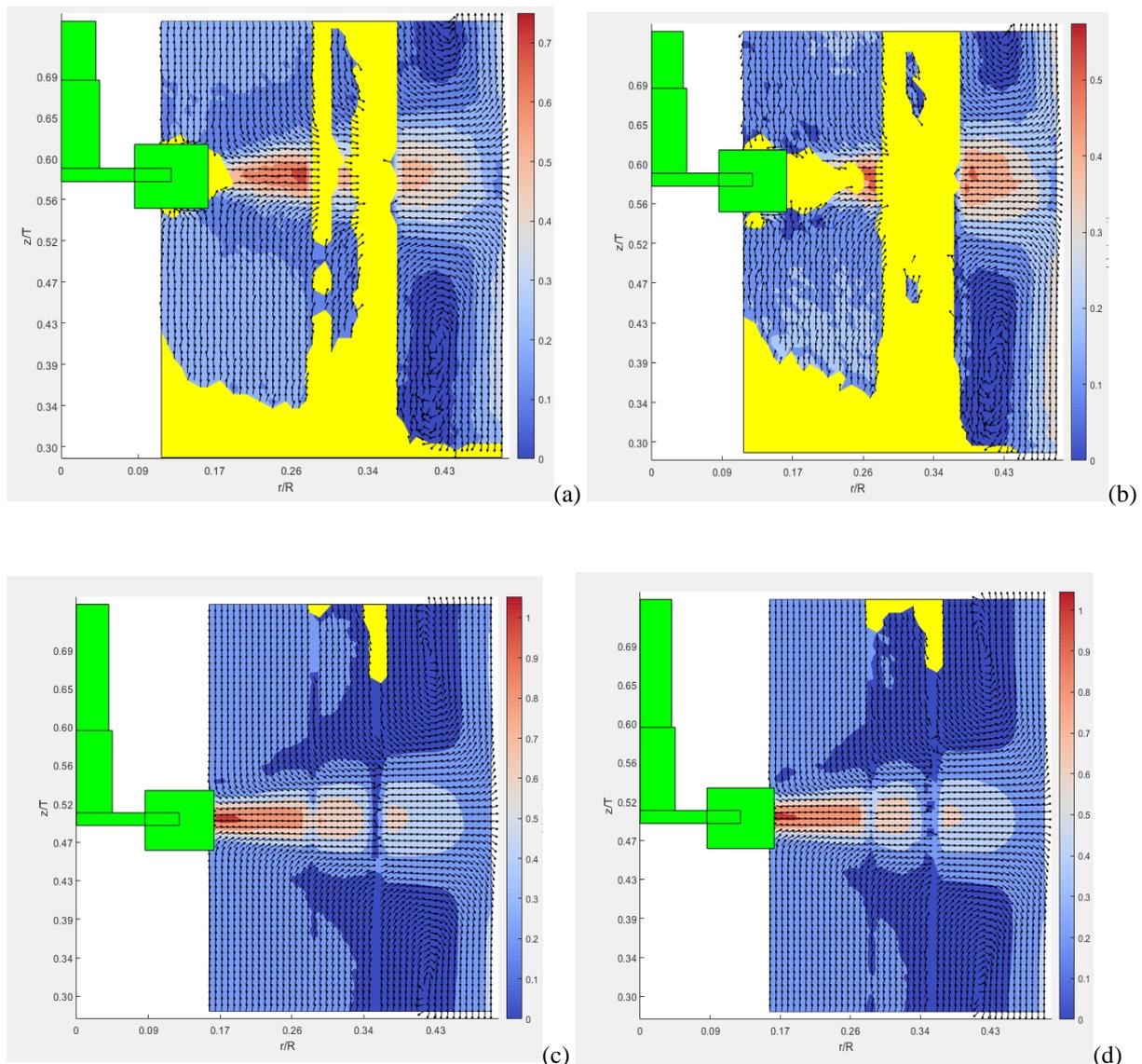




**Figura 4.9:** Mostra per  $N = 500\text{rpm}$  e  $r = 112\text{mm}$ ; confronto tra profili di  $V/V_{tip}$ (a);  $U/V_{tip}$ (b), r.m.s  $v'/V_{tip}$ (c); r.m.s  $u'/V_{tip}$ (d) dell'acqua in tre condizioni: assenza di gasolio,  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$ .

I campi di moto medi della fase dispersa, misurati con la PIV bifase, per  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$ , sono mostrati rispettivamente in Figura 4.10 (a) e (b). Risulta difficile valutare eventuali differenze tra questi e quelli della fase continua misurati contemporaneamente (Figura 4.10 (c) e (d)), a causa della misura effettuata con una frazione volumetrica pari a 0,1% (in misura minore anche per la misura a 0,05%), dove si è riscontrato un visibile aumento della torbidità, che ha probabilmente ostacolato la misure al centro del reattore.

Per lo stesso motivo non è stato possibile indagare le fluttuazioni di velocità della fase dispersa ed è stato possibile confrontare i profili di velocità del gasolio unicamente nella zona del piano di misura compresa tra la proiezione dei setti frangivortice sul piano di misura e la parete. Le distanze radiali dal centro del reattore analizzate sono state  $r=100\text{mm}$  per i profili di velocità radiale e  $r=112$  per i profili di velocità assiale, entrambi scalati per la  $V_{tip}$ .

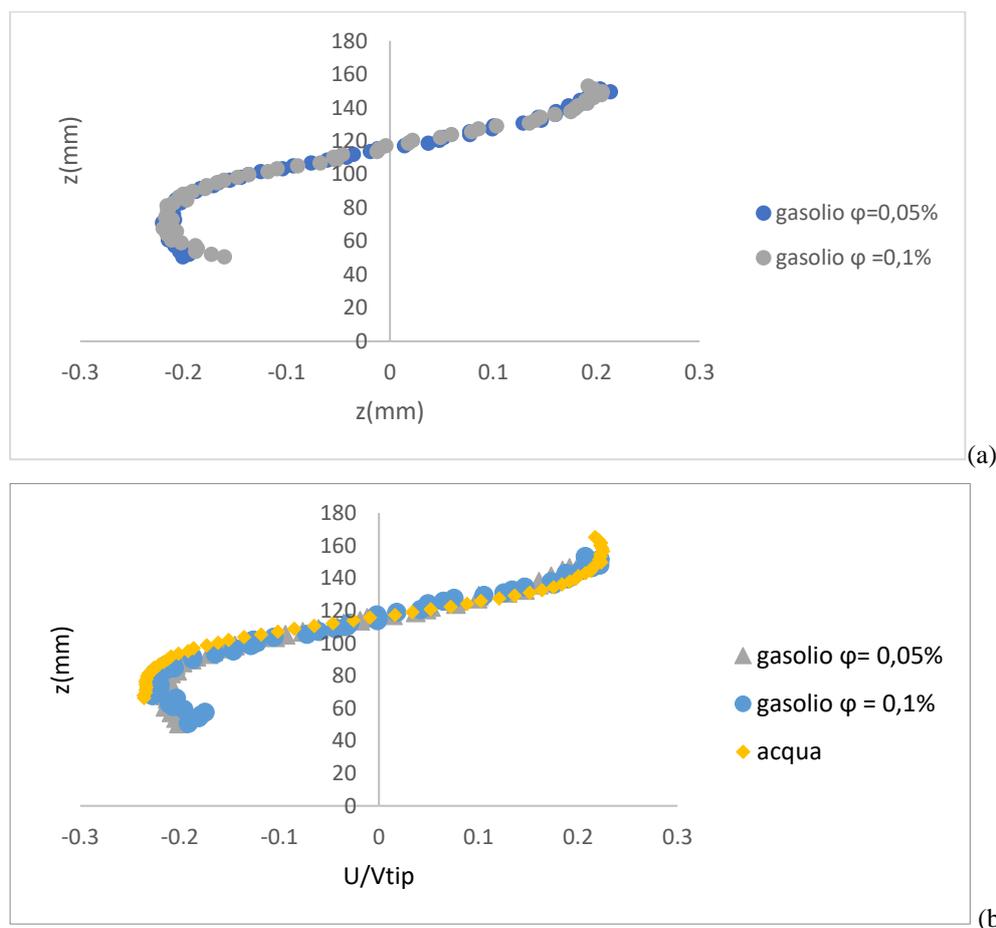


**Figura 4.10:** Mostra per  $N=500\text{rpm}$  (a) il campo di moto gasolio  $\phi = 0,05\%$ ; (b) il campo di moto gasolio  $\phi = 0,1\%$ ; (c) il campo di moto dell'acqua con  $\phi = 0,05\%$ ; (d) il campo di moto dell'acqua con  $\phi = 0,1\%$ . La barra dei colori mostra il modulo della velocità (m/s).

