

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 di un processo di formulazione
per la detergenza e la cura della persona**

Tesi di laurea sperimentale

CANDIDATO

Manuel Boschi

RELATORE

Chiar.mo Prof. Alessandro Paglianti

CORRELATORE

Ricercatore Francesco Maluta

**Sessione II
Anno Accademico 2020-2021**

Abstract

I copolimeri a blocchi, in particolare la famiglia commercialmente chiamata Pluronic, sono sempre più utilizzati nell'industria cosmetica per la formulazione di prodotti detergenti; il loro comportamento, tuttavia, risulta spesso problematico, per la grande varietà di morfologie ottenibili in miscela con l'acqua, al variare della temperatura e della composizione in peso. Da queste due dinamiche nasce la necessità di modellare il comportamento fluidodinamico e reologico di tali miscele in sistemi agitati meccanicamente. La conoscenza di tali nozioni risulta fondamentale nel processo di scale up degli impianti industriali, adibiti alla miscelazione di acqua e Pluronic, al fine di ottenere la microstruttura più conveniente dal punto di vista della lavorabilità e delle qualità del prodotto finale. Il presente studio, mediante prove di potenza assorbita dal fluido e prove PIV, condotte in un recipiente meccanicamente agitato in scala da laboratorio, è stato capace di indagare e descrivere il comportamento delle miscele formate da acqua e Pluronic L-64 al fine di validare le conoscenze già acquisite in materia e di produrne delle nuove, funzionali all'applicazione industriale.

Indice

1	Introduzione	3
1.1	Miscelazione.....	3
1.2	Formulazione.....	3
1.3	Stato dell'arte	5
1.4	Scopo.....	8
2	Materiali e metodi	11
2.1	Recipiente agitato meccanicamente	11
2.1.1	Rushton.....	13
2.1.2	MaxBlend	13
2.1.3	Helical Ribbon.....	14
2.2	Fluidi studiati.....	14
2.2.1	Pluronic e miscele	14
2.3	Torsiometro	18
2.3.1	Funzionamento e strumentazioni.....	18
2.3.2	Acquisizione dei dati	20
2.3.2.1	Condizioni operative di acquisizione	20
2.3.2.2	Calibrazione.....	20
2.3.2.3	Procedura per l'elaborazione dei dati	21
2.4	PIV (Particle Image Velocimetry).....	22
2.4.1	Funzionamento e strumentazioni.....	22
2.4.1.1	Laser	24
2.4.1.2	Telecamere	26
2.4.1.3	Tracciante	27
2.4.2	Acquisizione dei dati	28
2.4.2.1	Condizioni operative di acquisizione	28
2.4.2.2	Calibrazione, traslazione e componenti.....	29
2.4.2.3	Numero di acquisizioni	30
2.4.2.4	Intervallo tra due pulsii di laser	31
2.4.2.5	Procedura per l'elaborazione dei dati	33

2.5	Prove sperimentali	34
2.5.1	Acqua.....	34
2.5.2	Pluronic puro	35
2.5.3	Miscela Pluronic-Acqua 50 wt%	36
2.5.4	Miscela Pluronic-Acqua 40 wt%	37
2.5.5	Miscela Pluronic-Acqua 30 wt%	38
3	Risultati sperimentali.....	39
3.1	Torsiometro	39
3.1.1	Rushton.....	40
3.1.1.1	Acqua.....	40
3.1.1.2	Pluronic puro	41
3.1.1.3	Pluronic 50 wt%	42
3.1.1.4	Pluronic 40 wt%	45
3.1.1.5	Pluronic 30 wt%	46
3.1.1.6	Confronto con letteratura.....	47
3.1.2	Altre giranti	50
3.1.3	Errore sperimentale	50
3.2	PIV	51
3.2.1	Misure preliminari e identificazione dei parametri di misura	52
3.2.1.1	Determinazione intervallo tempo tra due pulsii di laser	52
3.2.1.2	Numero di immagini acquisite e piano di misura.....	54
3.2.2	Acqua.....	57
3.2.3	Pluronic 50 wt%	59
3.2.4	Pluronic 40 wt%	62
3.2.5	Pluronic 30 wt%	64
3.2.6	Confronto.....	67
3.2.7	Errore sperimentale	71
4	Conclusioni	73
	Bibliografia.....	75
	Appendice A	77
	Appendice B	81

1 Introduzione

1.1 Miscelazione

La miscelazione (*mixing*) rappresenta una delle principali operazioni alla base dei processi comunemente applicati in industria; tra i comparti industriali maggiormente coinvolti possono essere citati l'industria della chimica fine, l'agrochimico, il farmaceutico, l'alimentare, il petrolchimico, l'industria dei polimeri...

Miscelare significa ridurre la disomogeneità di un sistema, in termini di concentrazione o di fasi o di temperatura, al fine di ottenere il risultato di processo prefissato.

Le operazioni di miscelazione più tipicamente usate nell'industria chimica si suddividono in tre macrocategorie: gas-liquido, solido-liquido e liquido-liquido; con quest'ultimo termine si fa riferimento a due o più liquidi, mutualmente solubili o insolubili, presenti, in un primo momento, in fasi distinte e, in un secondo momento, resi omogenei dal processo di miscelazione.

Ruolo fondamentale nelle operazioni di miscelazione è giocato, oltreché dalla tipologia di miscela, dalla geometria del reattore/vessel e del sistema agitante (tipologia di girante/turbina) che influenzano in maniera pesante la fluidodinamica di miscelazione.

1.2 Formulazione

Un ruolo molto importante tra le varie operazioni di miscelazione è riservato al processo di formulazione (*blending*) attraverso cui due o più fasi liquide miscibili vengono mescolate al fine di ottenere un grado di omogenizzazione prestabilito. Il tempo necessario per raggiungere il grado di omogenizzazione voluto è chiamato tempo di formulazione (*blend time*).

Le miscele liquide coinvolte nel processo di formulazione possono essere classificate in due distinte categorie in base al comportamento, o meglio all'andamento della viscosità (μ), quando sono soggette ad uno sforzo di taglio (τ) esercitato da un sistema agitante con un certo *shear rate* ($\dot{\gamma}$): fluidi newtoniani e fluidi non-newtoniani.

Si parla di fluidi newtoniani quando la viscosità dipende solo da temperatura e pressione; a temperatura e pressione costanti un fluido newtoniano ha le seguenti caratteristiche (Barnes, et al., 1989)

1. Lo sforzo di taglio è l'unica sollecitazione generata dal movimento indotto dal sistema agitante;
2. La viscosità è indipendente dalla velocità di taglio (*shear rate*);
3. La viscosità non dipende dal tempo di applicazione della sollecitazione; lo sforzo di taglio, esercitato sul liquido, diventa immediatamente nullo quando la sollecitazione è rimossa. Sollecitazioni successive non hanno effetto sulla viscosità del fluido.

Per questi fluidi vale sempre l'Equazione 1.1:

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (1.1)$$

Acqua, glicerolo e soluzioni di zuccheri sono esempi di liquidi newtoniani.

Sistemi newtoniani caratterizzati da un regime turbolento completamente sviluppato e da un livello di fluido nel recipiente pari al diametro dello stesso ($H = T$) prevedono che il *blend time* sia il medesimo per giranti con lo stesso diametro, che cali contestualmente ad un aumento del diametro della girante, che sia indipendente dalle proprietà fisiche del fluido e che durante lo scale-up scali più che linearmente rispetto al fattore di scala. Gli stessi sistemi caratterizzati dal regime transitorio, invece, mantengono le prime due nozioni ma il tempo di formulazione è proporzionale alla viscosità del fluido e inversamente proporzionale alla densità e durante lo scale-up il *blend time* scala meno che linearmente rispetto al fattore di scala (Paul, et al., 2004).

Tutti i liquidi che mostrano una deviazione dal comportamento descritto poco sopra vengono definiti fluidi non-newtoniani.

La viscosità di un liquido non newtoniano non è costante rispetto al gradiente di velocità tangenziale ma piuttosto una variabile rispetto al suo andamento che assume il nome di *viscosità apparente* (μ_a), secondo l'Equazione 1.2:

$$\mu_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (1.2)$$

I fluidi non-newtoniani sono generalmente suddivisi in tre gruppi (Skelland, 1967) seppur una marcata distinzione tra questi risulta complicata da determinare:

1. Fluidi con comportamento indipendente dal tempo (pseudoplastici o dilatanti), per cui lo sforzo di taglio è dipendente in ogni punto dallo *shear rate* in quel punto;

2. Fluidi con comportamento dipendente dal tempo, per cui lo sforzo di taglio, e quindi la viscosità, aumenta o diminuisce con la durata della sollecitazione;
3. Fluidi viscoelastici, ovvero fluidi che presentano caratteristiche intermedie tra un solido elastico ed un liquido viscoso.

Tra i fluidi non-newtoniani si trovano gran parte delle miscele liquide che si incontrano nei processi industriali più comuni; alcuni esempi sono le vernici, le emulsioni, le miscele minerali, plastiche fuse, cibi liquidi, liquidi polimerici, fanghi concentrati di acque di scarico...

1.3 Stato dell'arte

A partire dal secolo scorso molto lavoro di studio e ricerca è stato compiuto circa il processo di formulazione producendo grandi progressi nella pratica industriale. I principali obiettivi di queste ricerche sono stati la comprensione del comportamento fluidodinamico dei vari sistemi oltreché la definizione di regole operative per lo scale-up, la scelta e il dimensionamento dell'agitatore.

Nella quasi totalità dei casi le ricerche sperimentali hanno utilizzato misure di potenza effettuate tramite un torsionmetro collegato al sistema agitante, al fine di misurare la potenza dissipata dall'agitazione e quindi il numero di potenza (N_p), calcolato secondo l'Equazione 2.1, e solo più recentemente metodi ottici (PIV) capaci di determinare il campo di moto all'interno del sistema studiato.

Ad oggi, per quanto riguarda lo studio di formulazioni con comportamento newtoniano, è stata raggiunta una vasta conoscenza in condizioni di regime turbolento e transitorio, condizioni frequentemente utilizzate a livello industriale. Numerose configurazioni geometriche di reattori/vessels, tipologie di giranti e fluidi sono stati indagati ed il loro comportamento compreso.

Molto studio e lavoro è stato eseguito su fasi liquide caratterizzate da basse viscosità inserite in sistemi agitati cilindrici, equipaggiati con setti frangi vortice (tipicamente quattro *baffles* verticali posizionati a 90°).

Grande attenzione è stata dedicata allo studio degli effetti delle dimensioni del vessel, della forma della girante, del numero di pale montate, del numero di turbine, in reattori operanti in campo di moto turbolento ed equipaggiati con agitatori di tipo radiale. Attraverso l'uso della tecnica PIV ormai non è più in discussione che una girante radiale generi normalmente, in

regime turbolento, un campo di moto con struttura a doppio anello, uno inferiore ed uno superiore rispetto alla girante, che descrive un movimento circolare (Nienow, 1968) i cui vettori velocità medi rimangono costanti a qualunque Re se normalizzati rispetto a V_{tip} (struttura visibile in *Figura 1.1*); questo comportamento, tuttavia, non è da considerarsi universale poiché influenzato da alcuni parametri. La posizione della girante, o meglio la distanza tra girante e fondo del recipiente (*Clearance*), ad esempio, ha un importante effetto sulla generazione di questa struttura; riducendo questo parametro si incontra una posizione critica per cui la struttura a doppio anello si trasforma in una struttura ad anello singolo (Montante, et al., 1999; 2001a; 2001b). Anche il diametro della girante produce lo stesso effetto, infatti, riducendolo si raggiunge una dimensione critica per cui si passa dal campo di moto normale a doppio anello a quello a singolo (Zhipeng, et al., 2010).

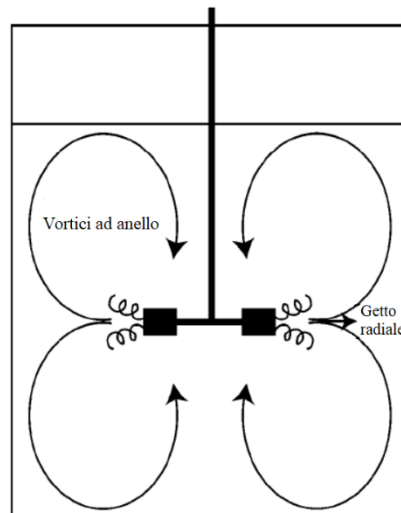


Figura 1.1: Struttura a doppio anello.

Contemporaneamente allo studio con la tecnica PIV sono stati eseguiti numerosi studi utilizzando il torsiometro, al fine di misurare il numero di potenza, grazie a cui oggi abbiamo la possibilità di valutare la potenza trasferita al fluido per le più comuni turbine utilizzate nel campo della miscelazione.

Le conoscenze acquisite hanno permesso di sviluppare metodi numerici sofisticati in grado di prevedere il comportamento fluidodinamico di questi sistemi, in maniera piuttosto affidabile e sovrapponibile ai dati sperimentali.

D'altra parte, solo recentemente si è manifestato un marcato interesse per sistemi contenenti fluidi newtoniani ma privi di *baffles*. I sistemi con setti frangi vortice sono sempre stati preferiti perché, in assenza di questi, il liquido tende a muoversi con traiettoria circolare, a

manifestare una scarsa miscelazione assiale e radiale e, se si opera senza un coperchio posto sulla sommità del liquido, a generare, sulla superficie libera del fluido, un ben visibile vortice centrale la cui profondità dipende dalla velocità di agitazione. Ad alte velocità di rotazione il vortice può incontrare la girante causando l'inglobamento e la dispersione del gas dentro al liquido e una diminuzione della potenza trasferita al sistema; la velocità minima a cui il vortice incontra la turbina è chiamata *velocità rotazionale critica* (N_{cr}) ed essa definisce il passaggio dalla condizione *un-gassed* o *subcritica* ($N < N_{cr}$) a quella *gassed* o *supercritica* ($N > N_{cr}$). Le condizioni appena descritte sono visualizzate in *Figura 1.2* e *Figura 1.3*.



Figura 1.2: Sistema in condizioni subcritiche.

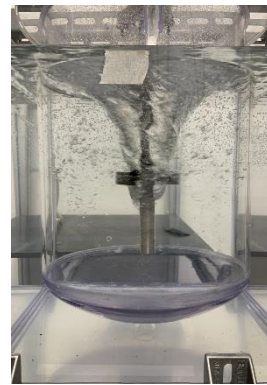


Figura 1.3: Sistema in condizioni supercritiche.

Oltreché le minori prestazioni di miscelazione, il motivo per cui storicamente i mescolatori privi di *baffles* sono stati spesso scartati, soprattutto in ambito industriale, è stato la possibile insorgenza di schiuma sulla superficie libera di liquido (Scargiali, et al., 2017).

Ovviamente esistono situazioni in cui la presenza di setti frangivortice risulta indesiderata, come ad esempio nei cristallizzatori dove possono indurre attrito tra le particelle, o nei processi di precipitazione dove possono accumularsi incrostazioni, così come nell'industria farmaceutica dove la pulizia è fondamentale ed i *baffles* possono rappresentare un problema fisico in fase di pulizia del recipiente per la tendenza ad accumulare sporcizia.

Nell'ultimo decennio tuttavia alcuni studi sono stati eseguiti su mescolatori privi di *baffles* conducendo attraverso prove di potenza alla costruzione di curve di potenza caratteristiche, alla formulazione di correlazioni matematiche capaci di prevedere la potenza consumata oltreché all'indagine degli effetti indotti dallo scale-up e da variazioni di geometria (Scargiali, et al., 2013; 2017).

Una simile situazione, a quanto detto per i sistemi *unbaffled*, si manifesta per quanto riguarda gli studi fatti su fluidi molto viscosi e spesso con comportamento non newtoniano per i quali è possibile trovare solo alcuni studi in condizioni laminari. Tale scarso approfondimento su questi sistemi agitati è motivato principalmente dall'impossibilità di raggiungere condizioni turbolente, a causa sia dell'alta viscosità sia dell'alta energia che si libera nell'agitazione e che può indurre riscaldamenti localizzati, oltreché dall'aspetto di questi fluidi, molto spesso non trasparenti, che rendono impossibili misurazioni con tecniche ottiche. All'interno di questa categoria di fluidi, spesso di grande interesse industriale, il cui comportamento è tuttavia ancora poco approfondito, si trova certamente il Pluronic; questo copolimero a blocchi, spesso in miscela acquosa, trova largo utilizzo industriale in prodotti come detersivi, schiume, stabilizzanti ed emulsioni. Per quanto riguarda il Pluronic e le sue miscele acquose sono spesso disponibili diagrammi di fase, che descrivono le condizioni di esistenza delle varie strutture possibili rispetto alla temperatura ed alla concentrazione (Alexandridis, et al., 1996); studi più recenti (Pasquino, et al., 2019) hanno indagato gli effetti della temperatura e della concentrazione su questi fluidi quando sono sottoposti a sollecitazioni attraverso esperimenti reologici e simulazioni con metodi numerici.

1.4 Scopo

Note queste premesse sullo stato degli studi circa sistemi agitati meccanicamente, si propone il seguente lavoro di tesi, svolto presso il Dipartimento di Ingegneria Civile, Chimica, Ambientale e dei Materiali (DICAM) dell'Università di Bologna, che si prefigge l'obiettivo di accrescere le conoscenze in questo vasto campo d'indagine oltreché confermare quanto già noto attraverso il confronto dei dati sperimentali raccolti con quanto rintracciabile in letteratura scientifica.

Il principale obiettivo di questo lavoro è stato la caratterizzazione reologica di acqua, Pluronic L-64 e delle loro miscele in un recipiente agitato di forma cilindrica a fondo ellittico, prestando particolare attenzione al loro comportamento rispetto alla temperatura ed alla concentrazione di copolimero.

Attraverso prove di potenza si è cercato di caratterizzare il comportamento di giranti, comunemente impiegate sia a livello di laboratorio sia a livello industriale, associate a fluidi newtoniani e non newtoniani, in condizioni sia di presenza sia di assenza dei *baffles* con lo scopo di produrre risultati per definire linee guida per lo scale-up. Contemporaneamente si è

cercato, quando possibile, mediante la tecnica ottica PIV, di descrivere il campo di moto che si genera nei fluidi sopraccitati.

2 Materiali e metodi

In questo capitolo saranno introdotte le caratteristiche del recipiente meccanicamente agitato, i fluidi e le tecniche sperimentali utilizzate per caratterizzare la fluidodinamica del sistema di interesse.

In particolare, sono state utilizzate tre diverse giranti (Rushton, Maxblend ed Helical Ribbon) e due diversi fluidi, acqua demineralizzata ed un copolimero a blocchi, commercialmente conosciuto come Pluronic, in forma pura e sotto forma di miscela, mentre le tecniche di studio utilizzate sono state la PIV e le prove di potenza eseguite con un torsionmetro.

2.1 Recipiente agitato meccanicamente

Il recipiente utilizzato, *Figura 2.1*, per lo studio contenuto in questa tesi era di geometria cilindrica con fondo emisferico, costituito interamente di Plexiglass in modo da essere trasparente (requisito fondamentale per eseguire misure PIV); la sommità del recipiente è stata chiusa con un coperchio del medesimo materiale, su cui erano presenti gli attacchi per l'albero, fori per il fissaggio al corpo inferiore ed un foro, più largo, per garantire l'accesso al recipiente.