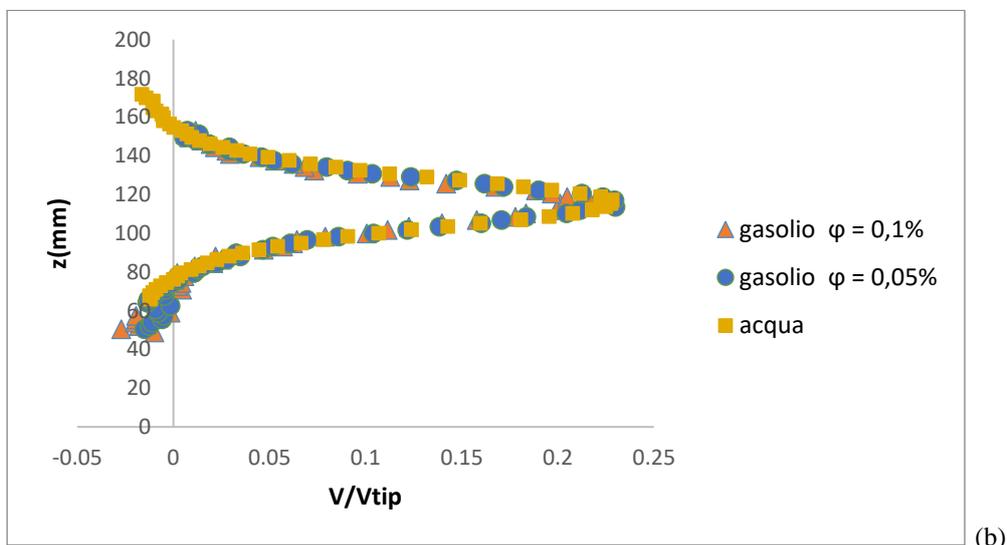
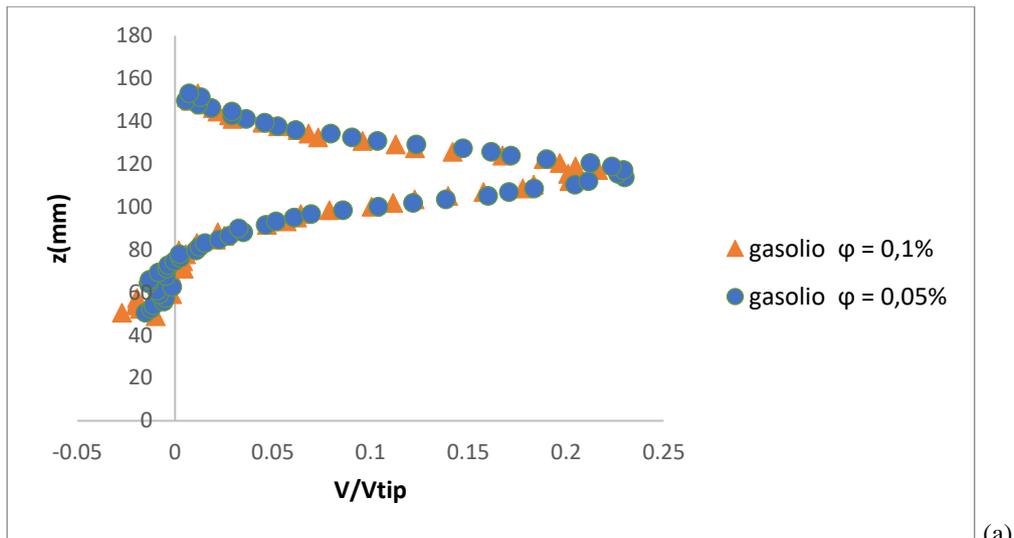
In Figura 4.11(a) sono confrontati i profili di velocità assiale delle gocce di gasolio per  $\phi=0,05\%$  e  $\phi=0,1\%$  e in Figura 4.11(b) gli stessi profili sono confrontati con quelli della fase acquosa. Analogamente in Figura 4.12 sono confrontati i profili di velocità radiale.

Come si può osservare dai grafici in Figura 4.11(a), 4.12(a) le differenze di velocità non sono marcate per i sistemi contenenti frazioni volumetriche differenti, che, a loro volta, presentano cambiamenti minimi anche rispetto alla fase continua (Figure 4.11(b), 4.12(b)).

Ci si poteva aspettare che i diametri delle gocce generate nel sistema con più gasolio fossero maggiori e quindi si evidenziassero differenti profili di velocità. Come è però mostrato nel capitolo 4.2, le gocce, formate nello stesso sistema con frazione volumetrica pari a 0,1%, presentano dimensioni tali da renderle traccianti della fase acquosa e non c'è ragione per cui gocce formate con una frazione minore non siano traccianti. Ciò spiega i risultati ottenuti, in cui non si osservano differenze significative in alcun caso, confermando le ipotesi effettuate nel capitolo 4.2 alla luce dei diametri delle gocce di gasolio misurati.



**Figura 4.11:Mostra per  $N=500\text{rpm}$  e  $r=112\text{mm}$  (a)il confronto dei profili  $U/V_{tip}$  per la fase dispersa a  $\phi=0,05\%$  e  $\phi=0,1\%$ ; (b) il confronto degli stessi profili con quello della fase acquosa.**



**Figura 4.12:**Mostra per  $N=500\text{rpm}$  e  $r=100\text{mm}$  (a) il Confronto dei profili di  $V/V_{tip}$  per la fase dispersa a  $\phi = 0,05\%$  e  $\phi = 0,1\%$  ; (b)il confronto degli stessi profili con quello della fase acquosa.

#### 4.5 Misure PIV Gasolio, oil1 e oil2

In questo capitolo sono presentati i risultati ottenuti con i tre oli differenti. Le misure sono state effettuate con una sola telecamera utilizzando la procedura illustrata nel capitolo 3.4 e 3.4.1, mantenendo una frazione volumetrica in tutti le misure pari a  $\phi = 0,05\%$ .

Per ogni olio sono mostrati nelle figure 4.13, 4.14 e 4.15 i campi di moto medio ottenuti a tre velocità di agitazione differenti (400, 500, 650rpm). Subito visibile è la qualità delle misure, dipendente dal numero di vettori validati  $N_v$ , molto maggiore per il sistema acqua-gasolio rispetto a quelle con l'oil1 e l'oil2. Ciò potrebbe essere dovuto agli indici di rifrazione dei due oli siliconici, più vicini a quello dell'acqua rispetto al gasolio