Il serbatoio era dotato, sulle pareti della parte cilindrica, di una serie di fori utili a posizionare quattro setti frangi-vortice (*baffles*) posti verticalmente a 90° l'uno dall'altro. La maggior parte delle prove sono state eseguite con la configurazione priva di *baffles*; infatti, solo le prove di potenza eseguite in acqua con girante Rushton e Maxblend sono state effettuate anche con i setti posizionati.

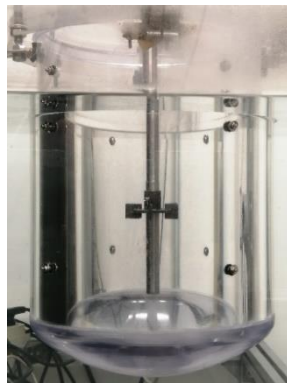


Figura 2.1: Recipiente meccanicamente agitato.

Il recipiente appena descritto è stato inserito in un altro contenitore di dimensioni maggiori a forma di parallelepipedo, riempito di acqua demineralizzata; gli scopi principali di questa scelta sono stati: minimizzare gli effetti di rifrazione indotti dalla curvatura del recipiente sul fascio di luce laser, permettere un miglior controllo della temperatura interna al sistema ed evitare fuoriuscite di fluido dal recipiente. Tale scelta ha lo svantaggio di posizionare una piccola porzione alta del recipiente al di fuori del campo di misura; tuttavia, il livello del liquido è sempre stato posizionato al di sotto di tale porzione rendendo lo svantaggio accettabile.

Sono riportate nella *Figura 2.2* le dimensioni caratteristiche del recipiente agitato.

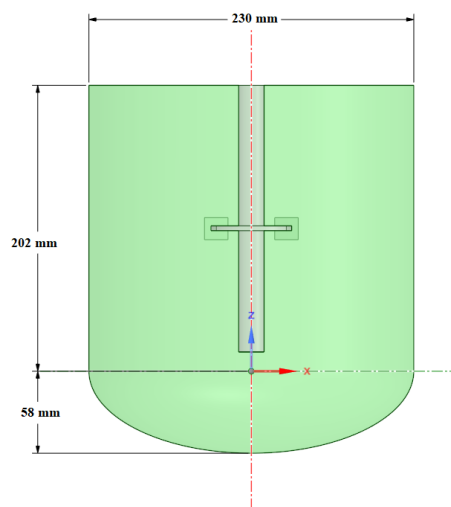


Figura 2.2: Dimensioni caratteristiche recipiente agitato.

Il sistema di agitazione si compone essenzialmente di quattro elementi: motore, inverter, albero e girante. La rotazione, che genera l'agitazione, è promossa dal motore, posto sulla sommità del sistema, e trasferita all'interno del recipiente attraverso un albero su cui viene montata la girante; l'albero motore è collegato al motore e fissato al coperchio del recipiente attraverso un supporto metallico. Il motore è alimentato tramite l'inverter con cui è possibile scegliere la velocità di rotazione e quindi regolare il grado di agitazione.

Nel corso dello studio fluidodinamico del sistema sono state impiegate diverse giranti: Rushton, Maxblend ed Helical Ribbon. La scelta di caratterizzare, seppur solamente in acqua, più giranti è stata presa poiché ognuna di queste ha diverse caratteristiche che rispondono a diverse esigenze dettate dal regime di flusso e dal profilo di velocità che può essere generato in un particolare fluido (Gomez, et al., 2010).

2.1.1 Rushton

Agitatore di tipo radiale provvisto di un disco centrale, di spessore S_d , su cui sono state saldate sei pale, di spessore S_p , verticali a 60° l'una dall'altra (Figura 2.3).

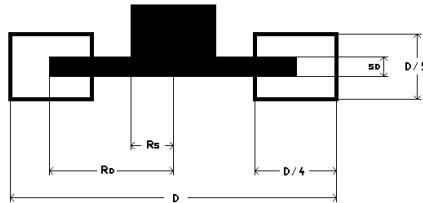


Figura 2.3: Girante Rushton.

In Tabella 2.1 sono riportate le caratteristiche geometriche della girante Rushton.

D [mm]	76.5
S_d [mm]	3.10
S_p [mm]	2.60

Tabella 2.1: Caratteristiche geometriche girante Rushton.

La girante Rushton è stata posta, in tutte le condizioni operative, ad una altezza di 0.101 m rispetto all'inizio della parte cilindrica del vessel.

2.1.2 MaxBlend

Agitatore tangenziale puro con struttura abbastanza semplice, composta da una larga pala piena nella zona inferiore ed una struttura a griglia in quella superiore.

In Figura 2.4 è raffigurata la girante MaxBlend utilizzata durante le prove sperimentali; il diametro della girante è pari a 0.123 m.



Figura 2.4: Girante MaxBlend.

La girante è stata posta aderente al fondo semisferico cercando di minimizzare al massimo lo spazio che intercorre tra agitatore e parete in Plexiglass.

2.1.3 Helical Ribbon

Agitatore a doppia elica che genera moti verticali (dall'alto verso il basso) e tangenziali capaci di garantire un robusto rimescolamento.

In *Figura 2.5* e *Figura 2.6* è raffigurata la girante Helical Ribbon utilizzata durante le prove sperimentali; il diametro della girante è pari a 0.255 m .

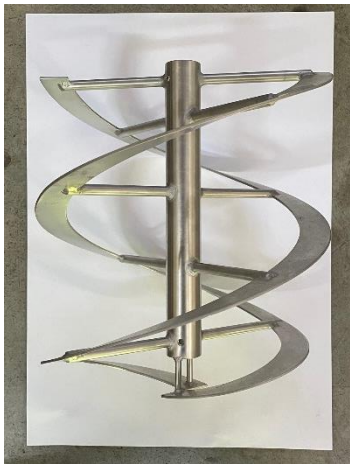


Figura 2.5: Girante Helical Ribbon vista dal lato.



Figura 2.6: Girante Helical Ribbon vista dall'alto.

La girante è stata posta aderente al fondo semisferico cercando di minimizzare al massimo lo spazio che intercorre tra agitatore e parete in Plexiglass.

2.2 Fluidi studiati

I fluidi utilizzati nello studio sperimentale sono due: acqua demineralizzata proveniente dalla rete idrica ed un copolimero a blocchi, commercialmente conosciuto come Pluronic L-64. Essi sono stati analizzati sia in forma pura che sotto forma di tre miscele (50%, 40% e 30% in peso rispetto al Pluronic).

2.2.1 Pluronic e miscele

I Pluronic o Poloxameri (Pasquino, et al., 2019) sono una famiglia di copolimeri a blocchi, sintetizzati per la prima volta e registrati dalla *BASF Corporation* all'inizio degli anni '70, composti da una sequenza di polietilene ossido (*PEO*), una di polipropilene ossido (*PPO*) ed infine da un altro blocco di polietilene ossido (*PEO*).

I Pluronic trovano ampia applicazione industriale in prodotti come detergenti, schiume, stabilizzanti, emulsioni e nel campo farmaceutico.

Questi copolimeri possono essere sintetizzati variando la lunghezza dei blocchi con conseguenti effetti sulle proprietà della sostanza; il Pluronic L-64 studiato in questo lavoro, in particolare, ha formula chimica corrispondente a $((PEO)_{13}(PPO)_{30}(PEO)_{13})$, peso molecolare di 2900 g/mol ed è composto circa al 40% da PEO . La struttura chimica è visibile in *Figura 2.7*.

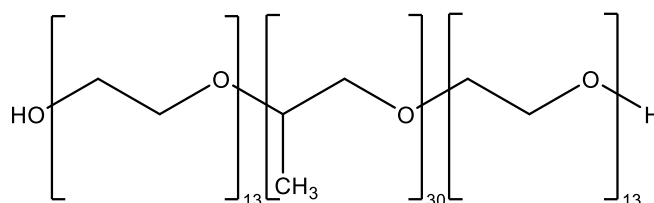


Figura 2.7: Pluronic L-64.

La principale caratteristica di questa classe di molecole è di essere anfifilica, ovvero di possedere sia un gruppo idrofobico, il blocco di PPO , sia un gruppo idrofilo, il blocco di PEO ; questa proprietà può essere modulata modificando la lunghezza delle varie catene.

In maniera analoga alle miscele di tensioattivi anfifilici ed acqua, i Pluronic sono capaci di formare micelle in soluzione acquosa producendo una ricca varietà di microstrutture che vanno dalle micelle sferiche e cilindriche alle strutture esagonali e lamellari. Le micelle formate dai Pluronic in acqua differiscono, tuttavia, da quelle dei tensioattivi poiché i gruppi idrofobici e idrofili sono, come detto in precedenza, le catene polimeriche e questo genera una struttura con due code idrofile ed un nucleo idrofobico.

Questa famiglia di macromolecole ha molte analogie con i copolimeri termoplastici formati da tre blocchi, sebbene abbiano un peso molecolare decisamente inferiore, e con i polimeri telechelici, ovvero polimeri lineari aventi gruppi reattivi solo all'estremità della catena polimerica.

Nel corso degli scorsi anni molti studi sono stati fatti sulle proprietà in soluzione acquosa e sui diagrammi di fase di vari Pluronic. A basse temperature e basse concentrazioni essi esistono come unimeri. La formazione delle micelle, che si presentano con un nucleo, formato dal blocco centrale di PPO , circondato da una corona, formata dai blocchi di PEO , avviene in concomitanza di un aumento di temperatura o concentrazione; per ogni tipologia di Pluronic possono essere definite la concentrazione critica (CMC) e la temperatura critica (CMT) di

micellizzazione. Se si considera il diagramma di fase del sistema Acqua-Pluronic L-64 (Figura 2.8), modificando temperatura e concentrazione è possibile incontrare differenti morfologie ed in particolare la micellare (L_1), l'esagonale (H), la lamellare (L_α) e la micellare inversa (L_2).

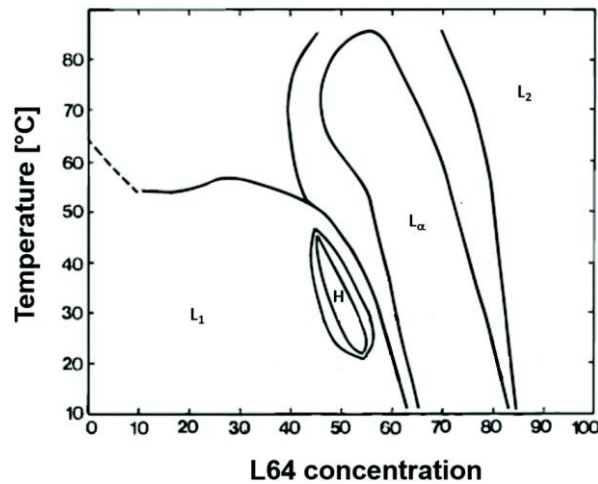


Figura 2.8 Diagramma di fase Pluronic L-64 come riportato in Pasquino, et al., 2019.

Le diverse morfologie presentano anche un diverso comportamento fluidodinamico: generalmente, a basse concentrazioni di copolimero si osserva un comportamento newtoniano mentre ad alte concentrazioni la miscela si comporta come fluido non-newtoniano.

Allo stesso tempo, lo sforzo indotto da un sistema agitante ha effetto, soprattutto ad alte concentrazioni di Pluronic, sul sistema sollecitato dando luogo a transizioni di fase, cambi nell'orientazione, deformazione e coalescenza delle micelle che possono generare comportamenti diversi da quanto ci si potrebbe aspettare. La transizione da struttura sferica a cilindrica, ad esempio, è un fenomeno piuttosto frequente; queste strutture allungate possono formare reti oppure allinearsi lungo la direzione del flusso manifestando, così, un comportamento non-newtoniano. Lo stesso comportamento non-newtoniano si manifesta con la struttura lamellare che può, sotto effetto di uno sforzo di taglio, riarrangiarsi formando vescicole multi-lamellari.

Il comportamento fin qui descritto trova riscontro nell'andamento della viscosità (μ) del Pluronic puro e delle sue miscele; questa proprietà muta in maniera significativa al variare della temperatura, della concentrazione di copolimero e, laddove si manifesta un comportamento non newtoniano, al variare dello *shear rate*. Grazie al lavoro dell'Università degli Studi di Napoli Federico II, che ha collaborato al presente studio, è stato possibile disporre degli andamenti della viscosità in funzione dello *shear rate* e della temperatura, per i

vari fluidi studiati; solamente il valore di viscosità della miscela al 30% ponderale proviene dalla letteratura disponibile (Zhou, et al., 1996) per via dell'indisponibilità di dati provenienti da misure sperimentali.

Di seguito, in *Figura 2.9, 2.10 e 2.11* sono riportate le curve di viscosità sperimentali.

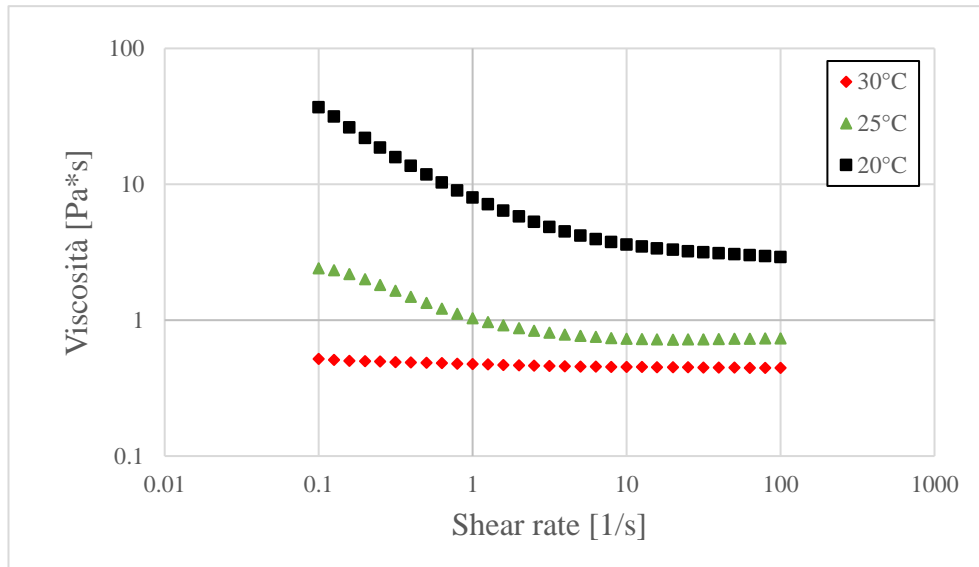


Figura 2.9: Curva sperimentale viscosità Pluronic Puro.

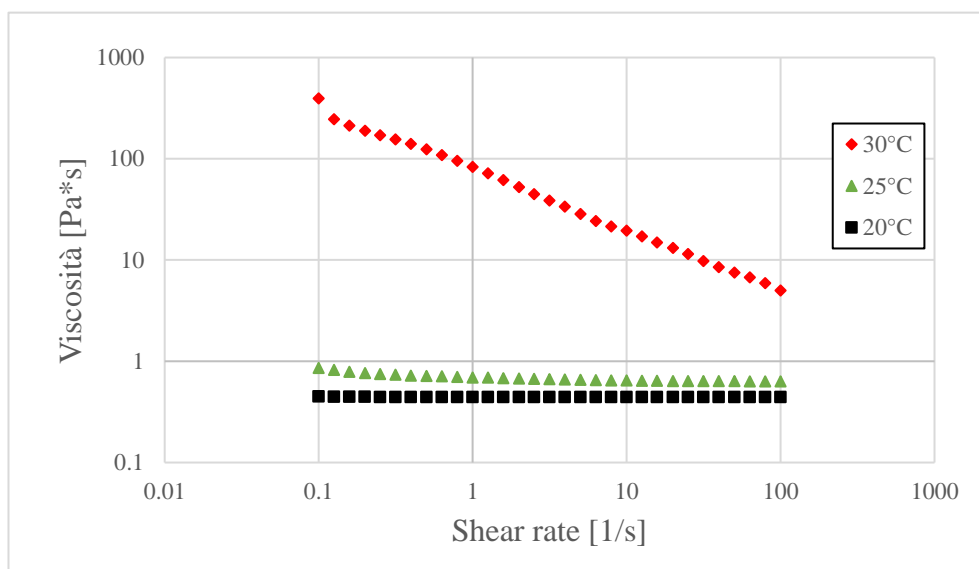


Figura 2.10: Curva sperimentale viscosità Pluronic 50 wt%.

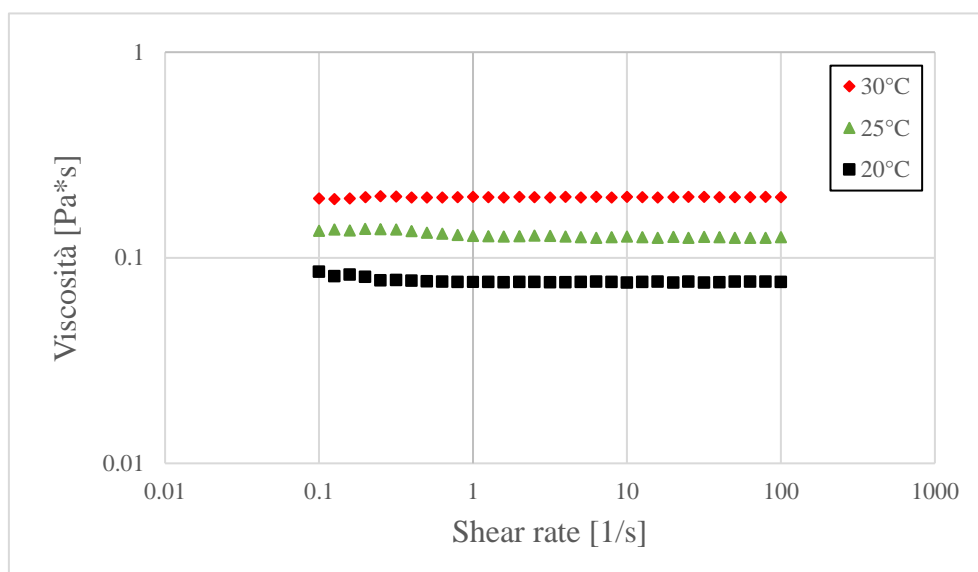


Figura 2.11: Curva sperimentale viscosità Pluronic 40 wt%.

Le caratteristiche sopradescritte rendono quindi il Pluronic un prodotto largamente utilizzato nell'industria, in particolare quella cosmetica, ma allo stesso tempo pongono grosse criticità nell'ottenimento delle caratteristiche desiderate per il prodotto finale. Le caratteristiche richieste da un prodotto cosmetico, quali shampoo e bagnoschiuma, sono ottenute modulando in maniera corretta la porzione di copolimero da aggiungere alla formulazione, e quindi la struttura generata in miscela; in particolare, è necessario individuare la giusta formulazione, capace di conferire al prodotto valori sufficientemente alti di viscosità, $5 - 9 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, capaci di garantire la fuoriuscita dal flacone e la raccolta in mano senza scivolare, oltreché un comportamento pseudoplastico al fine di applicarlo sul corpo ed infine il mantenimento di queste proprietà in un largo range di temperature, poiché spesso i prodotti per l'igiene del corpo sono utilizzati con acqua scaldata oltre i $30 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.3 Torsiometro

2.3.1 Funzionamento e strumentazioni

Per caratterizzare fluidodinamicamente il sistema studiato è necessario valutare la potenza ceduta al fluido dall'agitatore. La misura di questa potenza è determinata in base alla torsione dell'albero, rilevata attraverso un estensimetro.