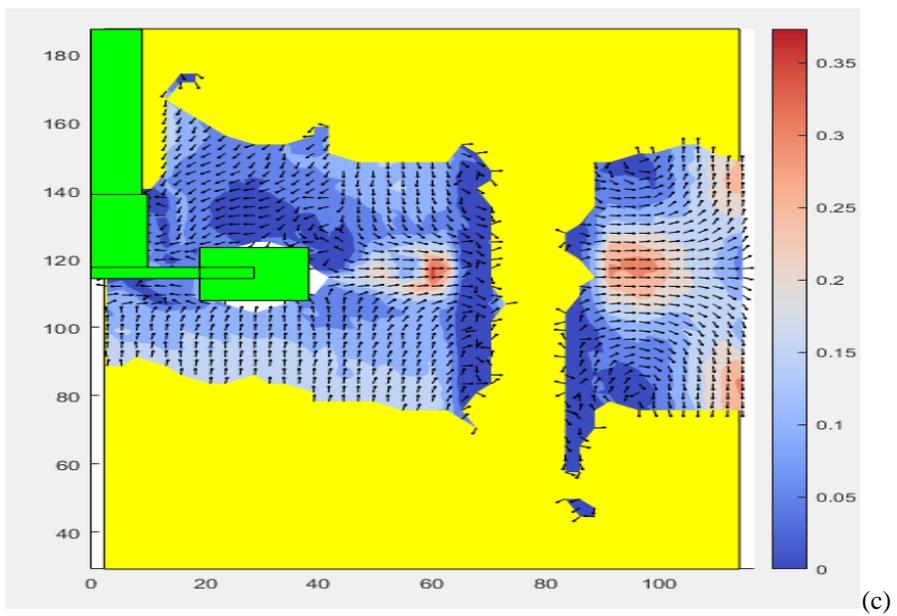
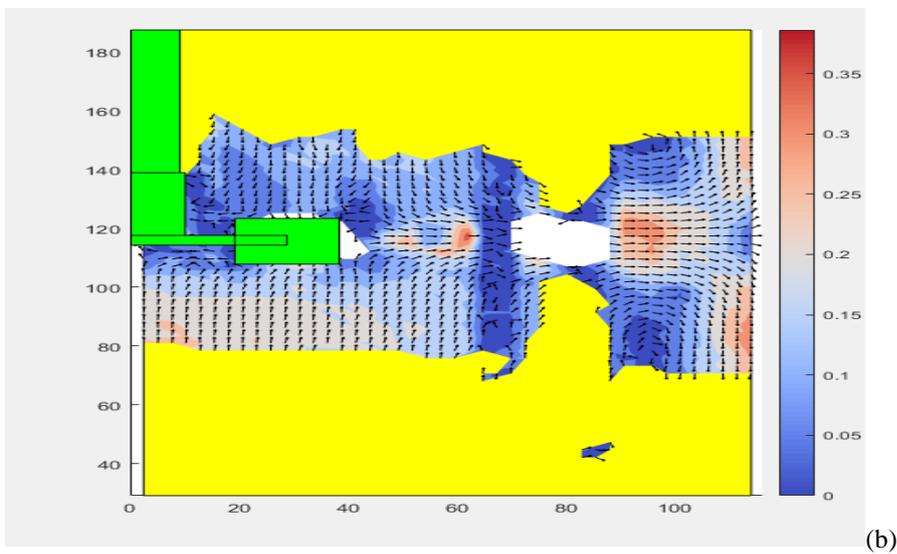
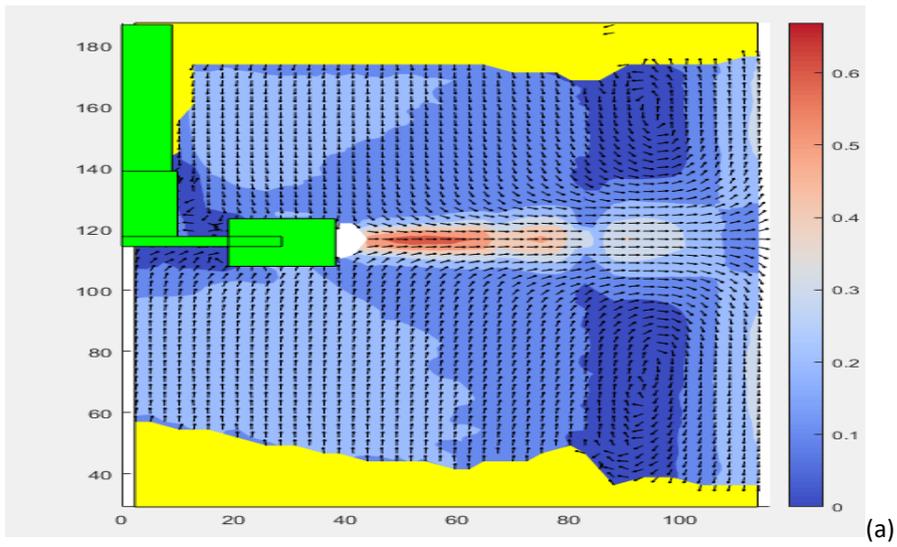
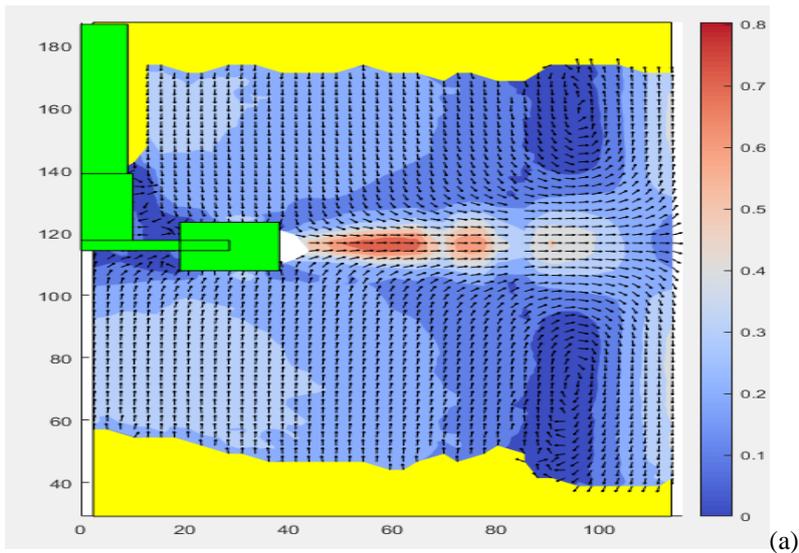
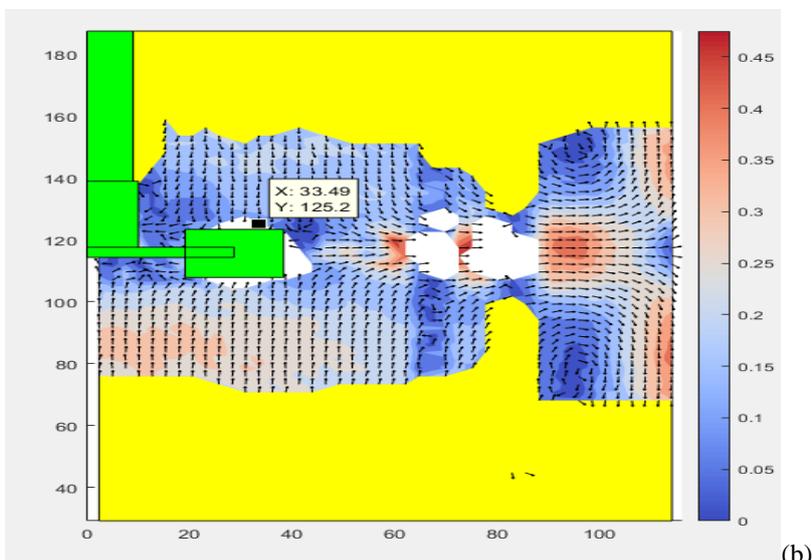


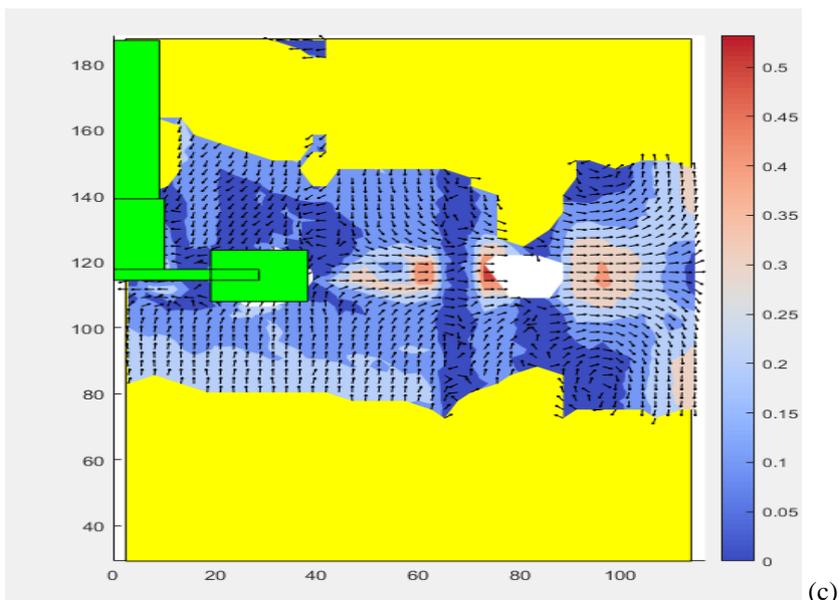
Figura 4.13: Mostra per  $N=400\text{rpm}$ ,  $\phi = 0,05\%$  i campi di moto medio del gasolio (a), dell'oil1(b) e dell'oil2 (c) La barra dei colori mostra indica il modulo della velocità (m/s).



(a)



(b)



(c)

Figura 4.14: Mostra per  $N=500\text{rpm}$ ,  $\phi = 0,05\%$  i campi di moto medio del gasolio (a), dell'oil1(b) e dell'oil2 (c) La barra dei colori mostra indica il modulo della velocità (m/s).

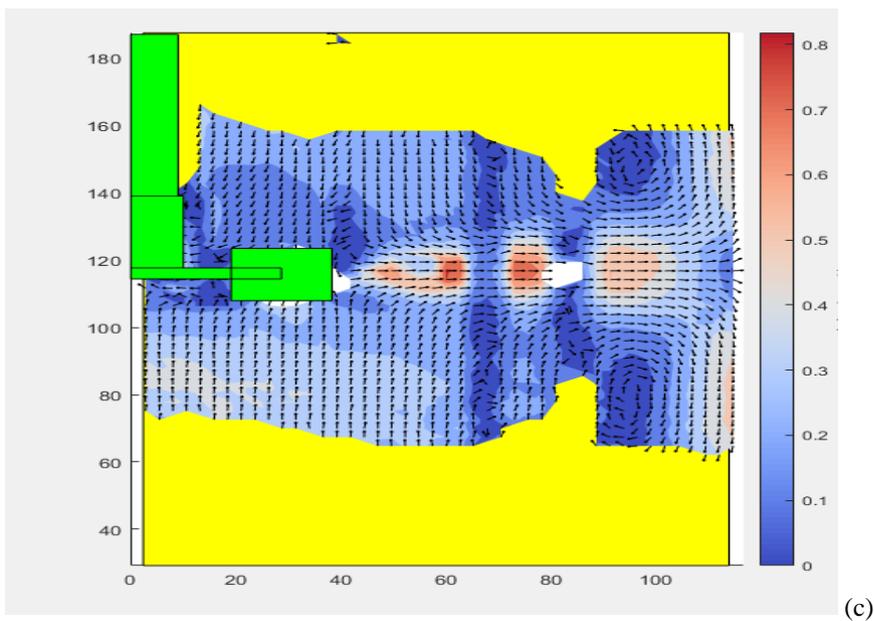
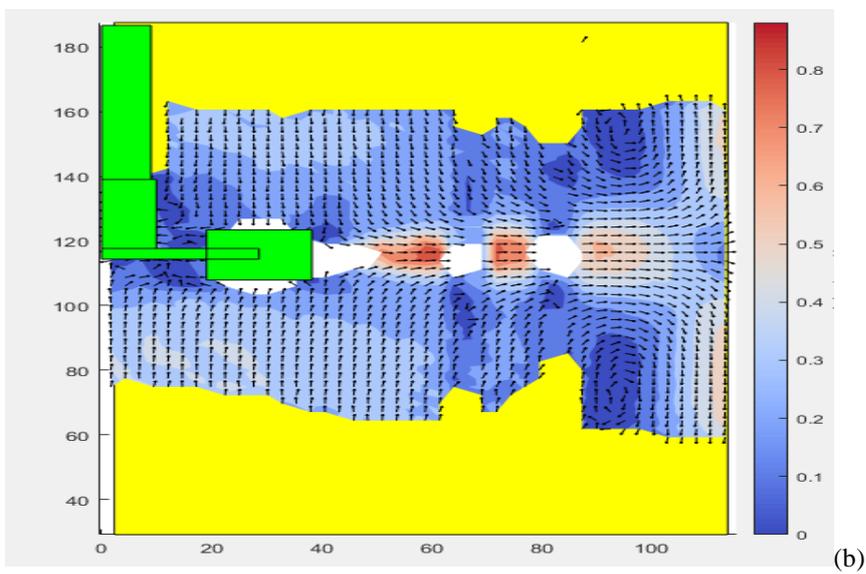
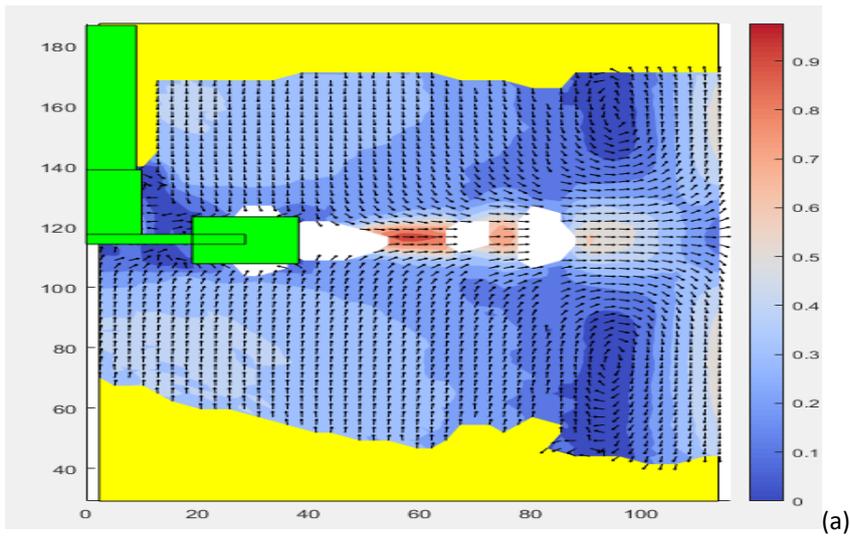


Figura 4.15: Mostra per  $N=650\text{rpm}$ ,  $\phi = 0,05\%$  i campi di moto medio del gasolio (a), dell'oil1(b) e dell'oil2 (c) La barra dei colori mostra indica il modulo della velocità (m/s).

Successivamente sono stati confrontati i profili di velocità radiale per  $r=92\text{mm}$  (più vicino possibile alla girante compatibilmente a  $N_v$ ) e i profili di velocità assiale a  $r=114\text{mm}$ , vicino alla parete del reattore. Le velocità, scalate tutte per la  $V_{tip}$ , sono state inizialmente confrontate per oli differenti per ogni velocità di agitazione (Figura 4.16, 4.17 e 4.18) e successivamente sono state valutate le eventuali differenze che presentavano le velocità scalate a diverse velocità di agitazione per ogni olio (Figura 4.19, 4.20). Quest'ultimo confronto è stato effettuato per verificare se le dimensioni delle gocce dei vari oli subissero variazioni tali che i campi di moto misurati non scalassero più con la  $V_{tip}$ .