Un estensimetro si compone di un collegamento elettrico formato da quattro resistenze, detto *ponte di Wheatston*. Due di queste resistenze sono collegate ad un voltaggio fisso U_E , detto *input voltage* o *energizing voltage*, mentre le altre due sono collegate ad un voltmetro che misura il voltaggio U_A , detto *output voltage*.

La rotazione della girante genera una torsione dell'albero che è proporzionale alla potenza trasferita alla miscela; la torsione è misurata attraverso la differenza di voltaggio in entrata ed uscita.

Il ponte elettrico è protetto da una guaina che riveste l'albero, è collegato ad un amplificatore che amplifica il segnale e lo trasmette ad una scheda di acquisizione dati connessa ad un pc su cui è installato un software che permette il totale controllo dello strumento, permettendo di variare durata e numero di acquisizioni.

Il torsionmetro fornisce a video e in forma di foglio di calcolo i valori di coppia (Nm), numero di giri (rpm) e potenza (W).

La configurazione montata sul sistema studiato prevede il torsionmetro montato tra motore, dotato di inverter per regolare la velocità di rotazione, e albero del recipiente, utilizzando un giunto cardanico al fine di smorzare le vibrazioni (*Figura 2.12*).

Particolare attenzione è da prestare, infine, al fondo scala dello strumento, pari a $2 Nm$ (espresso come coppia), perché misure uguali o inferiori al 10% di questo possono risultare piuttosto disturbate dal rumore di fondo.

Il torsionmetro, i sensori e il software utilizzati sono stati prodotti da Kistler.

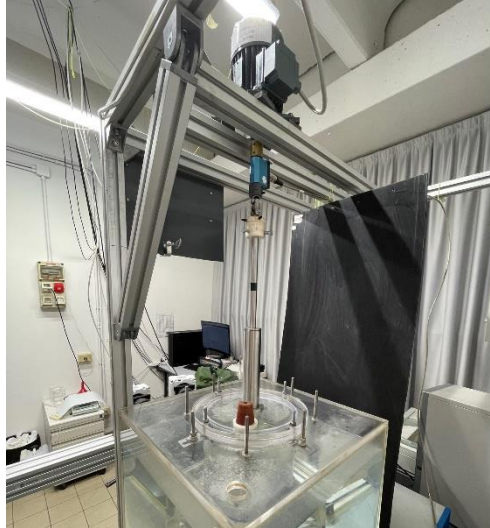


Figura 2.12: Torsiometro.

2.3.2 Acquisizione dei dati

2.3.2.1 Condizioni operative di acquisizione

L'acquisizione dati con torsiometro è stata eseguita sia in acqua sia nel Pluronic puro che nelle miscele di questi due fluidi nelle concentrazioni d'interesse con una frequenza di acquisizione fissa pari a 10 Hz.

Si è deciso di eseguire con acqua, poiché è un fluido newtoniano e non molto viscoso, prove relativamente brevi della durata di un minuto, ripetute in momenti successivi tre volte; invece, per le analisi su Pluronic puro e sulle sue miscele con acqua, essendo tendenzialmente fluidi con comportamento non-newtoniano e piuttosto viscosi, si è optato per prove di durata maggiore, cinque minuti, eseguite dopo almeno dieci minuti di agitazione alla velocità di rotazione da indagare, in maniera da aver raggiunto uno stato stazionario nel sistema agitato.

Come avvenuto per le misure eseguite con tecnica PIV, è stata annotata la temperatura di Pluronic o delle miscele prima e dopo la prova di potenza.

2.3.2.2 Calibrazione

Come la gran parte dei sistemi agitati, l'albero è ancorato al vessel attraverso un supporto metallico che scarica a terra le forze esercitate sull'albero. Tra albero e supporto è generalmente interposto un numero variabile di cuscinetti (due in questo caso specifico) che hanno il compito di ridurre le perdite di potenza legate all'attrito sviluppato dall'elemento rotante rispetto al supporto che è fermo. Seppur minima questa perdita di potenza, anche detta *bianco*, è sempre presente e in alcuni casi, ad esempio a bassa velocità di rotazione, può risultare non trascurabile; è necessario dunque valutare questa dissipazione di potenza al fine

di costruire una curva di calibrazione per ogni sistema di agitazione caratterizzato e valutare correttamente la potenza trasferita effettivamente alla miscela agitata.

La misura del *bianco* è effettuata con la girante immersa in aria, ovvero utilizzando il recipiente vuoto, perché si assume che la resistenza del gas sia nulla e dunque che tutta la potenza assorbita dal sistema e registrata dal torsionometro sia dissipata dai cuscinetti; eseguendo prove in aria per ogni girante a tutte le velocità di rotazione di interesse è stato possibile costruire le varie curve di calibrazione.

2.3.2.3 Procedura per l'elaborazione dei dati

Ogni acquisizione effettuata con il torsionometro ha prodotto una serie temporale di valori istantanei di velocità di rotazione, coppia o *torque* e potenza misurati con frequenza pari a 10 Hz. I valori misurati hanno quasi sempre seguito un andamento oscillante di forma sinusoidale. Il valore medio delle variabili sopra richiamate, è stato utilizzato per stimare la potenza trasferita al fluido al variare della velocità di rotazione

La procedura di elaborazione vera e propria prevede il calcolo della media aritmetica delle tre grandezze misurate, quindi, il calcolo della potenza netta (P), ovvero la potenza realmente trasferita al fluido, ottenuta dalla differenza tra il valore misurato e quello registrato durante la calibrazione in aria, ed infine il calcolo del numero di potenza (N_p) attraverso l'Equazione 2.1:

$$N_p = \frac{P}{\rho_L N^3 D^5} \quad (2.1)$$

dove ρ_L è la densità del fluido, N è la velocità di rotazione e D il diametro della girante.

Calcolando il valore del numero di potenza, per ogni velocità di rotazione indagata, si può costruire una curva caratteristica N_p contro Re che assume una forma caratteristica: lineare in campo laminare ($Re < 20$) mentre in campo turbolento ($Re > 10000$) diventa orizzontale (Ghotli et al., 2013). Queste curve sono utilizzabili per molte considerazioni di carattere applicativo nel campo della miscelazione; infatti, la maggior parte delle regole empiriche utilizzate per progettare sistemi di miscelazione si basano su parametri operativi largamente utilizzati come il numero di potenza o il numero di flusso (Gomez, et al., 2010).

2.4 PIV (Particle Image Velocimetry)

In questo studio, al fine di caratterizzare la fluidodinamica dei diversi fluidi contenuti nel recipiente agitato, è stata utilizzata la tecnica PIV, acronimo di *Particle Image Velocimetry*; i progressi compiuti negli scorsi decenni nei campi dell'ottica, dell'elettronica e dell'informatica hanno permesso lo sviluppo e la conseguente applicazione della velocimetria nella valutazione qualitativa e quantitativa di flussi e campi di moto per diverse apparecchiature. Contrariamente ad altre tecniche, che risultano invasive a causa dell'utilizzo di sonde intrusive, la PIV è una tecnica non invasiva, basata su metodi ottici, in grado di produrre misure istantanee di velocità su piani verticali o orizzontali ed evidenziare la presenza di strutture ad anello anche in moti di tipo non stazionario. La recente possibilità di utilizzare telecamere digitali ad alta velocità e definizione, capaci di produrre immagini di elevata qualità, ed il parallelo sviluppo di software per l'elaborazione ed analisi delle immagini, permettono di produrre misure estremamente accurate. La criticità di questa tecnica è rappresentata dalla difficile messa a punto della strumentazione; infatti, se da una parte il posizionamento e la messa a fuoco delle telecamere risulta essere un'operazione non particolarmente complessa, dall'altra l'allineamento della sorgente di illuminazione ad alta potenza, il laser, che determina l'area di indagine all'interno del sistema studiato, può ostacolare o rendere critica la riproducibilità delle misure eseguite.

2.4.1 Funzionamento e strumentazioni

La strumentazione per eseguire misure attraverso velocimetria è costituita da diversi elementi, il cui funzionamento sincrono consente di ottenere, istante per istante, la misura del campo di moto di un fluido su di un piano interno al sistema di interesse:

- Raggio laser, ossia una sorgente di luce pulsata e ad alta potenza, che viene convertita in una lama di luce mediante un sistema di lenti cilindriche;
- Telecamere digitali ad alta velocità e definizione;
- Tracciante solido appropriato con cui inseminare il fluido, capace di seguire il campo di moto del fluido e di essere rilevato dalle telecamere quando interagisce con fascio luminoso;
- Sincronizzatore del raggio laser e delle telecamere;
- Software di elaborazione delle immagini.

Il principio di funzionamento della PIV, *Figura 2.13*, è basato sul rilevamento e l'analisi degli spostamenti di particelle di tracciante in sospensione nella regione fluida che si vuole caratterizzare. La velocità del fluido in un punto all'interno del sistema viene infatti determinata come la velocità delle particelle in quel punto (o in un intorno di dimensioni predefinite e ristrette). Il sistema di misura illumina in due istanti successivi le particelle di tracciante nella regione di interesse mediante un fascio di luce laser. Ogni fotocamera, sincronizzata con il laser, permette di acquisire in rapida successione due immagini del recipiente in cui, per effetto della riflessione della luce laser incidente da parte del tracciante, sono visibili le stesse particelle inseminate. Suddividendo ciascuna delle due immagini in aree di interrogazione di dimensione $32 \times 32 \text{ pixel}$, ad esempio, si può stimare lo spostamento delle singole particelle nell'intervallo che intercorre tra le due acquisizioni ed attraverso un algoritmo di cross-correlazione stimare la velocità. La velocità puntuale è ottenuta dal rapporto tra lo spazio percorso dalla particella e il tempo intercorso tra l'acquisizione delle due immagini.

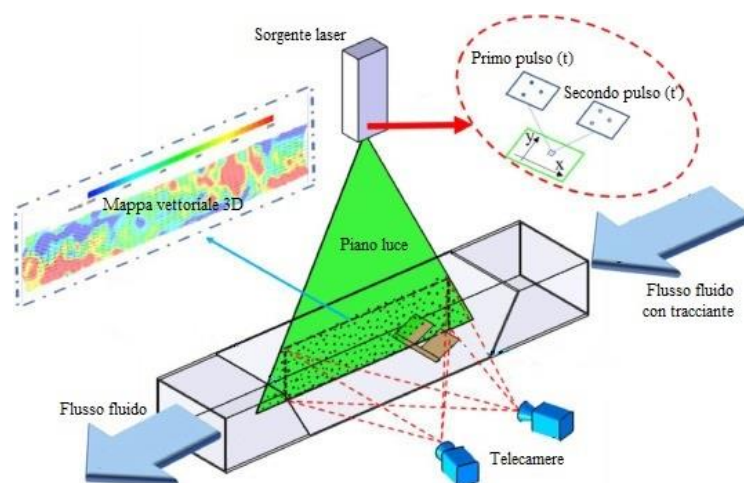


Figura 2.13: Principio di funzionamento di un sistema PIV applicato al moto di un fluido in una condotta a sezione rettangolare.

La qualità delle misure raccolte dipende strettamente dalla quantità di tracciante con cui il fluido viene inseminato. Le particelle inserite all'interno del fluido da studiare devono essere in quantità ragionevole perché se sono poche, si registrano immagini con zone buie, in cui esse non sono presenti e la caratterizzazione del campo di moto è affetta da rilevanti errori; se, al contrario, la quantità è eccessiva, si rischia che il fluido subisca un fenomeno di opacizzazione che acceca le telecamere causando una diminuzione della qualità delle immagini raccolte.

La *Particle Image Velocimetry* è dunque una tecnica diagnostica di fondamentale importanza che viene impiegata per caratterizzare il campo di moto di un fluido contenuto dentro ad un'apparecchiatura. Il suo utilizzo consente di ottenere informazioni di dettaglio sia spaziali che temporali; inoltre, in caso di regime di moto turbolento, essa garantisce la misurazione della componente media e fluttuante di velocità. Infine, rispetto ad altre tecniche ottiche di tipo puntuale, la PIV richiede tempistiche di acquisizione ed elaborazione piuttosto brevi seppur sia comunque necessario disporre di una sorgente luminosa ad alta potenza.

2.4.1.1 Laser

Il laser, acronimo di *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*, è uno strumento capace di amplificare la luce producendo fasci luminosi monocromatici ad alta potenza e forte direzionalità, con frequenze che vanno dall'ultravioletto ai raggi infrarossi. I tre componenti principali di un apparato laser sono il materiale attivo, il sistema di pompaggio, che eccita il materiale attivo fornendo energia chimica o elettromagnetica, e il sistema ottico che amplifica e rende disponibile il raggio laser.

Il funzionamento di tale strumentazione si basa sull'emissione di radiazioni (fotoni) da parte della sostanza scelta come materiale attivo; gli atomi che lo compongono vengono eccitati da una sorgente energetica esterna, detta sistema di pompaggio, e quindi indotti a emettere la stessa quantità di energia assorbita mediante una radiazione di frequenza determinata. I fotoni della radiazione emessa hanno una frequenza caratteristica degli atomi da cui sono stati generati e viaggiano in fase con i fotoni della radiazione usata per l'eccitazione iniziale. L'effetto di amplificazione è ottenuto riflettendo i fotoni più volte all'interno di una cavità cilindrica risonante, dotata di due specchi paralleli, uno totalmente riflettente e l'altro solo parzialmente, disposti alle estremità dello strumento. Durante il passaggio tra i due specchi, i fotoni urtano gli atomi eccitati del materiale attivo, i quali a loro volta emettono fotoni caratterizzati dalla medesima frequenza e fase di quelli già presenti; come conseguenza di questo effetto a cascata si forma una radiazione monocromatica di alta intensità. La radiazione prodotta passa infine attraverso uno specchio semi-argentato che la filtra e la rende disponibile all'uso.

I laser vengono classificati, a seconda della natura del materiale attivo utilizzato, in laser allo stato solido, a gas, a semiconduttore, a liquido e a elettroni liberi. Per le misure con tecnica PIV effettuate in questo studio di tesi, si è scelto di utilizzare un laser allo stato solido, formato da un cristallo *YAG* (Granato di Ittrio ed Alluminio) drogato con Neodimio (*Nd*),

riportato in *Figura 2.14*; in un tale sistema il fascio di luce è generato da ioni Nd^{3+} incorporati nel cristallo YAG.



Figura 2.14: Laser Nd-YAG.

Nella maggior parte delle applicazioni, la tecnica PIV richiede un'illuminazione di grande intensità ed energia solo negli istanti in cui le telecamere acquisiscono le immagini, non è pertanto sensato l'utilizzo di un laser a sorgente continua; questo ha richiesto la progettazione di laser pulsati che, nella configurazione più utilizzata, sono dotati di una doppia cavità (*Figura 2.15*). Il principale vantaggio di un tale configurazione, rispetto a quella a cavità singola, è di non avere limitazioni riguardo il lasso di tempo che intercorre tra due pulsazioni in serie pur garantendo sempre l'emissione della stessa quantità di energia per ogni impulso.

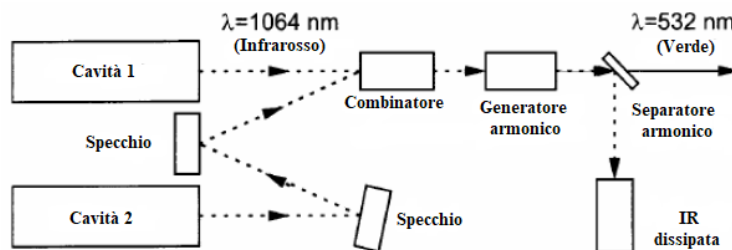


Figura 2.15: Laser a doppia cavità impiegato nelle tecniche PIV.

I laser YAG emettono una radiazione, nel campo dell'infrarosso, avente lunghezza d'onda pari a 1064 nm ; nella maggior parte delle applicazioni PIV, tuttavia, un raggio con tale lunghezza d'onda non è utilizzabile perché le telecamere sono maggiormente sensibili allo spettro blu-verde e dunque risulterebbe difficile allineare un fascio di luce invisibile. Per risolvere questo problema, si ricorre all'utilizzo di un generatore armonico che dimezza, a 532 nm , la lunghezza d'onda della radiazione portandola nel campo del visibile; il principale svantaggio di questo processo è rappresentato dalla scarsa efficienza con cui avviene, infatti, gran parte della radiazione infrarossa rimasta viene eliminata ancora prima di essere resa disponibile per l'applicazione, utilizzando un separatore armonico.

2.4.1.2 Telecamere

Un componente fondamentale della strumentazione utilizzata per la tecnica PIV sono le telecamere, il cui scopo è quello di individuare nello spazio la posizione delle particelle di tracciante, immerse nel fluido e illuminate dal laser, in due istanti successivi al fine di determinare, attraverso una successiva elaborazione, il vettore spostamento e le sue componenti.

Il numero di telecamere utilizzato è variabile, a seconda che vengano effettuate caratterizzazioni bidimensionali o tridimensionali del campo di moto del fluido. In particolare, la 2D-PIV si avvale di una sola fotocamera, posizionata con l'obiettivo perpendicolare al fascio di luce laser in modo da rilevare solo le due componenti del vettore sul piano mentre la terza, fuori dal piano, non è registrata. La stereo-PIV, invece, ricorre all'utilizzo di due telecamere, una con obiettivo posto perpendicolarmente al piano e una direzionata con un diverso angolo, che, lavorando contemporaneamente, acquisiscono quattro immagini da cui attraverso una successiva elaborazione si può misurare anche la terza componente del vettore velocità.

Questo studio è stato svolto utilizzando la stereo-PIV e dunque ha fatto ricorso a due telecamere.

Le telecamere digitali utilizzate sono dotate di un *dispositivo a scorrimento di carica* o *Charge Couplet Device* (CCD). Questo sensore è un componente elettronico composto da materiali semiconduttori sensibili alla luce; quando un fotone colpisce la superficie di questo sensore, vengono liberati elettroni che si accumulano nei singoli elementi rilevatori del dispositivo, detti pixel. La funzione di ciascun pixel è molto simile a quella di un fotodiode, per cui tanto più è luminoso un oggetto e tanti più elettroni si accumuleranno; i fotoni che si accumulano nei pixel sono convertiti in segnale elettrico, il cui voltaggio è codificato in una scala di colori grazie alla quale si ricostruisce l'immagine.

Le telecamere impiegate in questo lavoro di tesi sono due *SpeedSense Veo-E 340* (Figura 2.16) con un CCD da 1600x2560 *pixel* ed equipaggiate con un sensore *Zeiss* con focale da 50 *mm*.



Figura 2.16: Telecamere SpeedSense Veo-E 340.

2.4.1.3 Tracciante

Al fine di garantire un'accurata caratterizzazione del campo di moto all'interno del recipiente studiato, è necessario che le particelle di tracciante seguano fedelmente il fluido agitato senza interferire e interagiscano efficacemente con il fascio di luce laser permettendo una corretta identificazione da parte delle telecamere. Per permettere che questo accada, il tracciante deve avere una densità apparente prossima a quella del fluido e dimensioni ridotte; inoltre, le particelle devono essere chimicamente inerti con il sistema, non tossiche, non corrosive, non abrasive e possibilmente devono avere un basso costo.

In generale, i fattori da cui dipende il moto del tracciante sospeso nel fluido sono la forma, che determina una variazione del coefficiente d'attrito, le dimensioni e la densità, che influenzano la risposta della particella alle variazioni di velocità del fluido che le circonda e la concentrazione che, determinando la probabilità di interazione tra i diversi corpuscoli inseminati, deve essere tale da mantenere una distanza media tra particelle sufficiente a poter trascurare interazioni ed urti.

Come detto poco sopra, una caratteristica fondamentale del tracciante è la capacità di riflettere la luce incidente allo scopo di essere visibile alle telecamere; quando un'onda piana incide su un oggetto che possiamo assumere come sferico, dotato di indice di rifrazione diverso da quello del mezzo attraversato, si assiste al fenomeno di *scattering*, ovvero alla generazione di un'onda di riflessione; le particelle di tracciante diventano, di fatto, sorgente di una radiazione elettromagnetica con intensità, direzione e polarizzazione differente rispetto all'onda

incidente. Considerando la teoria di Mie-Lorentz, lo *scattering* è caratterizzato dal seguente parametro (Equazione 2.2):

$$q = \frac{\pi d_p}{\lambda} \quad (2.2)$$

dove d_p è il diametro della particella e λ la lunghezza d'onda della radiazione incidente.

Il parametro q fornisce informazioni importanti riguardo la distribuzione spaziale della luce diffusa; se q è maggiore di 1, il rapporto tra luce diffusa dietro e quella davanti alla particella è circa 100-1000 volte, se q è invece minore, il rapporto è unitario. Nelle tecniche PIV, è fondamentale avere una buona diffusione ai lati della particella in modo da ottenere un segnale che possa essere efficacemente rilevato dalle telecamere; per questo motivo si utilizzano particelle di diametro compreso tra 0.1 e 50 μm che riflettono la luce con una lunghezza d'onda pari a quella incidente.

Il tipo di tracciante va scelto in base al fluido analizzato e alla sorgente di luce utilizzata mentre la dimensione delle particelle è scelta in funzione della necessità di inviare un segnale nitido alle telecamere. Solitamente si cerca di utilizzare particelle con la massima dimensione possibile, compatibilmente con la velocità del fluido e la turbolenza del sistema agitato.

Per quanto riguarda le applicazioni in fase liquida, i traccianti più utilizzati sono sfere di vetro cavo rivestite di argento, particelle polimeriche fluorescenti e particelle di poliammide con densità prossima a quella dell'acqua. In questo studio di tesi specifico, sono state utilizzate sfere di vetro cavo rivestite in argento. La giusta concentrazione di tracciante, infine, è stata valutata visivamente attraverso il sistema di elaborazione delle immagini cercando di garantire, in linea generale, la presenza di cinque particelle per area di interrogazione.

2.4.2 Acquisizione dei dati

2.4.2.1 Condizioni operative di acquisizione

Quando si acquisiscono dati mediante tecnica PIV è fondamentale prestare attenzione ad alcuni particolari: le misure sono sempre registrate in luoghi il più possibile bui al fine di ridurre al minimo il disturbo dovuto alla luce ambientale, massimizzando il rapporto segnale-rumore (S/N); per tale motivo, si è deciso di operare in una stanza completamente buia, schermata con pannelli neri che impedissero il passaggio di luce proveniente dall'esterno. Inoltre, è necessario determinare il *fattore di scala*, ovvero il rapporto tra dimensioni reali dell'oggetto e le dimensioni catturate dalle telecamere espresse in pixel. Tale calibrazione è

fatta attraverso il software commerciale *Dynamic Studio* (prodotto dalla *Dantec Dynamics*) in assenza del sistema agitante, acquisendo una singola immagine della porzione di recipiente da caratterizzare; grazie a dei puntatori che vengono posizionati in corrispondenza degli estremi dell'oggetto assunto come riferimento, in questo caso la piastrina di calibrazione, è possibile assegnare le dimensioni reali e risalire al *fattore di scala*. Il fluido analizzato, infine, può manifestare un diverso comportamento in base alla temperatura che assume e per questo motivo è fondamentale registrare, attraverso un termometro rimovibile, la temperatura del sistema prima e dopo la misurazione; questo accorgimento è stato essenziale per il Pluronic e le miscele con acqua perché assumono, a seconda della temperatura, microstrutture e dunque comportamenti reologici differenti, mentre non è stato necessario per le misure in acqua.

2.4.2.2 Calibrazione, traslazione e componenti

Prima di procedere con acquisizioni con la tecnica PIV è necessario effettuare una calibrazione delle telecamere, ovvero associare le posizioni delle particelle nel piano dell'immagine (*pixel*) al piano del fascio di luce laser (*mm*); in altre parole, descrivere attraverso un modello matematico (*Image Model Fit*, IMF) come i punti nello spazio reale siano trasferiti al piano dell'immagine.

Per calibrare le telecamere si utilizzano bersagli di calibrazione con marcatori (croci o sfere) disposti in una griglia di forma quadrata monolivello o multilivello; nel nostro caso si è scelto di utilizzare un bersaglio standard multilivello rettangolare ($95 \times 75 \text{ mm}$) con marcatori di forma sferica (*Figura 2.17*).

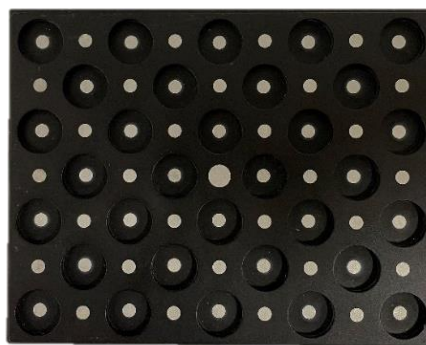


Figura 2.17: Bersaglio standard multilivello con marcatori di forma sferica.

La procedura di calibrazione prevede l'inserimento del bersaglio all'interno della zona ripresa dalle telecamere, quindi, l'allineamento del fascio di luce laser ad esso ed infine l'acquisizione di una immagine ad alta risoluzione e ben illuminata per ogni telecamera. Sulle immagini acquisite si applica il comando *Multi Calibration* che permette di generare automaticamente, a partire dall'immagine acquisita, una calibrazione spaziale della telecamera (IMF), visibile in *Figura 2.18*.

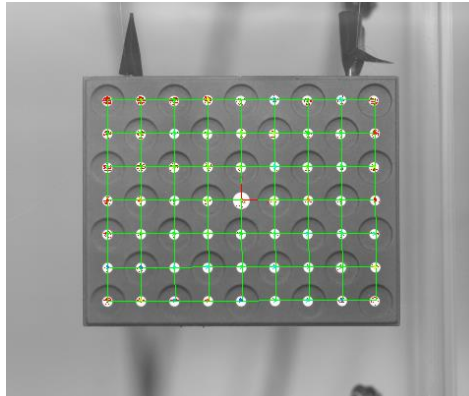


Figura 2.18: IMF generato dalla calibrazione.

Il software *Dynamic studio*, come detto poco sopra utilizza un sistema di riferimento interno centrato nel centro del bersaglio di calibrazione, mentre in questo studio, seguendo una delle convenzioni più diffuse, è stato scelto di porre l'origine nel centro della girante. Proprio per questo motivo, considerato un punto di coordinate note nel sistema di riferimento convenzionale (ad esempio, il centro della turbina) e valutate le sue coordinate note nel sistema di riferimento imposto automaticamente dal programma, prima di procedere all'analisi dei dati prodotti dal software, si esegue una traslazione. Il sistema di riferimento utilizzato è in coordinate cilindriche r, z, θ rispettivamente la coordinata radiale, assiale e circonferenziale; la convenzione adottata prevede: $\theta > 0$ se antiorario, $r > 0$ se uscente dalla girante e $z > 0$ verso l'alto.

La simbologia utilizzata per le componenti dei vettori velocità coincide con quella comunemente utilizzata nell'ambito dello studio di miscelazione: V è la componente radiale, U è la componente assiale e W è la componente tangenziale.

2.4.2.3 Numero di acquisizioni

Per garantire misure accurate relative alla componente media e quella fluttuante di velocità del campo di moto in regime turbolento, è necessario acquisire un numero elevato di immagini; in questo modo, è infatti possibile garantire l'indipendenza statistica delle misure.

Secondo la decomposizione di Reynolds, per campi di moto turbolento, la velocità istantanea in un punto è valutabile come la somma di una componente media \bar{v} e una fluttuante v' (Equazione 2.3), calcolate rispettivamente come la media (Equazione 2.4) e la deviazione standard (Equazione 2.5) di un gruppo di vettori velocità misurati in un punto:

$$v = \bar{v} + v' \quad (2.3)$$

$$\bar{v} = \frac{\sum_{j=1}^n v_j}{n} \quad (2.4)$$

$$v' = \frac{\sum_{j=1}^n \sqrt{(v_j - \bar{v})^2}}{n} \quad (2.5)$$

dove n è il numero di immagini acquisite.

Le componenti sopra descritte sono calcolate discretizzando ciascuna coppia di immagini raccolta in modo da ottenere aree di interrogazione di piccole dimensioni, $32 \times 32 \text{ pixel}$, corrispondenti a circa $0.925 \times 0.925 \text{ mm}$. Ogni area di integrazione della prima immagine viene automaticamente correlata dal software alla corrispondente area presente nella seconda immagine, in maniera da stimare lo spostamento medio delle particelle di tracciante e, conoscendo il tempo trascorso tra le due coppie d'immagini acquisite, risalire al valore di velocità locale.

Generalmente per un sistema contenente liquidi, il numero di immagini da acquisire per ottenere vettori di velocità media affidabili è 500, mentre è più elevato per garantire l'indipendenza statistica delle fluttuazioni turbolente.

2.4.2.4 Intervallo tra due pulsdi di laser

Una delle maggiori difficoltà nel produrre misure accurate di velocità in sistemi abbastanza grandi come quello studiato risulta essere la selezione dell'intervallo di tempo tra due pulsdi di laser e quindi tra due fotogrammi. Il Δt ottimale è molto dipendente dalla velocità con cui si muove il fluido all'interno del recipiente, che tuttavia non è uniforme essendo più alta vicino alla girante e più bassa lontano da essa. Quindi la scelta del Δt è frutto di un compromesso che possa garantire una maggiore accuratezza generale dell'immagine, ottenendo un maggior numero di vettori validati, nonostante si abbia una perdita di qualità della misura nelle zone a più alta e più bassa velocità.

Un modo affidabile per identificare il Δt migliore possibile è imporre lo spostamento della particella di tracciante pari ad un quarto del lato dell'area di interrogazione (L_{IA}). L'intervallo Δt è dunque determinato come funzione del fattore di scala dell'oggetto (S), di L_{IA} e della massima velocità all'interno del sistema V_{tip} , che per i reattori agitati è la velocità con cui si muovono le pale della girante, come segue (Equazione 2.6):

$$\Delta t = \frac{SL_{IA}}{4V_{tip}} \quad (2.6)$$

dove V_{tip} , per una determinata velocità di agitazione N , è calcolata secondo l'Equazione 2.7.

$$V_{tip} = \pi ND \quad (2.7)$$

Tuttavia, il movimento delle particelle attraverso il piano influisce sulla accuratezza delle misure. Perciò il valore di Δt e lo spessore del fascio laser (Z_l) sono scelti in relazione alla *velocità perpendicolare al piano di misura* (V_z) al fine di soddisfare l'Equazione 2.8. Se infatti si assumessero valori di Δt troppo elevati, le particelle presenti nel piano di misura nel momento di acquisizione della prima immagine non sarebbero presenti all'atto di acquisizione della seconda.

$$\frac{V_z \Delta t}{Z} \leq \frac{1}{4} \quad (2.8)$$

Operativamente l'intervallo tra i due pulsii è scelto testando, ad una velocità di rotazione fissa, un ampio range di Δt , variandoli con un passo fisso e ricorrendo alla *deviazione quadratica media adimensionalizzata* (*Root Mean Square, rms*) che permette di quantificare la variazione tra le varie misure (Equazione 2.9).

$$rms = \frac{\sqrt{\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (u_{\Delta t1} - u_{\Delta t2})^2 \right]}}{\sqrt{\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (u_{\Delta t2})^2 \right]}} \quad (2.9)$$

Attraverso questo parametro è possibile individuare il Δt ottimale, che minimizza gli errori nelle misurazioni e l'effetto sulle componenti (Gomez, et al., 2010).

Una volta che il tempo ottimale per la velocità indagata è stato individuato si possono calcolare quelli per le altre velocità sapendo che, in base all'*Equazione 2.6*, il prodotto tra Δt e V_{tip} deve essere costante.

2.4.2.5 Procedura per l'elaborazione dei dati

Per l'analisi di ogni serie di coppie di immagini, acquisita con la tecnica PIV, è stato utilizzato il software *Dynamic Studio* attraverso cui le misure sono state sempre processate con la medesima sequenza costituita dai seguenti comandi:

1. *Image Mean*: comando che permette di applicare un metodo numerico che calcola l'intensità luminosa media di tutti i pixel che compongono l'immagine.
2. *Image Arithmetic*: comando che sottrae l'immagine media da tutte le immagini in modo da attenuare il rumore associato al segnale, come ad esempio quello associato al riflesso generato dell'albero centrale metallico.
3. *Adaptive PIV*: comando che correla le posizioni delle particelle nel primo frame e nel secondo calcolando il vettore velocità in quell'istante. Questo metodo è adattivo perché regola iterativamente la dimensione, la forma e la posizione delle aree di interrogazione al fine di adattarle alla densità locale di tracciante, alla velocità del flusso e possibili gradienti di essa.

Contemporaneamente si utilizza anche il comando *Peak Validation* che valuta, attraverso metodi matematici, se le particelle nel secondo frame siano effettivamente quelle della prima immagine o siano altre particelle entrate nell'area di interrogazione.

4. *Range Validation*: comando che elimina i vettori che non rispettano i requisiti del modulo della grandezza misurata. In tale studio, la massima velocità registrabile nel sistema è pari alla velocità periferica della girante, quindi, per ogni velocità indagata, il comando elimina tutti i vettori con modulo maggiore o uguale a V_{tip} .

Si ottiene per ogni coppia di immagini, registrata da ogni telecamera, una mappa bidimensionale istantanea di vettori.

5. *Vector Statistic*: comando che restituisce una mappa vettoriale bidimensionale risultante dalla media delle mappe istantanee ottenute mediante la *Range Validation*.

Conclusa questa sequenza di analisi sia la serie di coppie di immagini della fotocamera frontale sia della fotocamera laterale alle due mappe prodotte dal comando *Vector Statistic* è stata applicata un'ulteriore analisi:

6. *Stereo PIV*: comando che combina i dati provenienti dalle due telecamere che osservano il recipiente da due prospettive differenti; combinando le due mappe, una per ogni telecamera, prodotte in precedenza ed una calibrazione spaziale ottengo una mappa vettoriale tridimensionale.

I risultati finali della procedura appena descritta sono raccolti dal software in un foglio di calcolo Excel dove, per ciascun vettore presente nella mappa, sono riportati: la posizione (in *pixel* e *mm*) rispetto al riferimento interno del software, le tre componenti medie ed il modulo totale del vettore velocità. Come precedentemente descritto, è stato necessario un cambiamento di coordinate rispetto a quelle internamente imposte dal software; mentre il programma imposta automaticamente un sistema di riferimento cartesiano piano con origine nel centro della piastrina di calibrazione, i risultati sono convertiti in un sistema di coordinate cilindriche con origine posta nel centro della girante.

Per ottenere mappe vettoriali maggiormente personalizzabili, i dati sono stati ulteriormente elaborati attraverso il software *MatLab R2021a*. Questo, utilizzando un codice di calcolo (*script*) sviluppato dal gruppo di ricerca è stato in grado di ricostruire la distribuzione spaziale dei dati raccolti dalla PIV e generare mappe colorate (*contour plot*) e campi vettoriali (*vector plot*) con un algoritmo basato sulla triangolazione di Delaunay. Le mappe, così generate, sono caratterizzate dalla direzione delle componenti medie adimensionalizzate sul piano (radiale ed assiale) rappresentata dai vettori e dalla componente tangenziale media adimensionalizzata rappresentata mediante una scala di colori. Dal piano di misura indagato sono state eliminate, evidenziandole in giallo, la zona spazzata dalla girante, quella dell'eventuale vortice d'aria inglobata e le zone scartate dove non sono definite le componenti di velocità medie;

2.5 Prove sperimentali

Al fine di rendere più chiaro il quadro delle prove sperimentali eseguite sono state elencate in maniera tabellare (indicando eventualmente le temperature operative) suddivise per fluido caratterizzato.

2.5.1 Acqua

In acqua sono state eseguite prove di potenza utilizzando la girante Rushton (*baffled* ed *unbaffled*), la MaxBlend (*baffled* ed *unbaffled*) e con la Helical Ribbon (*unbaffled*); sono inoltre state raccolte misure di campo di moto, con la tecnica PIV, utilizzando la turbina Rushton nella configurazione priva di setti frangivortice

N (rpm)	Rushton unbaffled	Rushton baffled	MaxBlend unbaffled	MaxBlend baffled	Helical Ribbon unbaffled
75	no	no	no	si	no
100	no	no	no	si	si
125	no	no	si	si	si
150	si	no	si	si	si
175	no	no	si	si	si
200	si	si	si	si	si
225	no	no	si	si	no
250	si	si	si	si	no
300	si	si	si	si	no
325	no	no	si	si	no
350	si	si	no	no	no
375	si	no	no	no	no
400	si	si	no	no	no
425	si	no	no	no	no
450	si	si	no	no	no
500	si	si	no	no	no
550	no	Si	no	no	no

Tabella 2.2: Prove di potenza in acqua.

N (rpm)
50
100
200
300
350

Tabella 2.3: Prove PIV con Rushton unbaffled in acqua.

2.5.2 Pluronic puro

Il Pluronic L-64 è stato caratterizzato solo attraverso prove di potenza con girante Rushton in configurazione *unbaffled*, non è stato possibile fare analisi con la PIV perché il fluido non era trasparente.

N (rpm)	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
150	22.9	23
200	23.0	23.0
250	23.1	23.1
300	23.2	23.2
350	23.3	23.3
375	23.4	23.4
400	23.5	23.5
425	23.6	23.6
450	23.7	23.7
500	23.9	23.9

Tabella 2.4: Prove di potenza con Pluronic L-64 Puro.

2.5.3 Miscela Pluronic-Acqua 50 wt%

La miscela acquosa di Pluronic al 50 wt% ha assunto due diverse forme al variare della temperatura: a temperature più basse la miscela si presenta sotto forma di fase micellare con aspetto trasparente mentre a temperature più alte in fase pseudo-esagonale non trasparente. Conseguentemente sono state eseguite prove di potenza con girante Rushton in configurazione priva di *baffles* su entrambi i sistemi, mentre, per via delle caratteristiche fisiche, è stato possibile analizzare solo la fase micellare con tecnica PIV; entrambe le tecniche hanno analizzato il sistema con girante Rushton nel recipiente privo di *baffles*.