Dall'analisi statistica effettuata, descritta nel capitolo 3.4.2, effettuata quando tutti e tre i campi di moto analizzati presentano un  $N_v$  sufficientemente elevato nella zona di interesse (ovvero tutte le misure sono significativa, da non scartare), si riportano i valori di deviazioni standard calcolati, tramite l'equazione 3.7, nella coordinata rappresentativa di un valore elevato di velocità radiale  $j$  ( $r=92\text{mm}$  ;  $z=116\text{mm}$ ;  $\theta=0$ ) per i tre differenti oli analizzati.

$$\sigma_j \text{ oil1} = 0.027 V/v_{tip}$$

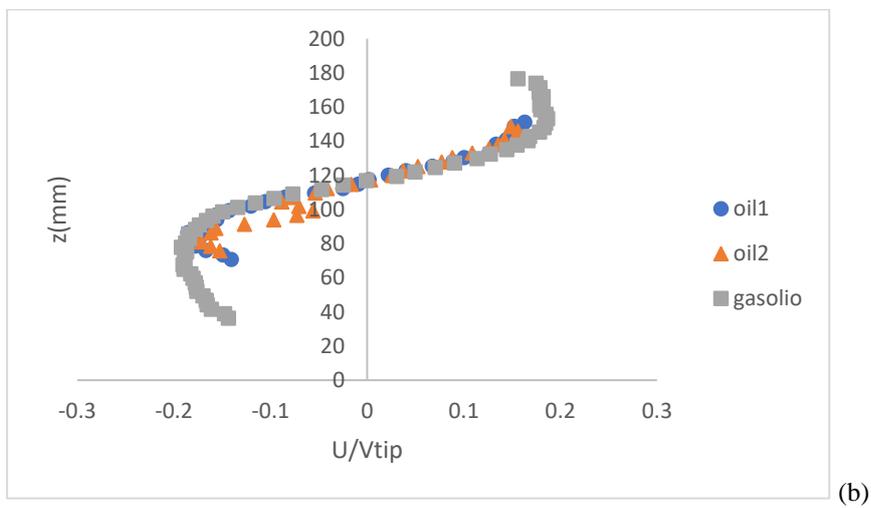
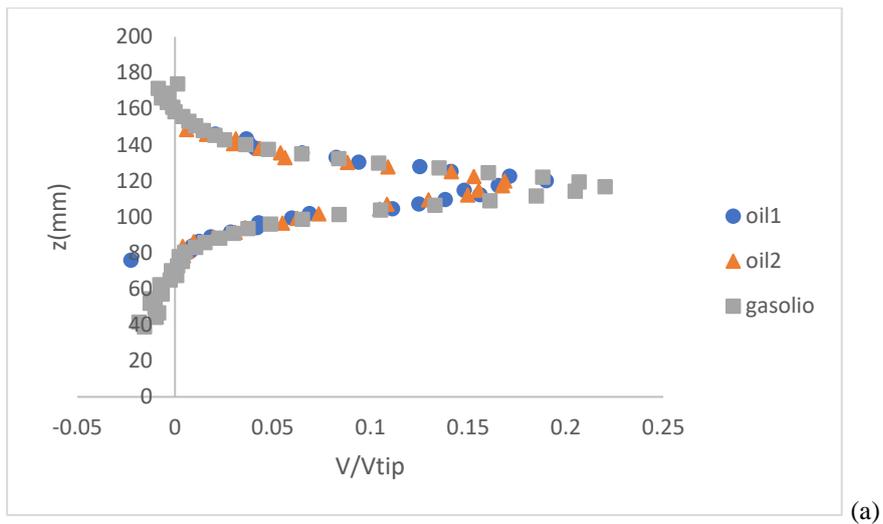
$$\sigma_j \text{ oil2} = 0.026 V/v_{tip}$$

$$\sigma_j \text{ gasolio} = 0.024 V/v_{tip}$$

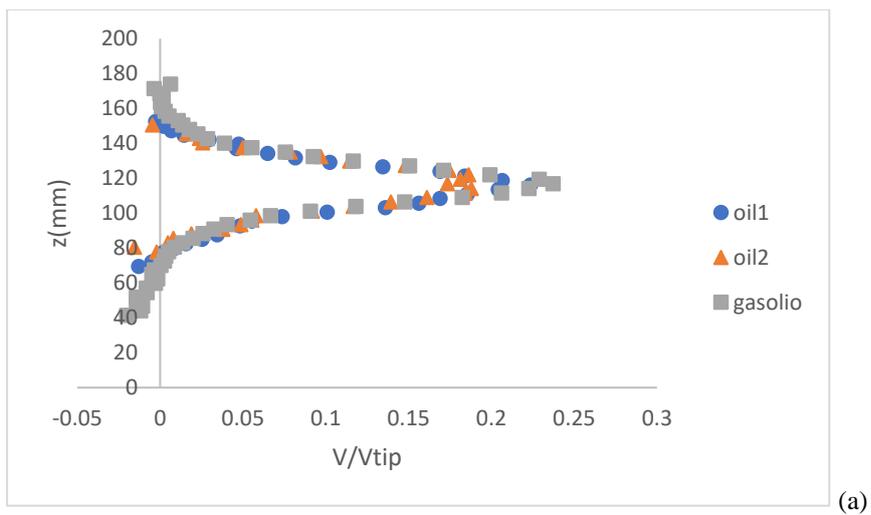
Se, dunque, il modulo della differenza di velocità tra i due oli calcolato per una coordinata, ha un valore minore della somma delle deviazioni standard dei due oli, tale differenza potrebbe essere dovuta da un errore sperimentale

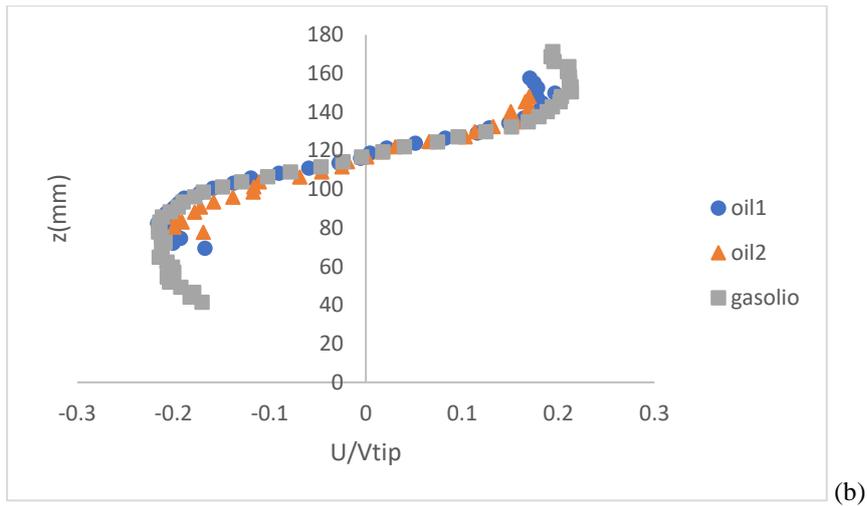
Dai risultati mostrati nelle Figure 4.16 , 4.17, si nota come le velocità maggiori siano sempre quelle relative al gasolio. In particolare, Le differenze maggiori, si osservano a velocità di agitazione pari a 400 e 500rpm tra i profili di velocità radiale del gasolio e dell'oil2 (Figura 4.16 (a), 4.17 (a)). Da sottolineare che, per  $N=400\text{rpm}$  (Figura 4.16 (a)), le differenze sono maggiori della somma delle deviazioni standard del gasolio e dell'oil2..

Per quanto riguarda i profili assiali mostrati in Figura 4.16 (b) e 4.17 (b) l'unica evidenza è la velocità del gasolio sempre maggiore in modulo rispetto alle velocità dei due oli, anche se tali differenze di velocità ricadono all'interno della somma delle deviazioni standard. Per quanto riguarda i profili di velocità sia assiale che radiale mostrati in Figura 4.18, ottenuti dalle misure effettuate a 650rpm, non si riscontrano differenze.