N (rpm)	Micellare	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)	Pseudo Esagonale	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
100	si	24.2	24.2	si	31.9	31.9
150	si	24.2	24.2	no		
200	si	24.2	24.2	si	31.3	31.3
250	si	24.3	24.3	no		
300	si	24.3	24.3	si	32.7	32.7
350	si	24.3	24.3	no		
375	si	24.5	24.5	no		
400	si	24.6	24.6	si	32.2	32.2
425	si	24.6	24.6	no		
450	si	24.6	24.6	no		
500	si	24.7	24.7	si	31.6	31.6

Tabella 2.5: Prove di potenza con miscela 50 wt%.

N (rpm)	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
50	26.1	26.1
100	26.1	26.1
200	25.4	25.4
300	26.1	26.1
350	26.0	26.0
400	26.2	26.2
450	26.3	26.4

Tabella 2.6: Prove PIV con miscela 50 wt% micellare.

2.5.4 Miscela Pluronic-Acqua 40 wt%

La miscela acquosa di Pluronic al 40 wt% si è presentata, come previsto, unicamente sotto forma di fase micellare trasparente; le misure sperimentali eseguite sono state prove di potenza ed acquisizioni con la tecnica PIV entrambe con girante Rushton in configurazione *unbaffled*.

N (rpm)	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
150	27.2	27.2
200	27.2	27.2
250	27.3	27.3
300	27.3	27.3
350	27.1	27.1
400	27.5	27.5
450	27.5	27.5
500	27.5	27.5

Tabella 2.7: Prove di potenza con miscela 40 wt%.

N (rpm)	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
50	26.0	25.9
100	25.9	25.9
200	28.0	28.0
300	25.9	25.9
350	25.8	25.9
400	26.0	26.1
450	26.1	26.2

Tabella 2.8: Prove PIV con miscela 40 wt%.

2.5.5 Miscela Pluronic-Acqua 30 wt%

La miscela acquosa di Pluronic al 30 wt% si è presentata, come previsto, unicamente sotto forma di fase micellare trasparente; le misure sperimentali eseguite sono state prove di potenza ed acquisizioni con la tecnica PIV, entrambe con girante Rushton in configurazione *unbaffled*.

N (rpm)	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
150	26.3	26.3
200	26.3	26.3
250	26.3	26.3
300	26.3	26.3
350	26.4	26.4
400	26.4	26.4

Tabella 2.9: Prove di potenza con miscela 30 wt%.

N (rpm)	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
50	26.2	26.2
100	26.2	26.2
200	26.1	26.1
300	26.1	26.1
350	26.1	26.1

Tabella 2.10: Prove PIV con miscela 30 wt%.

3 Risultati sperimentali

In questo capitolo i risultati ottenuti sono presentati e, quando possibile, confrontati con quanto noto in letteratura scientifica.

Tutte le prove, sia con torsionometro che con tecnica PIV, sono state effettuate mantenendo il volume di liquido all'interno del recipiente costante e pari a 10.0 L, corrispondente ad un'altezza di liquido pari a 0.202 m rispetto all'inizio della parte cilindrica del vessel.

Al fine di costruire le curve di potenza in funzione del numero di Reynolds, poiché non ricavabili attraverso misure effettuabili contestualmente alle altre, è stato necessario utilizzare le curve di viscosità, riportate nel *Capitolo 2*, che sono state fornite dall'Università degli Studi di Napoli Federico II, la quale ha collaborato al presente studio. I valori di viscosità utilizzati sono stati scelti calcolando il valore di *shear rate* secondo l'*Equazione 3.1*, riportata in letteratura (Paul, et al., 2004):

$$\dot{\gamma} = 11 * N \quad (3.1)$$

Solamente il valore di viscosità della miscela al 30% ponderale proviene dalla letteratura disponibile (Zhou, et al., 1996) per via dell'indisponibilità di dati provenienti da misure sperimentali.

3.1 Torsionometro

I seguenti risultati sono stati ottenuti, come detto in precedenza, attraverso le misure raccolte con il torsionometro al variare della velocità di agitazione e dunque del numero Reynolds, calcolato attraverso l'*Equazione 3.2*.

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad (3.2)$$

dove ρ indica la densità del fluido mentre μ la viscosità dello stesso.

Prima di raccogliere ogni misura si è sempre atteso un tempo congruo, rispetto al fluido analizzato e dunque al suo comportamento, con l'obiettivo di analizzare condizioni stazionarie e non transitorie.

Ogni configurazione analizzata ha prodotto una curva di potenza che, quando possibile, è stata confrontata con i dati noti in letteratura.

3.1.1 Rushton

3.1.1.1 Acqua

3.1.1.1.1 Recipiente *baffled*

I dati raccolti in acqua con setti installati hanno prodotto la curva di potenza assorbita riportata in *Figura 3.1*. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 200 a 500 rpm, equivalenti ad un range di Re che va da circa 20000 a circa 50000 calcolato utilizzando μ costante, pari a $1 \times 10^{-3} Pa \cdot s$, e densità uguale a $1000 Kg/m^3$.

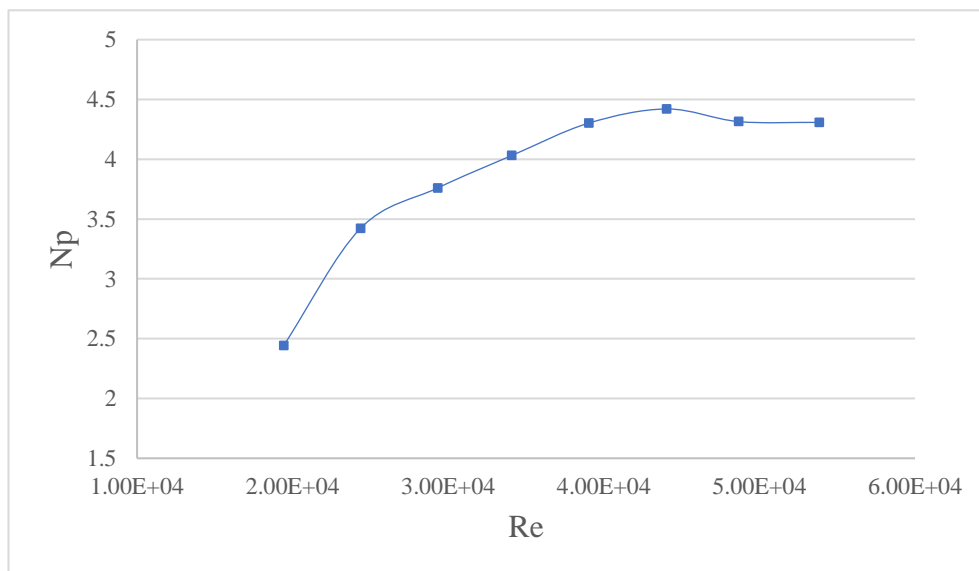


Figura 3.1: Curva di potenza della girante Rushton con acqua e recipiente baffled.

I dati sperimentali mostrano che il numero di potenza raggiunge valori asintotici (circa 4.35) per $Re > 4 \times 10^4$. Per valori di Reynolds inferiori è possibile assumere che il sistema si trovi ad operare in condizioni di regime fluidodinamico di transizione.

Il valore ottenuto, al netto dell'incertezza della misurazione, vicina al 10% del fondoscala, anche ad alti valori di rotazione (*Paragrafo 2.3.1*), risulta consistente con il valore atteso (4.47), pubblicato in letteratura (Nienow, 1998).

3.1.1.1.2 Recipiente *unbaffled*

I dati raccolti in acqua con la configurazione *unbaffled* hanno prodotto la curva riportata in *Figura 3.2*. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 150 a 500 rpm,

equivalenti ad un range di Re che va da circa 15000 a circa 50000 calcolato utilizzando μ costante, pari a $1 \times 10^{-3} Pa \cdot s$, e densità uguale a $1000 Kg/m^3$.

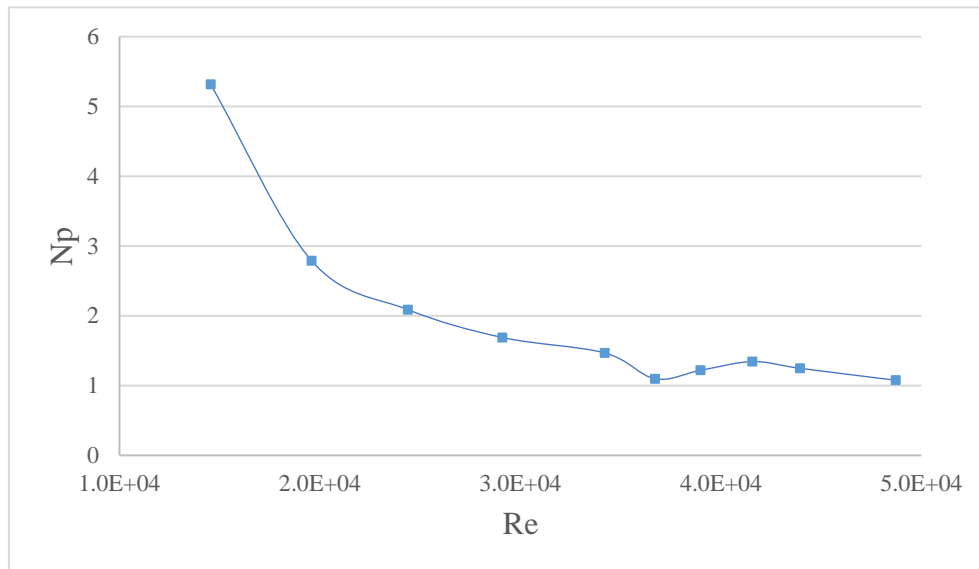


Figura 3.2: Curva di potenza della girante Rushton con acqua e recipiente unbaffled.

Le condizioni *subcritiche*, ossia sistema operante senza aspirazione di fase gassosa, si sono manifestate fino ad un valore di Re pari a circa 3.5×10^4 ; oltre tale soglia il cono d'aria ha raggiunto la girante disperdendo nel fluido gas (condizioni *supercritiche*).

Il numero di potenza ottenuto in condizioni pienamente turbolente è stato pari a circa 1. Il dato conferma quanto riportato in letteratura, ovvero che l'assenza di frangivortice, a parità di valore di rotazione, riduce il numero di potenza della girante.

3.1.1.2 Pluronic puro

Le misure effettuate nel recipiente privo di *baffles* contenente Pluronic L-64 puro hanno prodotto la curva di potenza mostrata in *Figura 3.3*. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 150 a 500 *rpm*, equivalenti ad un range di Re che va da circa 10 a circa 70 calcolato utilizzando μ sperimentale costante, pari a $0.726 Pa \cdot s$, e densità uguale a $1050 Kg/m^3$.

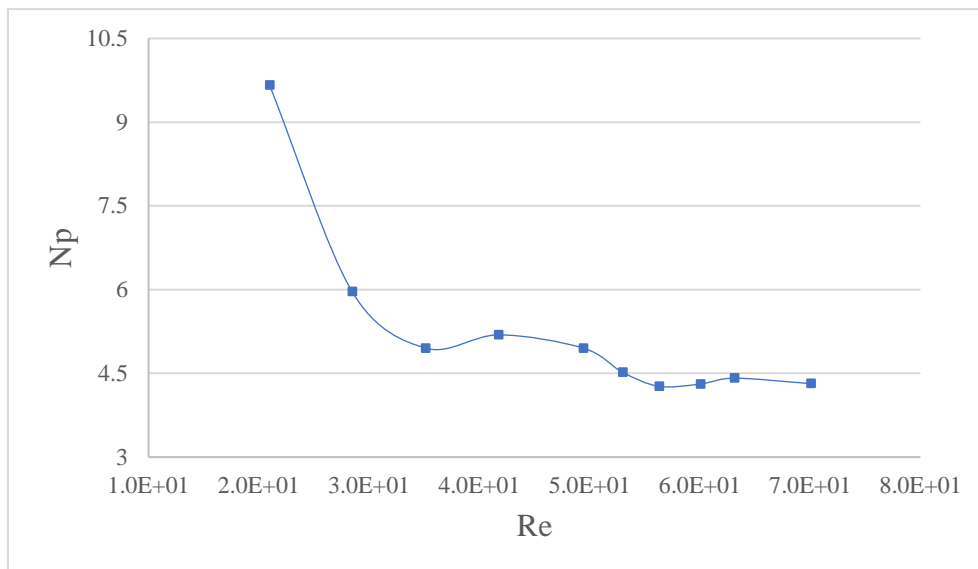


Figura 3.3: Curva di potenza della girante Rushton con Pluronic L-64 puro e recipiente unbaffled.

Durante le prove non si è mai formato un vortice di aria e dunque tutte le prove sono state eseguite in condizioni *subcritiche*.

Il numero di potenza a Re più alti si è mostrato costante con un valore circa pari a 4.33. Nelle condizioni studiate il Pluronic puro tende a manifestare un comportamento pseudo-newtoniano mantenendo un valore di viscosità costante rispetto allo *shear rate* imposto dal sistema agitante. Si osserva come il numero di Re , nel caso di Pluronic puro, sia tre ordini di grandezza inferiore a quello valutato per l'acqua, per effetto dell'elevata viscosità del fluido.

3.1.1.3 Pluronic 50 wt%

Come previsto dal diagramma di fase presente in letteratura, la miscela acquosa di Pluronic 50 wt% ha assunto, al variare della temperatura a cui sono state eseguite le prove, due differenti strutture (micellare e pseudo-esagonale) che hanno manifestato due comportamenti differenti alle prove di potenza. A più basse temperature (sotto $25^{\circ}C$) la miscela presentava struttura micellare con aspetto trasparente mentre a più alte temperature (sopra $25^{\circ}C$) struttura pseudo-esagonale con aspetto bianco opaco.

La transizione di fase è stata graduale ed è stata seguita in maniera puntuale (Figure 3.4, 3.5, 3.6). Il fluido in agitazione ad una temperatura vicina ai $30^{\circ}C$ ha, in un paio di ore, perso la propria trasparenza acquisendo un aspetto bianco opaco molto simile a quello caratteristico del Pluronic puro; il passaggio di fase ha visto in un primo momento la formazione di un agglomerato lattiginoso attorno all'albero ed alla girante che lentamente si è espanso nel

volume del fluido finché l'intero sistema non ha assunto un aspetto omogeneo bianco ed opaco.

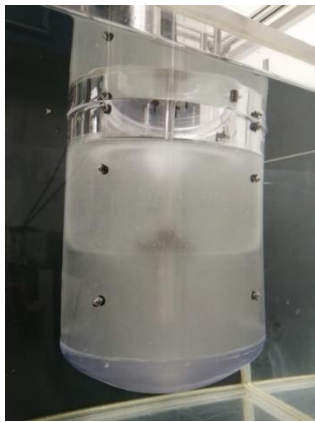


Figura 3.4: Formazione agglomerato lattiginoso.



Figura 3.5: Espansione agglomerato nel volume.

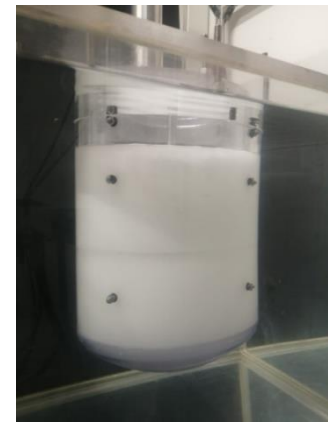


Figura 3.6: Sistema omogeneo bianco opaco.

Seppur in un primo momento si fosse pensato, sulla base del diagramma disponibile, di aver raggiunto la fase esagonale, più probabilmente si è ottenuto, all'interno del recipiente, una fase pseudo-esagonale, ovvero una morfologia bifasica contenente sia fase micellare sia fase esagonale. Questa tesi è avvalorata dalla letteratura disponibile che descrive l'opacità osservata come una caratteristica tipica di sistemi bifasici nelle miscele acqua-Pluronic (Alexandridis, et al., 1996).

Al fine di valutare la stabilità della fase pseudo-esagonale ottenuta, si è introdotto ghiaccio all'interno della camera esterna al recipiente; il raffreddamento indotto ha generato il ritorno alle condizioni precedenti, fase micellare, confermando la forte dipendenza tra struttura manifestata dalla miscela e la temperatura.

3.1.1.3.1 Fase micellare

In *Figura 3.7* è riportata la curva di potenza costruita per la miscela acquosa di Pluronic 50 wt% in forma micellare. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 100 a 500 rpm, equivalenti ad un range di Re che va da circa 20 a circa 120 calcolato utilizzando μ sperimentale costante pari a $0.442 Pa \cdot s$ e densità uguale a $1025 Kg/m^3$.

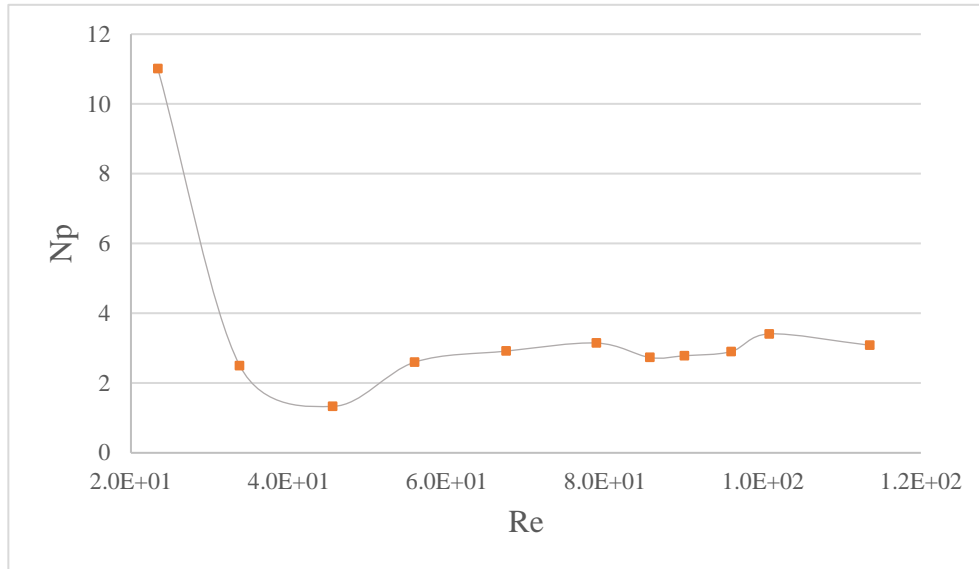


Figura 3.7: Curva di potenza della girante Rushton con miscela 50 wt% micellare e recipiente unbaffled.

Durante le prove non si è mai formato un vortice di aria e dunque tutte le prove sono state eseguite in condizioni *subcritiche*.

A più alti valori di numero di Reynolds, N_p ha descritto un andamento costante con valori pari a circa 3. Il dato ottenuto, come prevedibile sulla base del minor valore di viscosità misurato ($0.442 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ contro $0.726 \text{ Pa} \cdot \text{s}$), risulta essere inferiore rispetto a quello ricavato per il Pluronic puro; in particolare, il dato asintotico della miscela è pari a circa 2/3 di quello del fluido puro, in condizioni di numero di Reynolds confrontabili.

In queste condizioni, la miscela sembra assumere un comportamento newtoniano mantenendo la propria viscosità costante rispetto allo *shear rate*.

3.1.1.3.2 Fase pseudo-esagonale

In Figura 3.8 è riportata la curva di potenza costruita per la miscela acquosa di Pluronic 50 wt% in forma pseudo-esagonale. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 100 a 500 rpm, equivalenti ad un range di Re che va da circa 0.70 a circa 10 calcolato utilizzando la viscosità apparente sperimentale (μ_a) variabile da circa $13 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, alle più basse velocità, fino a $5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, alle più alte, e densità uguale a 1025 Kg/m^3 .

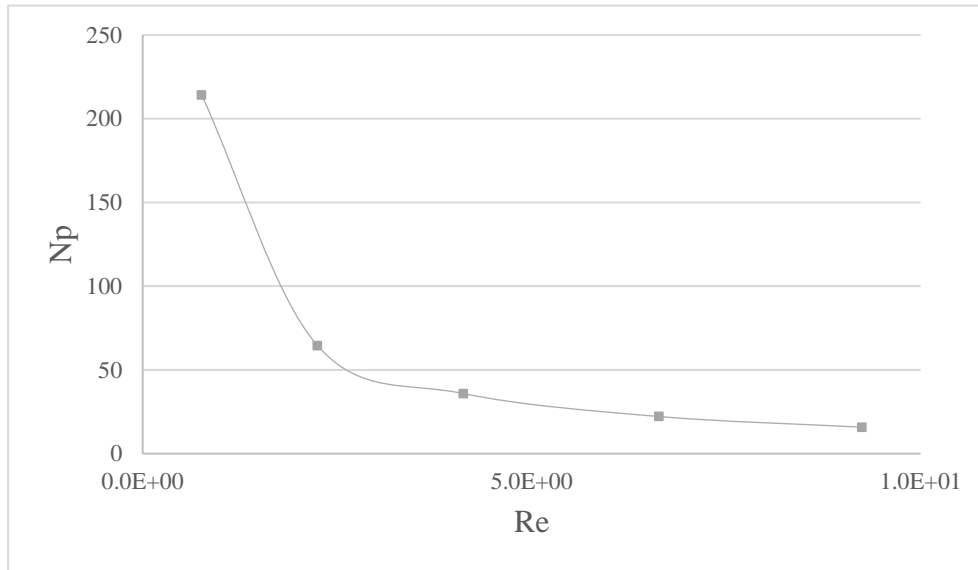


Figura 3.8: Curva di potenza della girante Rushton con miscela 50 wt% pseudo-esagonale e recipiente unbaffled.

Durante le prove non si è mai formato un vortice di aria e dunque tutte le prove sono state eseguite in condizioni *subcritiche*.

I valori di potenza dissipata registrati, espressi sotto forma di N_p , per le struttura pseudo-esagonale sono maggiori di un ordine di grandezza rispetto a quelli misurati per la forma micellare anche a valori di numero di Reynolds più bassi; un simile comportamento era prevedibile visto il consistente aumento di viscosità nelle misure disponibili ($13 - 5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ contro $0.442 \text{ Pa} \cdot \text{s}$).

In queste condizioni la miscela sembra assumere un comportamento pseudoplastico (non-newtoniano) ovvero la viscosità del fluido diminuisce all'aumentare dello *shear rate*.

3.1.1.4 Pluronic 40 wt%

In *Figura 3.9* è riportata la curva di potenza determinata a partire dalle prove di potenza registrate sulla miscela acquosa al 40 wt%. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 150 a 500 rpm, equivalenti ad un range di Re che va da circa 120 a circa 400 calcolato utilizzando μ sperimentale costante, pari a $0.125 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, e densità uguale a 1020 Kg/m^3 .

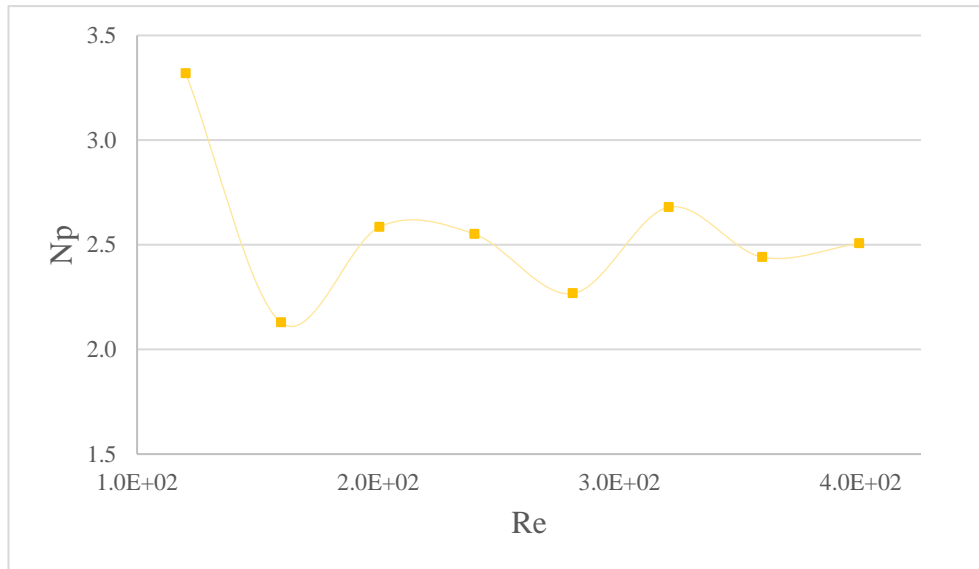


Figura 3.9: Curva di potenza della girante Rushton con miscela 40 wt% micellare e recipiente unbaffled.

Durante le prove si è formato un piccolo vortice di aria solo ad alta velocità di rotazione che, tuttavia, non si è mai avvicinato alla girante determinando condizioni *subcritiche* in tutte le acquisizioni.

In queste condizioni la miscela di Pluronic ed acqua si trova in fase micellare ed il comportamento, durante le acquisizioni con il torsionmetro, è simile a quello registrato per la miscela a maggiore concentrazione a più basse temperature; per valori di Re maggiori di 200, N_p assume un andamento oscillante attorno ad un valore centrale pari a circa 2.5. Il valore ottenuto è confrontabile a quello risultante dalle prove sulla miscela al 50% in peso, seppur leggermente inferiore come previsto per via del calo di viscosità.

Il comportamento assunto da questa miscela è classificabile come newtoniano, infatti, il valore sperimentale di viscosità non cambia al variare dello *shear rate*.

3.1.1.5 Pluronic 30 wt%

In *Figura 3.10* è riportata la curva di potenza determinata a partire dalle prove di potenza registrate sulla miscela acquosa al 30 wt%. Le velocità di agitazione indagate hanno coperto l'intervallo da 150 a 400 *rpm*, equivalenti ad un range di Re che va da circa 1000 a circa 3000 calcolato utilizzando μ , proveniente dalla letteratura, costante e pari a $1.33 \times 10^{-2} Pa \cdot s$ e densità uguale a $1015 Kg/m^3$.

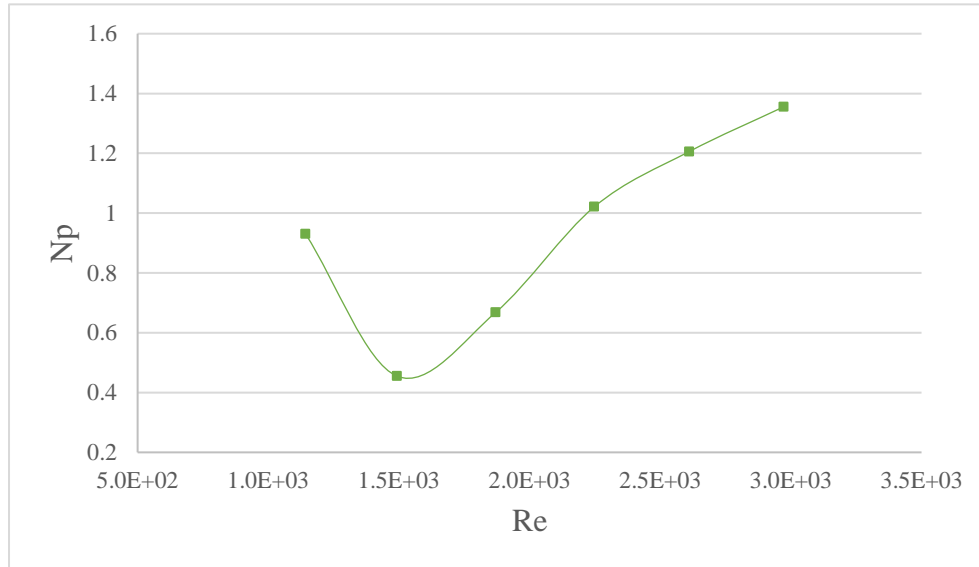


Figura 3.10: Curva di potenza della girante Rushton con miscela 30 wt% micellare e recipiente unbaffled

Le condizioni indagate sono sempre state *subcritiche* in tutte le acquisizioni; durante le prove si è formato un vortice di aria che per valori di Re superiori a 2500 si è avvicinato alla girante, senza tuttavia raggiungere il disco e conseguentemente aspirare aria all'interno del fluido.

I valori di potenza dissipata registrati, espressi sotto forma di N_p , non hanno raggiunto un valore asintotico per le più alte velocità di rotazione indagate. Nonostante questo, il dato ottenuto ed il comportamento mostrato sembrano essere confrontabili con quelli dell'acqua nella medesima configurazione.

Si ipotizza che la miscela, nelle condizioni analizzate, abbia un comportamento newtoniano per le analogie dimostrate con l'acqua.

3.1.1.6 Confronto con letteratura

Le curve di potenza elaborate per i diversi fluidi sono state confrontate con i dati sperimentali e con le equazioni predittive proposte in letteratura. In particolare, si è fatto riferimento al lavoro ad opera di Scargiali, et al., (2017) in cui oltre ad essere verificata sperimentalmente la curva di potenza proposta da Rushton, et al., (1950) sono state proposte tre equazioni predittive dell'andamento del numero di potenza per un recipiente agitato privo di setti frangivortice con configurazione simile a quella indagata in questo studio:

$$N_p = 90/Re \quad (3.3)$$

$$N_p = 19.5 * Re^{-0.3} \quad (3.4)$$

$$N_p = 24.0 * (Re * Fr)^{-1/3} \quad (3.5)$$

Le *Equazioni 3.3* e *3.4* descrivono le condizioni *subcritiche*, la prima per valori di $Re < 10$ e la seconda per valori superiori a tale limite, mentre l'*Equazione 3.5* descrive un sistema che si trova in condizioni *supercritiche*. In *Figura 3.11* sono graficate le relazioni sovrastanti (*Equazione 3.5* solo per sistemi contenti acqua) insieme alla curva proposta da Rushton, et al. (1950).

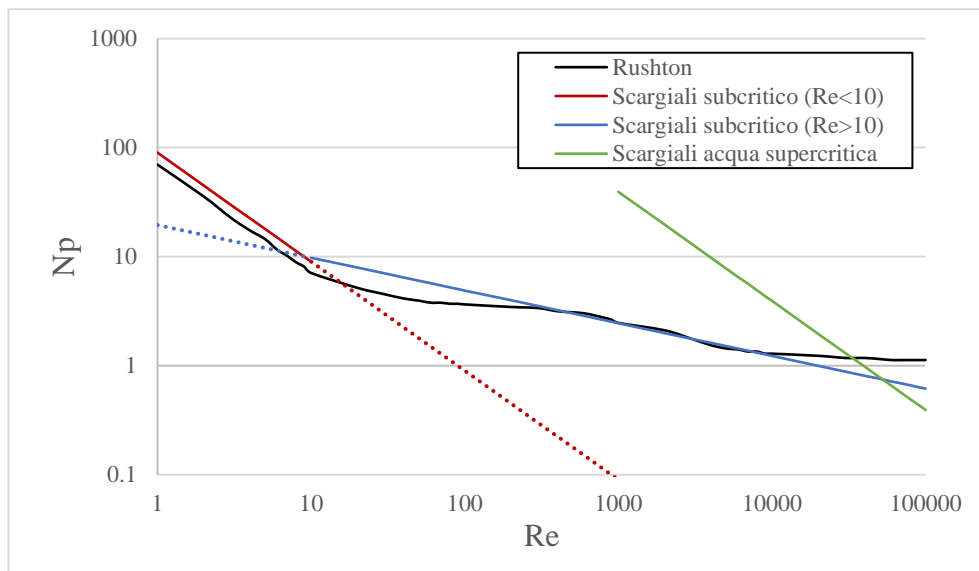


Figura 3.11: Relazioni di Scargiali e curva di Rushton disponibili in letteratura

Osservando la *Figura 3.11*, risulta chiaro come la curva di Rushton, et al., (1950) e le relazioni proposte da Scargiali, et al., (2017) si sovrappongono in maniera soddisfacente nelle condizioni indagate in questo studio e perciò nel confronto coi dati sperimentali raccolti solo quest'ultime verranno prese in esame.

In *Figura 3.12* sono invece riportati anche i valori raccolti nel presente studio attraverso il torsionometro installato sul rettile agitato meccanicamente con turbina Rushton.

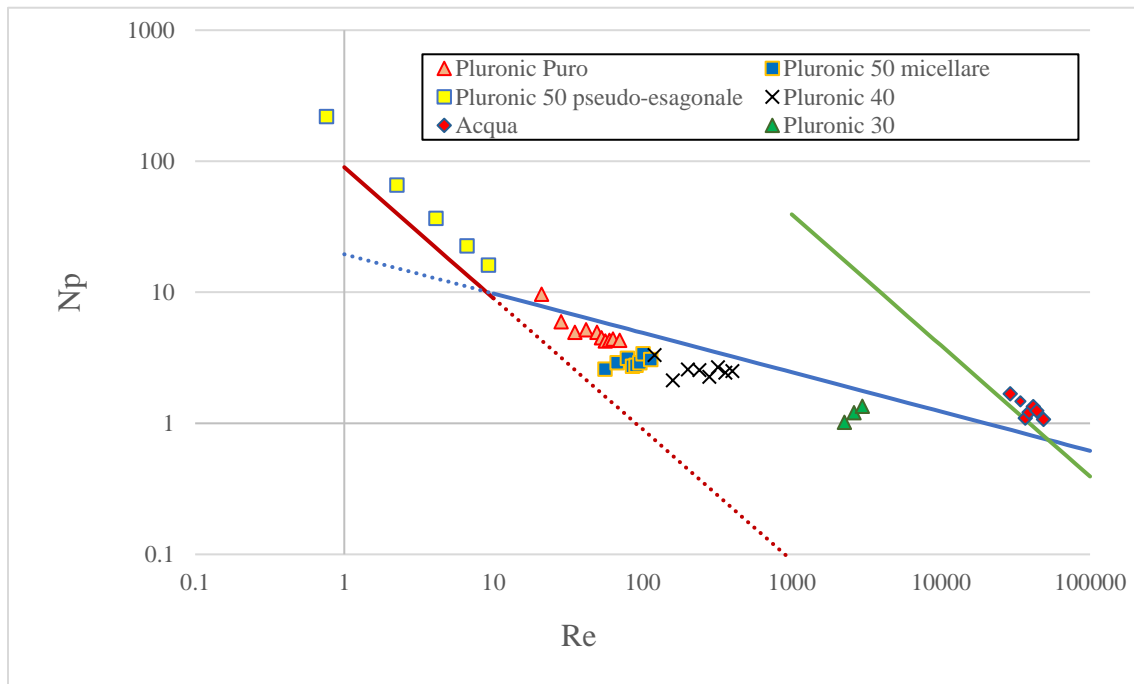


Figura 3.12: Confronto dati sperimentali con relazioni di Scargiali.

Come è possibile osservare, i dati sperimentali raccolti in questo studio si sovrappongono piuttosto bene alle relazioni proposte. In particolare, la relazione (*Equazione 3.3*) per condizioni *subcritiche* a Re minori di dieci sembra essere confermata dalla curva di potenza della miscela acquosa di Pluronic 50 wt% in forma esagonale mentre *l'Equazione 3.4*, che descrive condizioni *subcritiche* a valori di turbolenza maggiori, si sovrappone ai dati raccolti con il Pluronic puro e le miscele acquose al 50 wt% e 40 wt% con struttura micellare. La terza correlazione (*Equazione 3.5*) ha, invece, buona coincidenza con i valori di numero di potenza raccolti in acqua in condizioni in cui è presente una dispersione di gas nel liquido.

Lo studio della miscela al 30 wt%, infine, ha prodotto dati meno sovrapposti anche se confrontabili, nei valori a più alta velocità, all'*Equazione 3.4*; tale comportamento è probabilmente da attribuirsi all'utilizzo di un valore di viscosità estrapolato piuttosto che sperimentale.

3.1.2 Altre giranti

Oltre alle prove con girante Rushton sono state eseguite misure di potenza con girante MaxBlend, sia in configurazione *baffled* sia *unbaffled*, e con girante Helical Ribbon con recipiente privo di setti frangivortice. I valori di numero di potenza per le condizioni pienamente turbolente sono raccolti per semplicità e chiarezza espositiva nella Tabella 3.1.

	MaxBlend Unbaffled	MaxBlend Baffled	Helical Ribbon Unbaffled
N_P	0.47	5.20	0.19

Tabella 3.1: Valori asintotici ottenuti per giranti MaxBlend ed Helical Ribbon.

3.1.3 Errore sperimentale

L'errore associato ai valori di numero di potenza identificati e riportati in questo studio corrisponde all'intervallo di confidenza calcolato attraverso prove ripetute.

In particolare, si sono effettuate cinque prove ripetute sulla miscela acquosa di Pluronic al 40 wt% per le quali si sono ottenuti i seguenti valori di N_P riportati in Tabella 3.2.

	N_P	T_{IN} (°C)	T_{OUT} (°C)
Prova 1	2.76	27.4	27.4
Prova 2	2.63	27.1	27.1
Prova 3	2.70	27.0	27.0
Prova 4	2.38	27.4	27.4
Prova 5	2.60	28.1	28.1

Tabella 3.2: Prove ripetute 400 rpm su miscela 40 wt%.

Utilizzando questi cinque valori ottenuti è stato possibile calcolare s , ovvero la *deviazione standard stimata*, (Equazione 3.6) e conseguentemente, noto il valore tabulato di t di Student, al 95% pari a 2.776, l'*intervallo di confidenza* (ic) della misura attraverso l'Equazione 3.7. Infine, al fine di poter applicare questo valore su tutte le misure raccolte si è calcolato, utilizzando l'Equazione 3.8, l'*errore relativo percentuale* (er %).

$$s = \sqrt{\frac{\sum(N_{P,i} - \bar{N}_P)^2}{(N^\circ \text{ prove} - 1)}} \quad (3.6)$$

$$ic = t_{student} \frac{s}{\sqrt{N^\circ \text{ prove}}} \quad (3.7)$$

$$er\% = \frac{ic}{Media} * 100 \quad (3.8)$$

In *Tabella 3.3* sono riportati i valori ottenuti applicando il procedimento sopra descritto.

<i>Media</i>	<i>s</i>	<i>t_{student}</i>	<i>ic</i>	<i>er %</i>
2.61	0.144	2.776	0.178	6.82%

Tabella 3.3: Calcolo errore torsionometro.

Il valore di *errore relativo percentuale* ottenuto è stato pari a 6.82%.