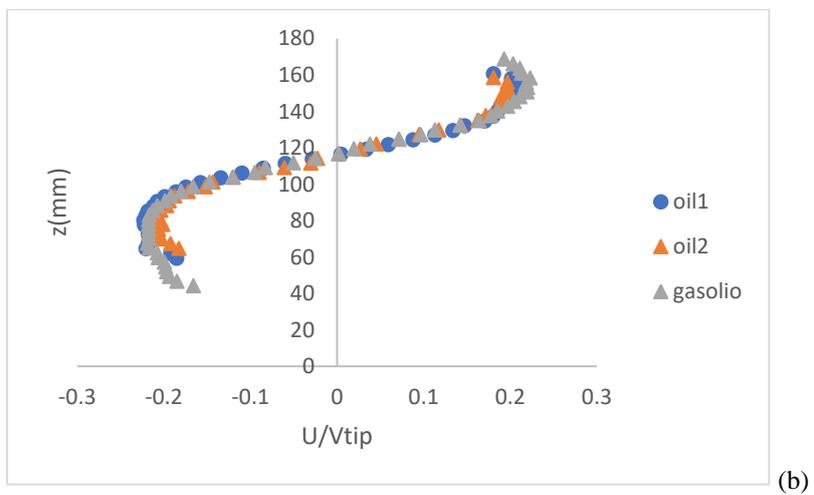
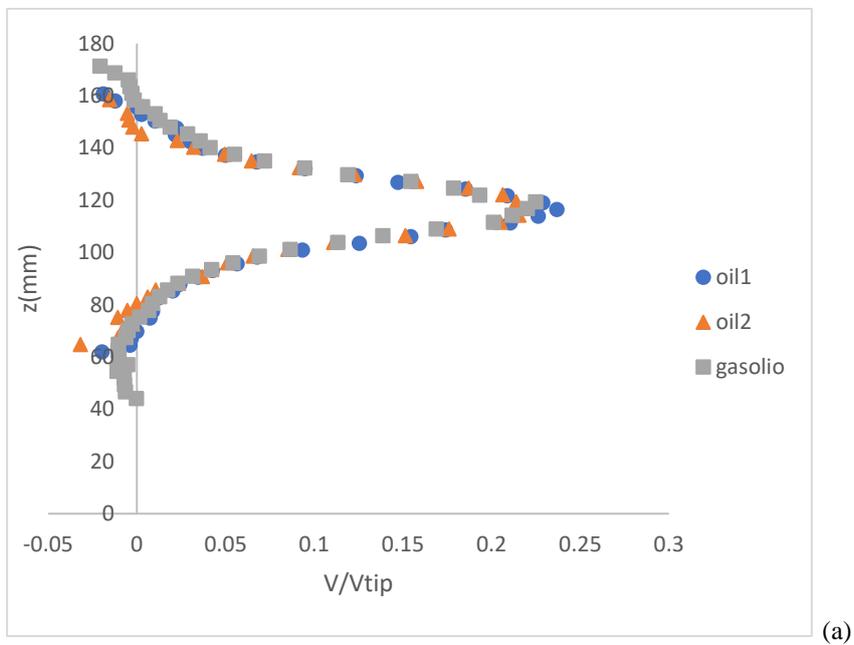


**Figura 4.16: Mostra per 400rpm (a)  $r=92\text{mm}$ ,  $V/v_{tip}$  per i tre oli; (b)  $r=114\text{mm}$   $U/v_{tip}$  per i tre oli**





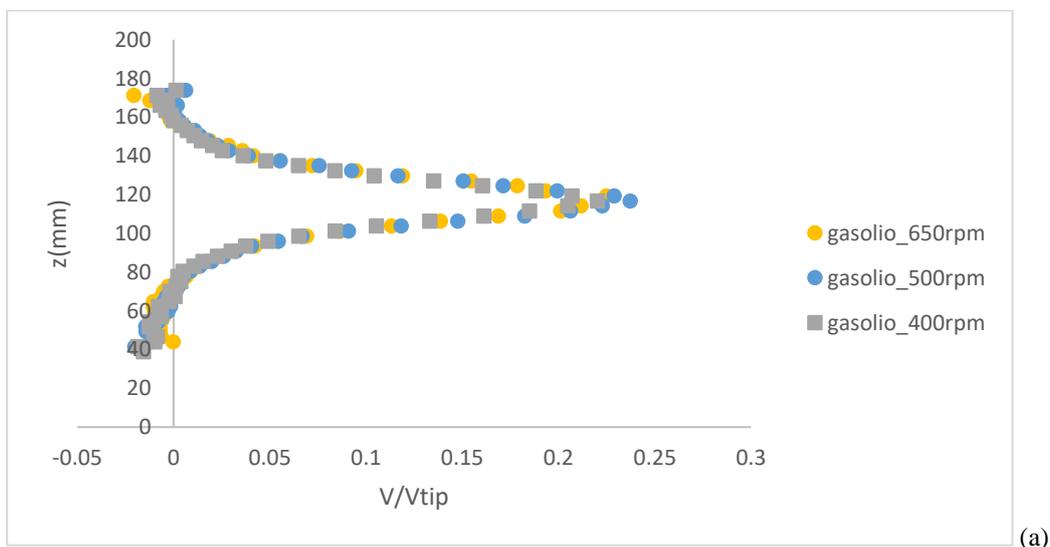
**Figura 4.17: Mostra per N=500rpm (a) r=92mm, V/vtip per i tre oli; (b) r=114mm U/vtip per i tre oli**

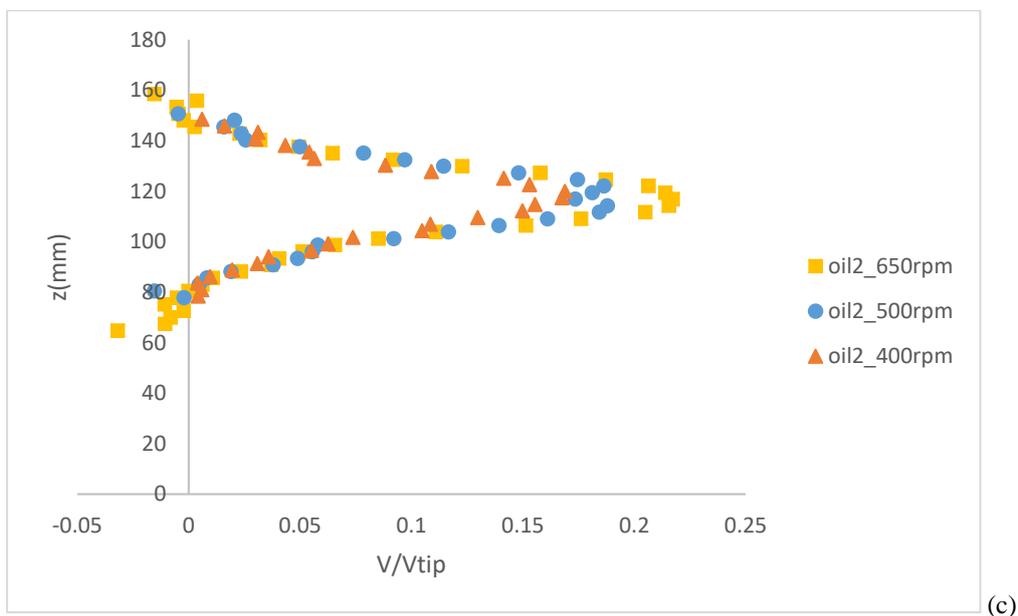
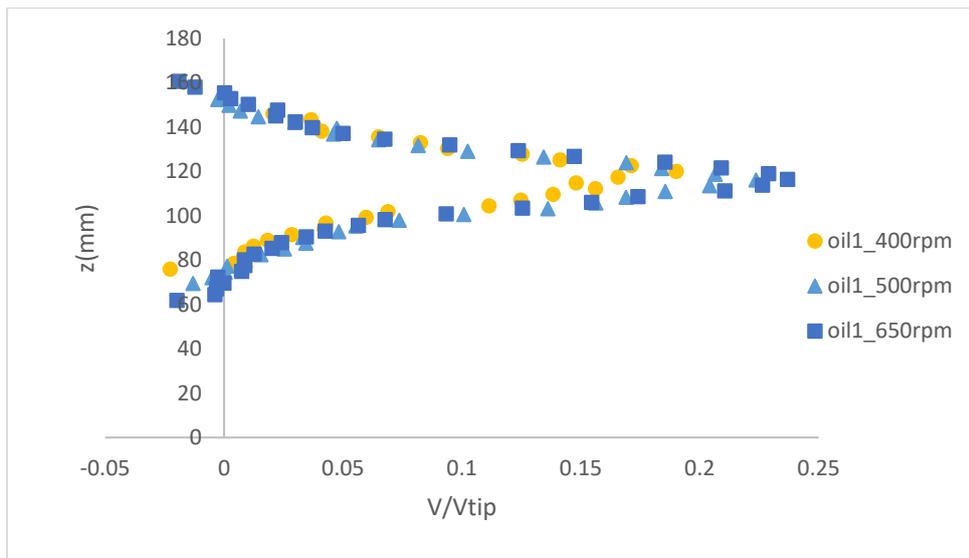