3.2 PIV

Le configurazioni analizzate mediante tecnica PIV, essendo una tecnica ottica, sono state quelle caratterizzate da un aspetto trasparente e limpido e in particolare le seguenti:

- Recipiente riempito d'acqua;
- Recipiente riempito di miscela Pluronic-Acqua al 50% in massa in forma micellare;
- Recipiente riempito di miscela Pluronic-Acqua al 40% in massa di Pluronic;
- Recipiente riempito di miscela Pluronic-Acqua al 30% in massa di Pluronic.

In tutti i casi elencati si è utilizzato il recipiente privo di setti, agitato con girante Rushton e l'analisi è stata condotta al variare della velocità di agitazione. I valori di velocità di rotazione dell'albero considerati sono stati 50 *rpm*, 100 *rpm*, 200 *rpm*, 300 *rpm* e 350 *rpm*, limitati nell'estremo inferiore dall'incapacità del motore di mantenere agitazioni minori ed in quello superiore dalla formazione di un vortice d'aria e dal conseguente raggiungimento delle condizioni *supercritiche*; nei sistemi acquosi di Pluronic al 50 wt% ed al 40 wt% non avendo formazione di un vortice significativo è stato possibile analizzare anche velocità di agitazione pari a 400 *rpm* e 450 *rpm*.

I dati raccolti ed elaborati sono stati sempre normalizzati in funzione di grandezze caratteristiche del sistema analizzato:

- Le coordinate assiale z e radiale r rispettivamente per H_l pari a 0.202 m e T pari a 0.230 m ;
- Le componenti assiale U , radiale V e tangenziale W in funzione della velocità di agitazione della girante, V_{tip} (Equazione 2.7), riportata in Tabella 3.4.

N [rpm]	V_{tip} [m/s]
50	0.200
100	0.400
200	0.801
300	1.20
350	1.40
400	1.60
450	1.80

Tabella 3.4: Valori di V_{tip} caratteristici.

3.2.1 Misure preliminari e identificazione dei parametri di misura

Per la caratterizzazione del recipiente studiato sono stati condotti studi preliminari al fine di minimizzare al massimo i possibili errori durante le acquisizioni sperimentali; inoltre, si è cercato, attraverso prove ripetute, di quantificare l'errore di misura durante le acquisizioni PIV.

Durante queste prove preliminari è stato utilizzato il recipiente riempito d'acqua, in configurazione priva di setti frangi vortice con girante Rushton installata sull'albero

3.2.1.1 Determinazione intervallo tempo tra due puls di laser

Le prove per determinare l'intervallo di tempo ottimale tra due puls di laser sono state eseguite in acqua con agitazione costante pari a 200 rpm variando il valore di Δt da $50\ \mu\text{s}$ a $600\ \mu\text{s}$ con un passo di $50\ \mu\text{s}$ ed acquisendo 1500 immagini.

Sono state analizzate due corde orizzontali sul piano di misura: una all'altezza della girante ($z/H_l = 0$) ed una nella zona bassa del recipiente ($z/H_l = -0.22$). I dati ottenuti sulle due altezze sono quindi stati analizzati utilizzando la *deviazione quadratica media adimensionalizzata (rms)*, tra i vari intervalli di tempo, sulla componente tangenziale (W).

I valori di rms per la componente media tangenziale, sia della corda ad altezza girante sia di quella nella parte bassa, sono riportate rispettivamente nelle *Figure 3.13* e *3.14*.

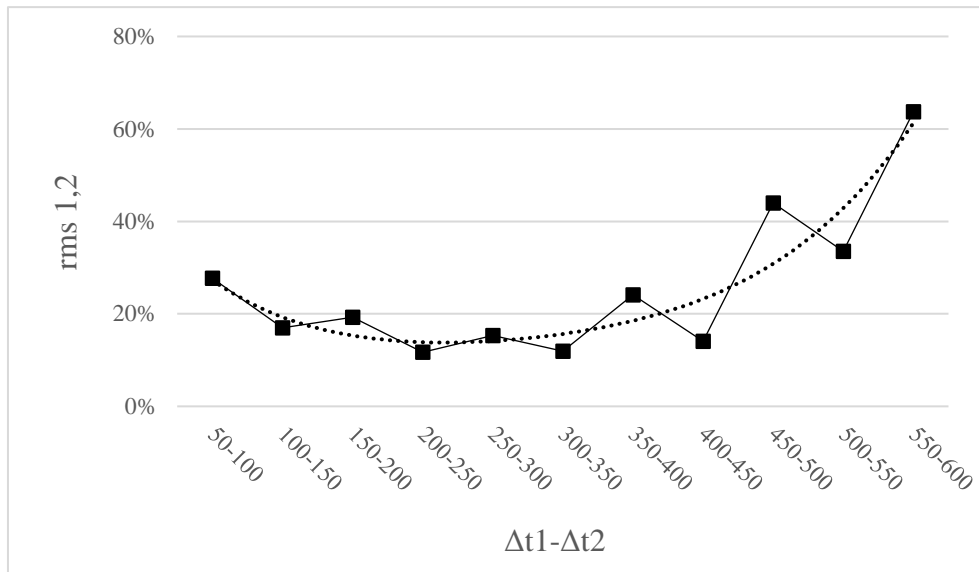


Figura 3.13: Deviazione quadratica media adimensionalizzata W/V_{tip} altezza girante per diversi Δt .

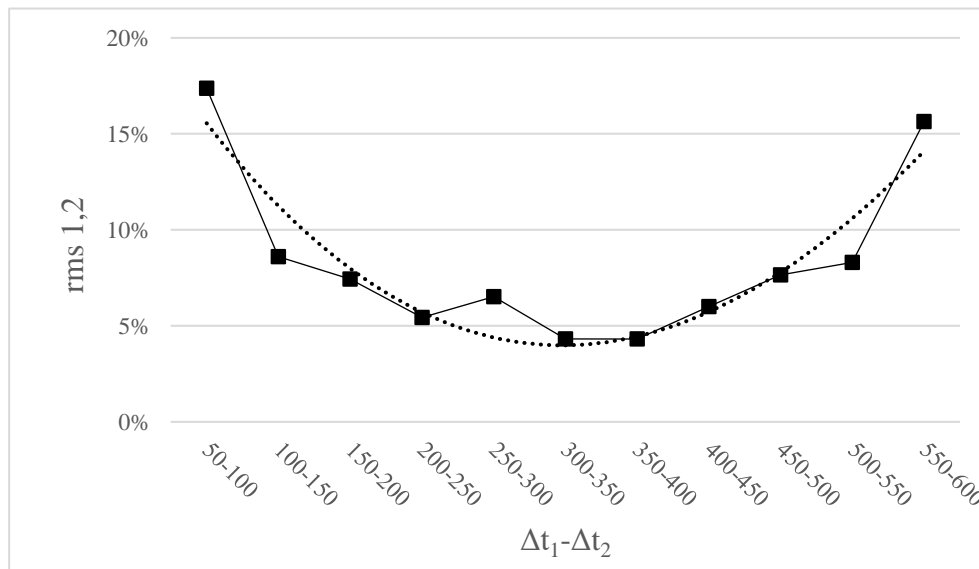


Figura 3.14: Deviazione quadratica media adimensionalizzata W/V_{tip} sul fondo del recipiente per diversi Δt .

Osservando questi due grafici si nota che il tempo tra i pulsii ottimale a 200 rpm è pari a circa $350\ \mu s$ ma, per considerazioni fatte sulla base di precedenti studi, nella presente tesi, si è scelto di utilizzare $400\ \mu s$ come tempo ottimale per questa velocità di agitazione. In *Tabella 3.5* sono riportati i valori, calcolati mediante l'Equazione 2.6 ed utilizzati per le diverse velocità di rotazione studiate con tecnica PIV.

N (rpm)	Δt
50	1600
100	800
200	400
300	270
350	230
400	200
450	180

Tabella 3.5: Valori ottimali Δt utilizzati nella tecnica PIV.

I grafici riportanti le analisi della *deviazione quadratica media adimensionalizzata* delle altre due componenti sono riportati in *Appendice A*.

3.2.1.2 Numero di immagini acquisite e piano di misura

Per scegliere il numero di coppie di immagini da acquisire, sono state fatte acquisizioni a 200 rpm variando il numero di coppie registrate (250, 500, 1000, 1500, 2000) al fine di identificare il valore sufficiente ad ottenere un campo di velocità statisticamente indipendente dal numero di campioni acquisiti.

Sono state analizzate due corde orizzontali sul piano di misura: una all'altezza della girante ($z/H_l = 0$) ed una nella zona bassa del recipiente ($z/H_l = -0.22$). Utilizzando i dati ottenuti sono stati sovrapposti i vari profili radiali, per i diversi valori di coppie acquisite, della componente radiale media adimensionalizzata per la corda all'altezza della girante (*Figura 3.15*) e della componente tangenziale media adimensionalizzata per la corda inferiore (*Figura 3.16*), essendo queste le componenti dominanti attese nelle relative zone del recipiente analizzate.

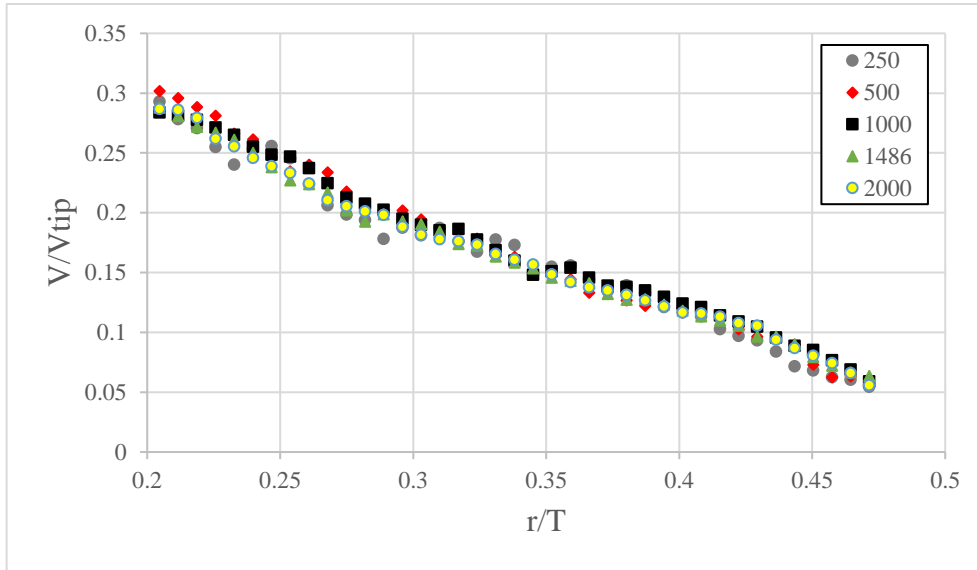


Figura 3.15: Profili radiali V/V_{tip} altezza girante con diverso numero di immagini acquisite.

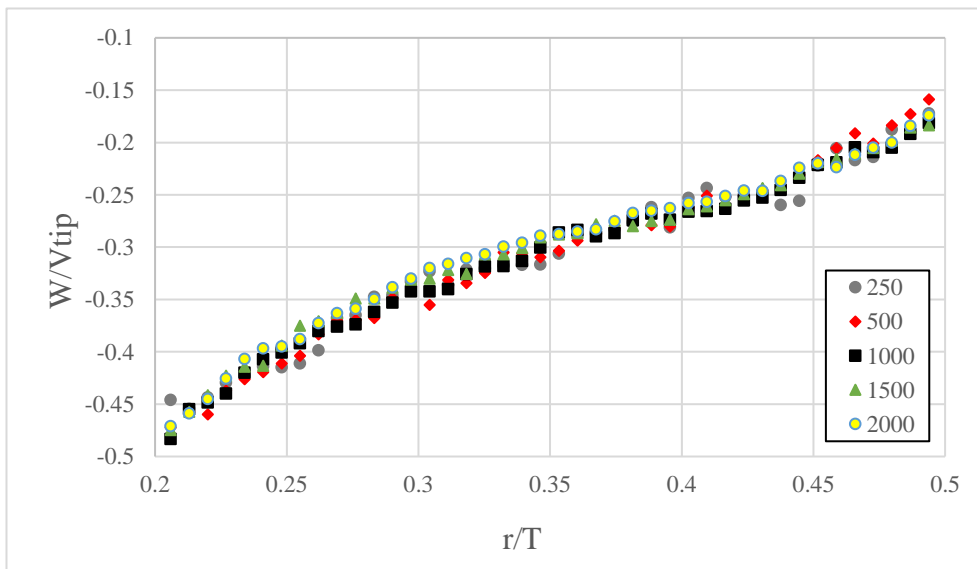


Figura 3.16: Profili radiali W/V_{tip} parte bassa recipiente con diverso numero di immagini acquisite.

Sulla base dei profili di velocità riportati che si sono presentati piuttosto sovrapposti, si è scelto di optare per un'ulteriore analisi andando a valutare la *deviazione quadratica media adimensionalizzata*, in maniera analoga a quanto fatto per il Δt , attraverso l'Equazione 3.9:

$$rms = \frac{\sqrt{\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (u_{n\ imm} - u_{2000})^2 \right]}}{\sqrt{\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (u_{2000})^2 \right]}} \quad (3.9)$$

Si è deciso di operare questa analisi sui dati raccolti per la componente media tangenziale della corda, precedentemente analizzata, nella parte bassa del recipiente ($z/H_l = -0.22$). Il risultato ottenuto è mostrato in *Figura 3.17*.

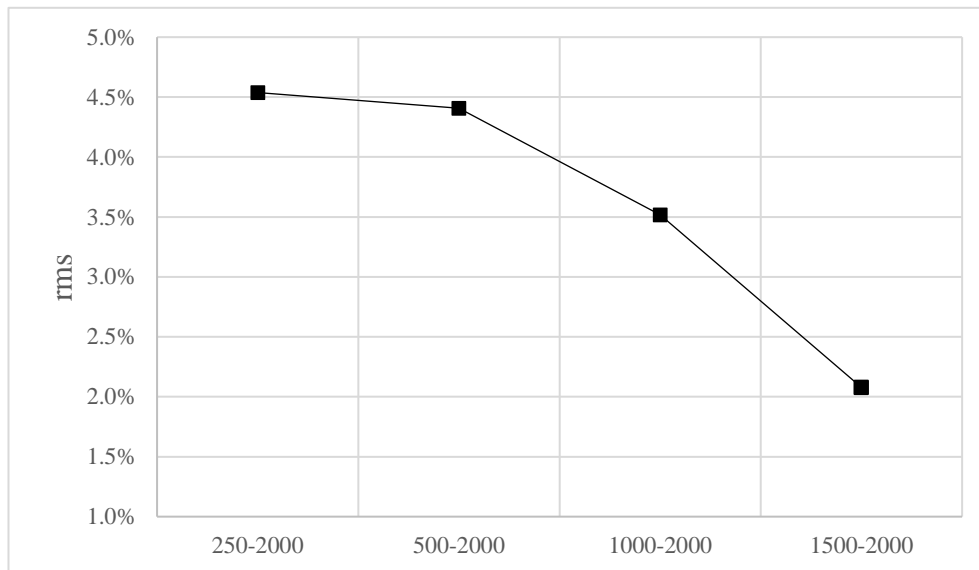


Figura 3.17: Deviazione quadratica media W/Vtip parte bassa recipiente per diversi numeri di immagini acquisite.

Come si evince dal grafico soprastante, all'aumentare del numero di immagini acquisite, il valore medio delle componenti registrato tende sempre più ad un valore che possiamo considerare come indipendente dal numero delle acquisizioni stesse; al fine di valutare nella maniera più precisa questo valore e di garantire l'indipendenza statistica dal numero di campioni acquisiti, si è scelto di operare acquisendo il massimo numero di coppie di immagini possibile, ovvero 2000.

Per raccogliere un così alto numero di immagini è stato necessario ridurre leggermente il piano d'indagine limitandolo a 2048×1440 pixel attraverso l'eliminazione di zone non appartenenti al sistema indagato.

I grafici dei profili radiali medi delle tre componenti sulle due corde non mostrati in questo capitolo sono riportati nell' *Appendice A*.

3.2.2 Acqua

Per il sistema costituito da acqua si è indagato il campo di moto del fluido in funzione della velocità di agitazione che ha coperto l'intervallo da 50 a 350 *rpm*, equivalenti ad un range di *Re* che va da circa 5000 a circa 35000 calcolato utilizzando μ costante, pari a $1 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$, e densità uguale a 1000 Kg/m^3 .

Le mappe vettoriali tridimensionali in *Figura 3.18* sono state prodotte con il programma *MatLab* elaborando i dati raccolti, dalle due telecamere, con la tecnica PIV.

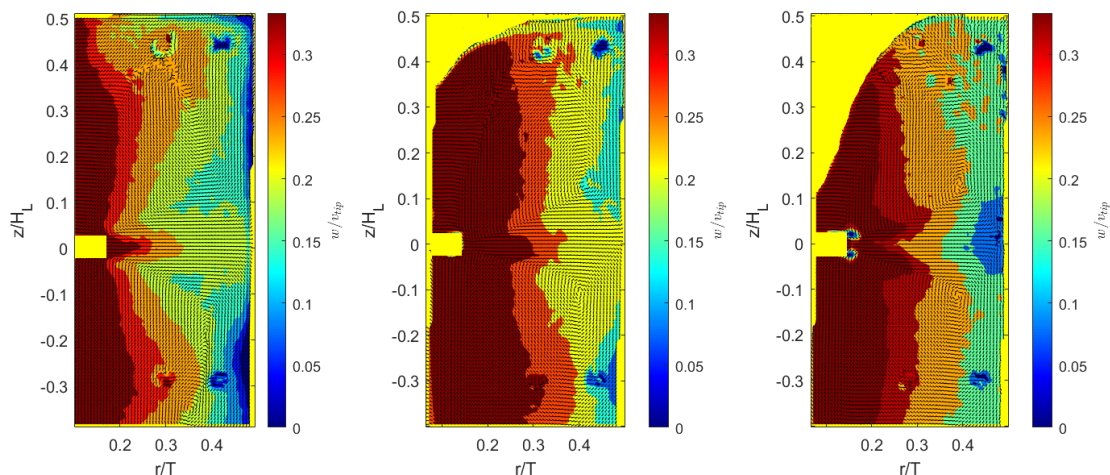


Figura 3.18: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con acqua alle velocità di agitazione 50, 200 e 350 rpm (da sinistra verso destra).

Le mappe vettoriali soprastanti evidenziano notevoli somiglianze nonostante l'ampio intervallo di velocità di agitazione indagato. Il flusso radiale prodotto dalla Rushton spinge il fluido verso le pareti e genera, come previsto, due anelli di circolazione, interni al volume agitato, quasi simmetrici rispetto al piano della girante. Osservando le mappe, tuttavia, si nota che la posizione del loro centro cambi passando da 50 a 200 *rpm*, mentre si mantiene fisso a velocità di agitazione superiori (350 *rpm*, ad esempio). Il modulo della componente tangenziale, seppur con qualche differenza, sembra variare similmente in tutte e tre le mappe, con valori massimi in tutta la zona circoscritta attorno all'albero e minimi nella zona corrispondente alla parete del vessel.