**Figura 4.18: Mostra per N=650rpm (a) r=92mm, profili V/vtip per i tre oli; (b) r=114mm , profili U/vtip per i tre oli**

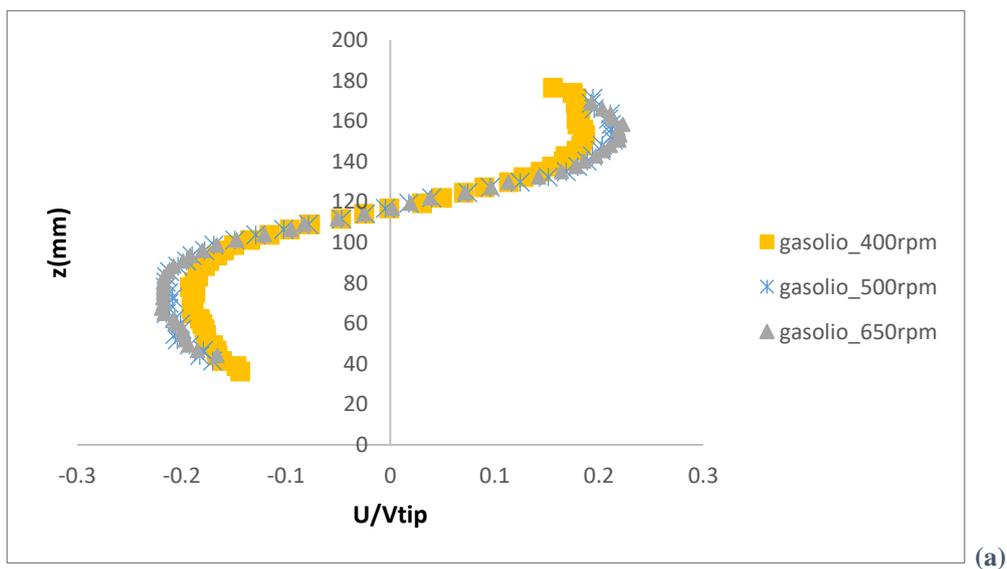
In Figura 4.19 sono confrontati, rispettivamente, i profili di velocità radiale scalati per la  $V_{tip}$  per ogni olio studiato a differenti velocità di agitazione. Analogamente, in Figura 4.20, sono confrontati i profili di velocità assiale.

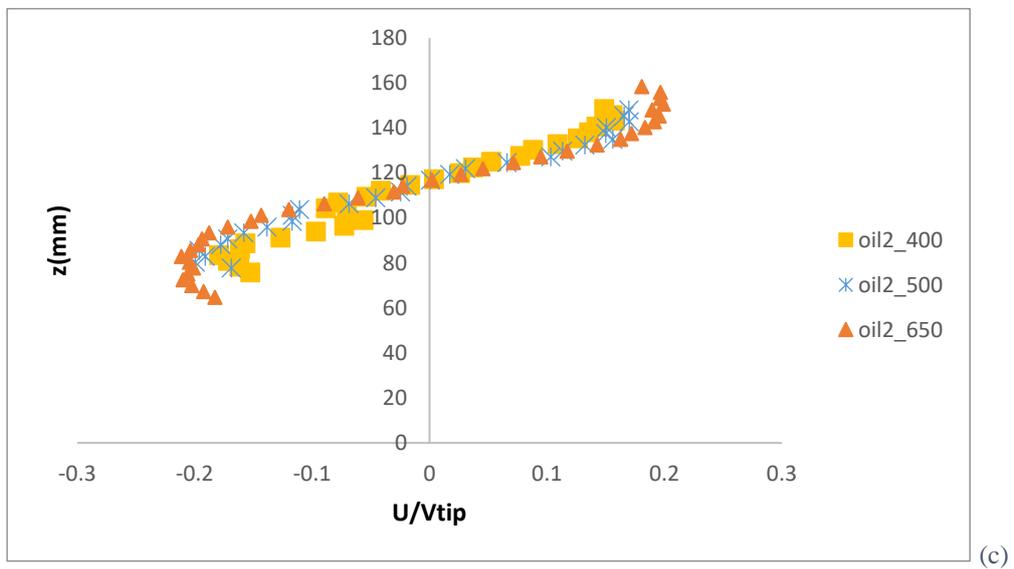
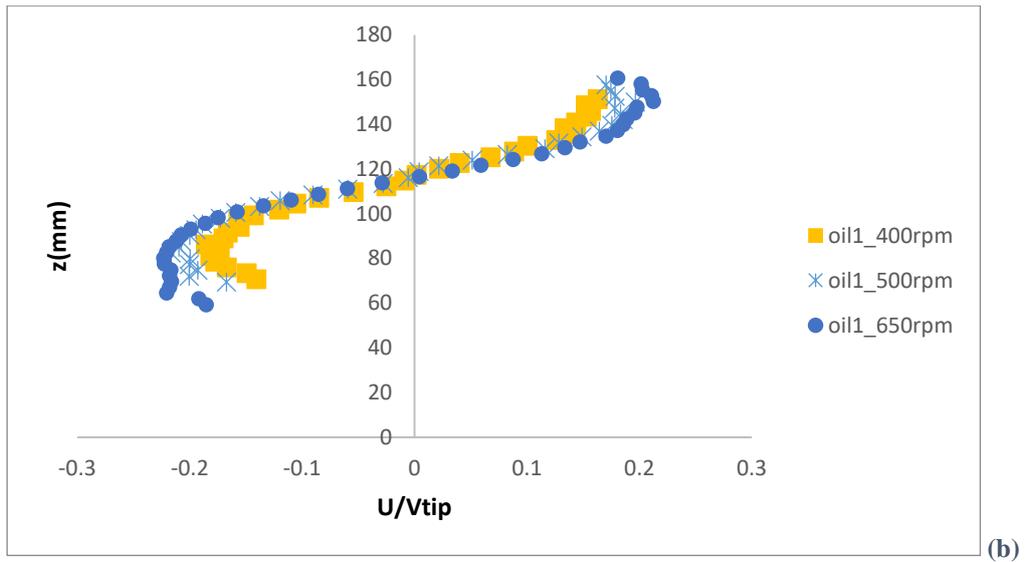
Per quanto riguarda i profili di velocità radiale, maggiori differenze si riscontrano nell'oil2 (Figura 4.19 (a)), dove la velocità a 650rpm è maggiore nei pressi della girante. Ciò vale, seppur in maniera minore, per l'oil1 (Figura 4.19 (b)), mentre non si identificano differenze significative per il gasolio (Figura 4.19 (c)). Per i profili di velocità assiale, invece si nota un aumento del modulo della velocità per tutti gli oli al variare della velocità di agitazione (Figura 4.20 (a), (b), (c)), seppur con differenze minime che potrebbero rientrare nell'errore di misura. Se ci fossero differenze significative tra i diametri delle gocce, non si avrebbe questo andamento. Infatti, nella zona del reattore sopra alla girante, le gocce con dimensioni maggiori, quindi formate a velocità di agitazione minore, dovrebbero aver un modulo della velocità assiale maggiore all'aumentare della spinta di Archimede, direttamente proporzionale alle dimensioni. Probabilmente, non vi sono differenze significative nei diametri delle gocce tra i vari oli formate alle medesime velocità di agitazione.





**Figura 4.19:**Mostra per  $r=92\text{mm}$  il confronto dei profili di velocità radiale scalati per la  $V_{tip}$  al variare del numero di agitazione per ogni olio: (a) gasolio, (b)oil1, (c)oil2





**Figura 4.20:**Mostra per  $r=114\text{mm}$  il confronto dei profili di velocità assiale scalati per la  $V_{tip}$  al variare del numero di agitazione per ogni olio: (a) oil1, (b)gasolio, (c) oil2.

## **5 conclusioni**

In questo lavoro di tesi, svolto nel laboratorio di fluidodinamica applicata e miscelazione del DICAM, sono state utilizzate le tecniche PIV (monofase e bifase) e granulometria laser per studiare un reattore agitato meccanicamente con una turbina Rushton, contenente due liquidi immiscibili.

In particolare, sono state effettuate misure locali di velocità dei due liquidi con la PIV e di distribuzione dimensionale delle gocce della fase dispersa con un granulometro laser.

Il sistema analizzato principalmente è stato quello acqua-gasolio, in cui l'acqua era la fase continua.

Sono stati studiati con la tecnica PIV anche due sistemi, in cui il gasolio è stato sostituito da due oli siliconici con proprietà fisiche differenti, in modo da effettuare un confronto.

L'obiettivo principale del lavoro svolto è stato quello di mettere a punto procedure sperimentali, che permettessero l'utilizzo di entrambe le tecniche per caratterizzare questi sistemi.

Una volta individuate le procedure, sono state accoppiate le due tecniche in modo da interpretare i risultati ottenuti con la PIV alla luce dei risultati ottenuti con il granulometro laser. Con quest'ultimo, infatti, è stato possibile misurare la distribuzione dimensionale delle gocce in un intervallo di velocità di agitazione compreso tra 500 e 800rpm.

Ciò ha dimostrato che, nelle condizioni di misura adottate per portare l'olio in dispersione, le gocce generate diventano traccianti della fase continua acquosa, rendendo impossibile individuare con la PIV differenze di velocità tra la fase continua e la fase dispersa.

Con quest'ultima tecnica, però, è stato possibile studiare le r.m.s delle fluttuazioni di velocità della fase continua in presenza di gasolio, che presentano differenze rispetto a quelle in condizioni monofasiche. La risoluzione spaziale adottata per le misure PIV, tuttavia, è troppo bassa per valutare eventuali fenomeni turbolenti associati alle dimensioni delle gocce.

## Bibliografia

1. Alcamo R., Micale G., Grisafi F., Brucato A., Ciofalo M., “*Large-eddy simulation of turbulent flow in an unbaffled stirred tank driven by a Rushton turbine*”, *Chemical Engineering Science* 2005, 60, (8-9), 2303-2316.
2. Armenante P.M., Huang Y. T., “*Experimental determination of the minimum agitation speed for complete liquid-liquid dispersion in mechanically agitated vessels*”, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 1992 31 (5), 1398-1406.
3. Atkins P., de Paula J., “*Physical Chemistry*”, W H Freeman & Co (2006).
4. Calabrese R. V., Chang T. P. K.; Dang P. Y., “*Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part I: Effect of dispersed-phase viscosity*”, *AIChE Journal*, 1986, 34 (4), 657-666.
5. Chen H. T., Middleman S., “*Drop size distribution in agitated liquid-liquid systems*”, 1967, 13 (5), 989-995.
6. Dantec Dynamics, “*DynamicStudio v3.20 User’s Guide*”, 2011.
7. Fangary Y. S., Barigou M., Seville J. P. K., Parker D. J., “*Fluid trajectories in a stirred vessel of non-newtonian liquid using positron emission particle tracking*”, 2000, 55 (24), 5969-5679.
8. Gómez C., Bennington C. P. J., Taghipour F., “*Investigation of the Flow Field in a Rectangular Vessel Equipped With a Side-Entering Agitator*”, *Journal of Fluids Engineering*, 2010, 132 (5),
9. Grant I., “*Particle Image velocimetry- a review*”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineering*, 1997, 211 (1), 55-76.
10. Kresta M. S., R.S. Brodkey, “*Turbulence in Mixing Applications*” E.L. Paul, V.A. Atiemo-Obeng, S.M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*, Wiley-Interscience, Hoboken, NJ (2004), 3, 19-87.
11. Kumara W.A.S., Elseth G., Halvorsen B. M., Melaan M. C., “*comparison of Particle Image Velocimetry and Laser Doppler Anemometry measurement methods applied to the oil-water flow in horizontal pipe*”, *Flow Measurement Instrumentation*, 2010, 21 (2), 105-117.
12. Leng D.E., Calabrese R.V. “*Immiscible liquid-liquid systems*” E.L. Paul, V.A. Atiemo Obeng, S.M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*, Wiley-Interscience, Hoboken, NJ (2004), 12, 639-753

13. Saeedipour M. , Puttinger S., Doppelhammer N., Pirker S., “*Investigation on turbulence in the vicinity of liquid-liquid interfaces-Large eddy simulation and PIV experiment*”, *Chemical Engineering Science*, 2019, 198, 98-107.
14. Malvern , “*Spraytec Laser Manual*”, 2007.
15. Montante G. , Alessandro P., Magelli F., “*Analysis of dilute solid–liquid suspensions in turbulent stirred tanks*”, 2012, 90 (10), 1448-1456.
16. Nita I. , Geacai S, Neagu A., Geacai E.; “*Estimation of the refractive index of fuel+biodiesel blends*”, *Vesita*, 2013, 24(1), 24-26.
17. Paul E.L., Atiemo- Oberg V.A., Kresta S.M., “*Handbook of industrial mixing. Science and practice*”. Wiley- Interscience, Wiley Editore (2004).
18. Raffel M., Willer C.E., Kompenhans J. “*Particle image velocimetry – A practical guide*”, Springer editore (1998)
19. Rielly C. D. , Marquis A.J. “*A particle’s eye view of crystallizer fluid mechanics*” , *Chemical Engineering Science*, 2001, 56, 2475-2493.
20. Schwartz N. , Bezemer C. , “*A new equation for the size distribution of emulsion particles*”, *Kolloid-Zeitschrift*, 1956, 146 (1-3), 139-145.
21. Svensson F.J.E., Rasmuson A. “*PIV measurements in a liquid–liquid systeat volume percentages up to 10% dispersed phase*”, *Experiments in Fluids*, 2006, 41 (6), 917-931.
22. Tsouris C., Tavlarides L.L. , “*Breakage and coalescence models for drops in turbulent dispersions*”, *ALChE journal*, 1994, 40, 395-406.
23. Zhou H., Yu X., Jing S., Zhou H., Lan W., Li S., “*Measurement of droplet breakage in a pump mixer*” , *Chemical Engineering Science*, 2018, 195, 23-38.
24. Zhou G. , Kresta S. M., “*Correlation of mean drop size and minimum drop size with the turbulence energy dissipation and the flow in an agitated tank*”, *Chemical Engineering Science*, 1998, 53 (11), 2063-2079.

## **Ringraziamenti**

*Ringrazio la professoressa Giuseppina Montante per avermi guidato con pazienza e massima cura durante tutto il mio percorso di tirocinio e tesi.*

*Ringrazio il professor Alessandro Paglianti per il suo aiuto nelle attività di laboratorio e il dottor Francesco Maluta per il suo indispensabile aiuto in tutte le fasi del lavoro.*

*Ringrazio infine la mia famiglia che mi ha sostenuto in tutto il mio percorso di studi e tutte le persone che mi sono state vicine in questi anni.*