Una marcata differenza che si evidenzia nelle tre mappe è data dal vortice d'aria che è assente a 50 *rpm*, presente a 200 *rpm* e marcato e molto vicino alla girante a 350 *rpm*.

In *Figura 3.19* è mostrato l'andamento della componente radiale media normalizzata V/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_L costante e pari a 0 (altezza girante). Come prevedibile la componente radiale, all'altezza della girante assume valori abbastanza elevati;

in prossimità dell'agitatore si raggiungono valori pari a circa il 30% della velocità V_{tip} che calano, allontanandosi dalle pale, fino a diventare prossime a zero in vicinanza della parete. L'analisi della componente assiale, sempre in linea con quanto previsto, ha invece evidenziato velocità prossime a valori nulli su tutta la corda studiata.

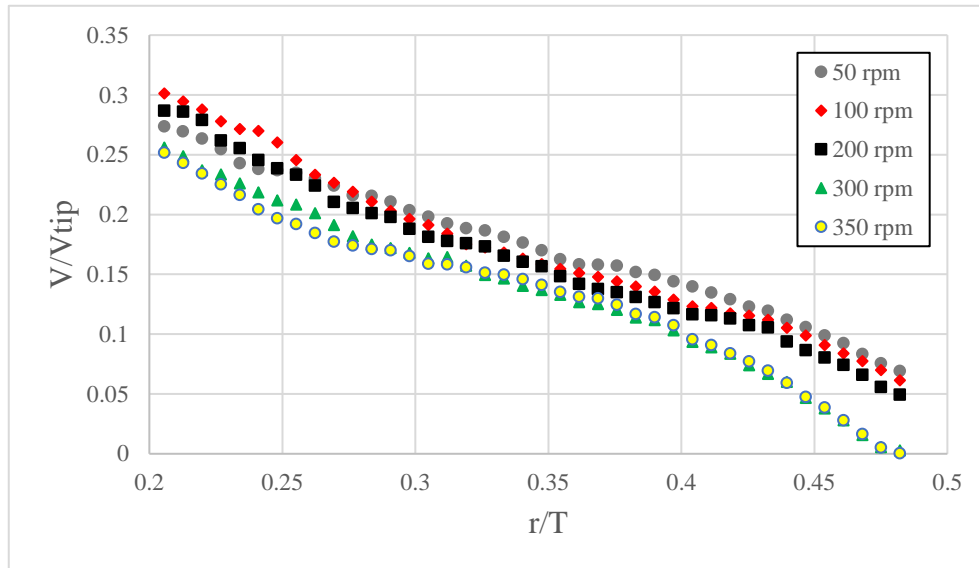


Figura 3.19: Profili radiali medi V/V_{tip} dell'acqua sulla girante a diverse velocità d'agitazione.

In *Figura 3.20* è invece mostrato il profilo radiale della componente assiale media normalizzata U/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_l costante e pari a -0.22 . I profili mostrati hanno un andamento concorde con la mappa vettoriale ottenuta che mostra la tipica struttura a doppio anello, infatti, nella zona più vicina all'albero si hanno valori positivi della componente assiale che indicano come il fluido si muova verso l'alto, spostandosi verso l'esterno del vessel la componente cala fino a diventare nulla sull'asse verticale passante per il centro dell'anello di ricircolo, circa ad r/T pari a 0.4, mentre nella zona più vicina alla parete si registrano valori negativi che indicano come il liquido agitato descriva un movimento verso il basso.

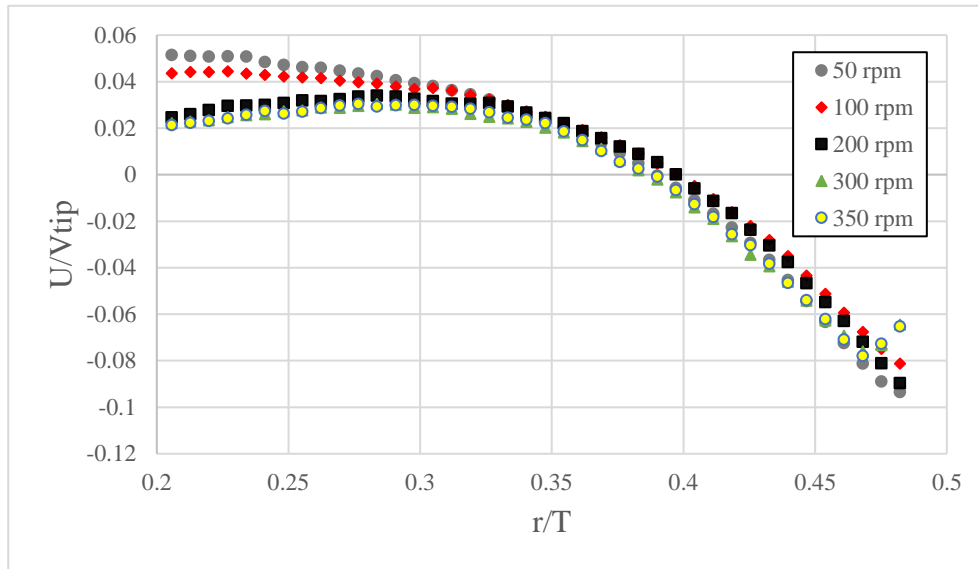


Figura 3.20: Profili radiali medi U/V_{tip} dell'acqua sul fondo a diverse velocità d'agitazione.

Le Figure 3.19 e 3.20 evidenziano una non perfetta sovrapposizione tra i profili a diversa velocità collegabile alla presenza di un regime transitorio in corrispondenza di un'agitazione pari a 50 o 100 rpm che si trasforma, a partire da 200 rpm ma soprattutto a 300 e 350 rpm, in un regime turbolento; in presenza di un regime turbolento completo, come osservato in precedenti studi, i profili sono scalabili con V_{tip} .

3.2.3 Pluronic 50 wt%

Per il sistema costituito da Pluronic in miscela con acqua al 50% in peso si è indagato il campo di moto del fluido in funzione della velocità di agitazione che ha coperto l'intervallo da 50 a 450 rpm, equivalenti ad un range di Re che va da circa 10 a circa 100 calcolato utilizzando μ sperimentale e costante, pari a $0.442 Pa \cdot s$, e densità uguale a $1025 Kg/m^3$.

Le mappe vettoriali tridimensionali in Figura 3.21 sono state prodotte con il programma *MatLab* elaborando i dati raccolti, dalle due telecamere, con la tecnica PIV.

Le mappe vettoriali sottostanti evidenziano tra loro alcuni punti comuni ed alcune differenze al variare del grado di agitazione. Il flusso radiale prodotto dalla Rushton spinge il fluido verso le pareti e genera, come previsto, due anelli, interni al volume agitato, quasi simmetrici rispetto al piano della girante, il cui centro tuttavia si sposta sempre più verso l'esterno contestualmente con l'aumento di velocità di agitazione fino a raggiungere una posizione stazionaria intorno ai 400 rpm. Il modulo della componente tangenziale assume valori medio-bassi, relativamente disomogenei e si espande quasi circolarmente attorno alla girante, dove assume i valori massimi, piuttosto che attorno all'albero come evidenziato per l'acqua. Il

comportamento descritto era atteso, infatti, la variazione di viscosità di due ordini di grandezza rispetto all'acqua comporta che l'energia trasferita dalla girante sia dissipata più velocemente, riuscendo solo a movimentare il fluido vicino all'agitatore.

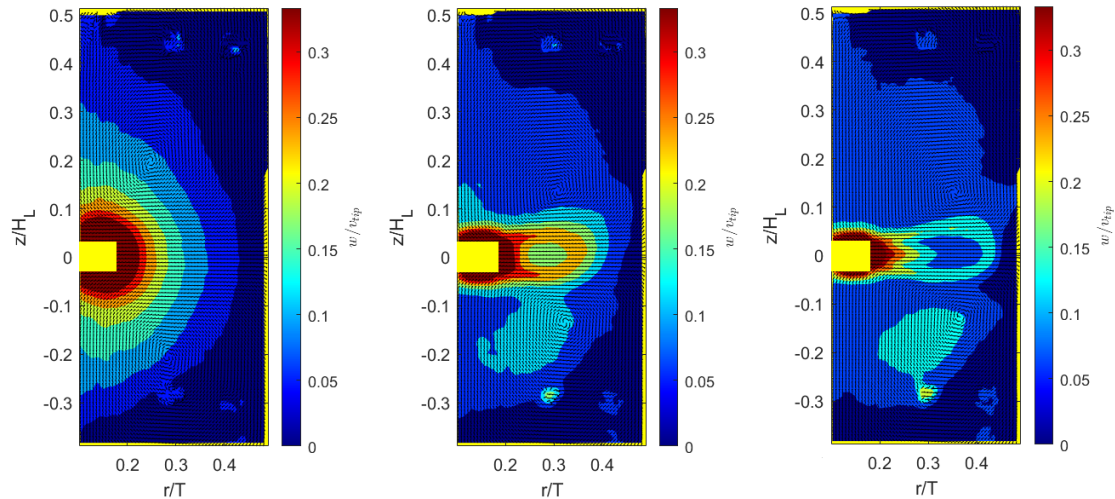


Figura 3.21: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con miscela 50 wt% alle velocità di agitazione 50, 200 e 400 rpm (da sinistra verso destra)

Questa miscela non ha evidenziato la formazione di un vortice d'aria marcato a qualunque velocità di agitazione.

In Figura 3.22 è mostrato l'andamento della componente radiale media normalizzata V/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_L costante e pari a 0 (altezza girante). Come prevedibile la componente radiale, all'altezza della girante assume valori abbastanza elevati che sono fortemente dipendenti dal grado di agitazione, variando da un 10% della V_{tip} , a 50 rpm, fino al 45% della stessa, alle più alte velocità indagate; la velocità radiale, massima vicino alla girante, cala lungo la corda analizzata avvicinandosi a valori nulli in prossimità della parete. Si osserva, inoltre, come il profilo della velocità adimensionale risulti indipendente dalle velocità rotazione solo per $N > 400 rpm$.

In Figura 3.23 è invece mostrato il profilo radiale della componente assiale media normalizzata U/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_L costante e pari a -0.22 . I profili mostrati hanno un andamento concorde con la mappa vettoriale ottenuta che mostra la tipica struttura a doppio anello, infatti, nella zona più vicina all'albero si hanno valori positivi della componente assiale che indicano come il fluido si muova verso l'alto, spostandosi verso l'esterno del vessel la componente cala fino a diventare nulla nella zona centrale del vortice, con r/T variabile tra 0.30 per le velocità più basse fino a 0.35 per quelle più elevate, mentre

nella zona più vicina alla parete si registrano valori negativi che indicano come il liquido agitato descriva un movimento verso il basso. Anche per la velocità assiale i profili risultano indipendenti da N solo per valori maggiori di 400 rpm.

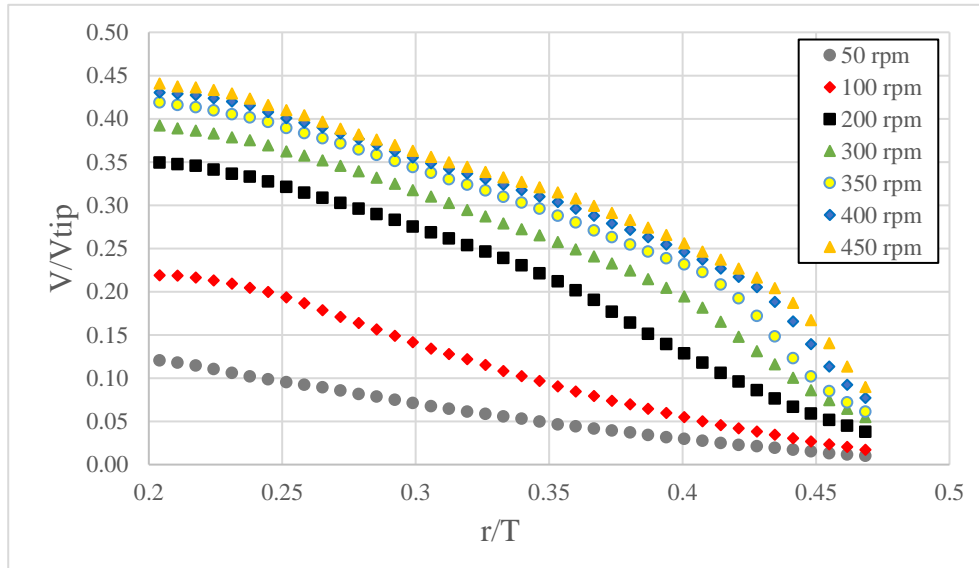


Figura 3.22: Profili radiali medi V/V_{tip} della miscela 50 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

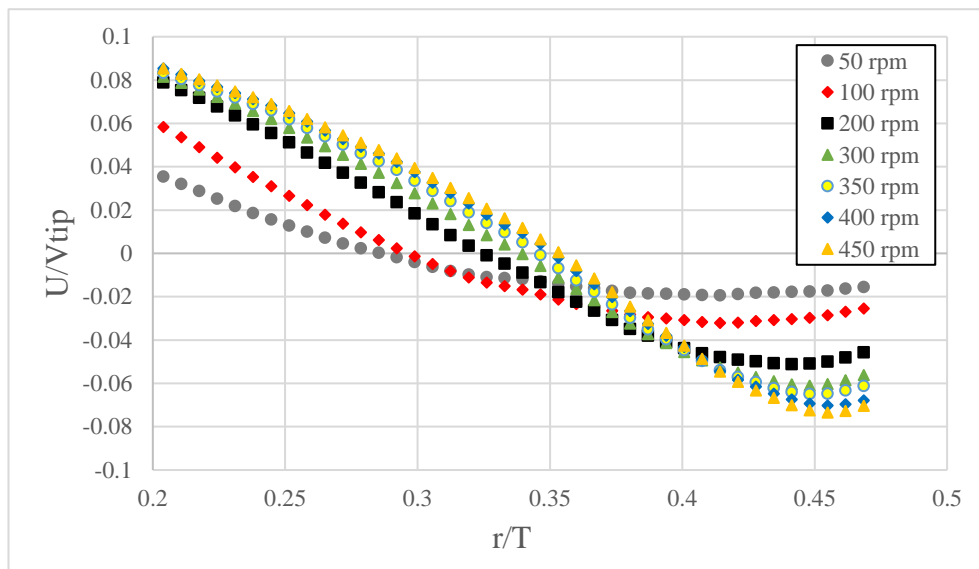


Figura 3.23: Profili radiali medi U/V_{tip} della miscela 50 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione

Entrambi gli andamenti radiali confermano quanto visto nelle mappe vettoriali ottenute: l'assenza di sovrapposizione dei profili manifesta un regime che evolve fino a raggiungere un certo grado di stazionarietà a 400 rpm quando le componenti medie della velocità sembrano iniziare a scalare con V_{tip} . Anche il movimento a doppio anello, seppur sempre presente,

evolve con il grado di agitazione divenendo più vigoroso all'aumentare della velocità di rotazione.

3.2.4 Pluronic 40 wt%

Per il sistema costituito da Pluronic in miscela con acqua al 40% in peso di copolimero si è indagato il campo di moto del fluido in funzione della velocità di agitazione che ha coperto l'intervallo da 50 a 450 *rpm*, equivalenti ad un range di *Re* che va da circa 40 a circa 360 calcolato utilizzando μ sperimentale e costante, pari a $0.125 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, e densità uguale a 1020 Kg/m^3 .

Le mappe vettoriali tridimensionali in *Figura 3.24* sono state prodotte con il programma *MatLab* elaborando i dati raccolti, dalle due telecamere, con la tecnica PIV.

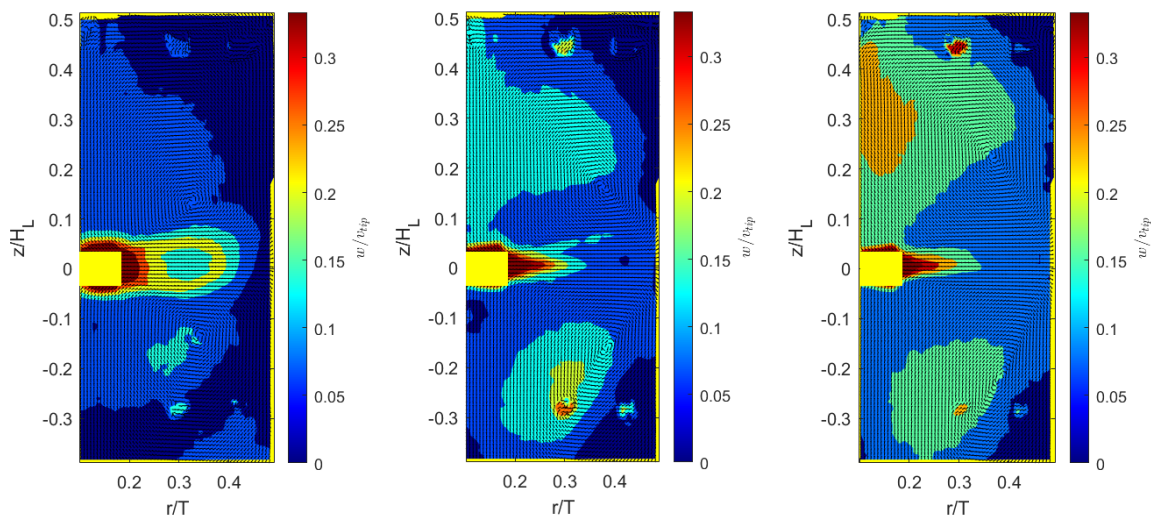


Figura 3.24: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con miscela 40 wt% alle velocità di agitazione 50, 200 e 350 rpm (da sinistra verso destra)

Dall'osservazione delle mappe vettoriali soprastanti si sono potuti dedurre alcuni aspetti. Il flusso radiale prodotto dalla Rushton spinge il fluido verso le pareti e genera, come previsto, due anelli di ricircolazione, interni al volume agitato, quasi simmetrici rispetto al piano della girante, il cui centro tuttavia si sposta sempre più verso l'esterno contestualmente con l'aumento di velocità di agitazione fino a raggiungere una posizione stazionaria a 350 *rpm*. Il modulo medio della componente tangenziale assume, nelle zone lontane dal centro, valori medio-bassi (attorno al 5% della V_{tip}) mentre valori più elevati (fino ad oltre il 30% della V_{tip}) si concentrano attorno alla girante; la rotazione dell'albero sembra, in maniera modesta, avere un effetto sulla componente tangenziale che varia, secondo un gradiente, dal centro verso le pareti del recipiente. Il comportamento di questa miscela risulta concorde con quanto

atteso, ovvero, si comporta similmente alla miscela al 50 wt%, avendo μ dello stesso ordine di grandezza e decisamente maggiore rispetto all'acqua, ma poiché, seppur in maniera contenuta, essa cala il sistema raggiunge la stazionarietà a velocità di agitazione minori.

In *Figura 3.25* è mostrato l'andamento della componente radiale media normalizzata V/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_l costante e pari a 0 (altezza girante). Come prevedibile la componente radiale, all'altezza della girante assume valori abbastanza elevati, tra il 40% ed il 50% della V_{tip} ; la velocità radiale, massima vicino alla girante cala lungo la corda analizzata raggiungendo tuttavia valori ancora rilevanti, pari a circa il 20% della V_{tip} , vicino alla parete del vessel.

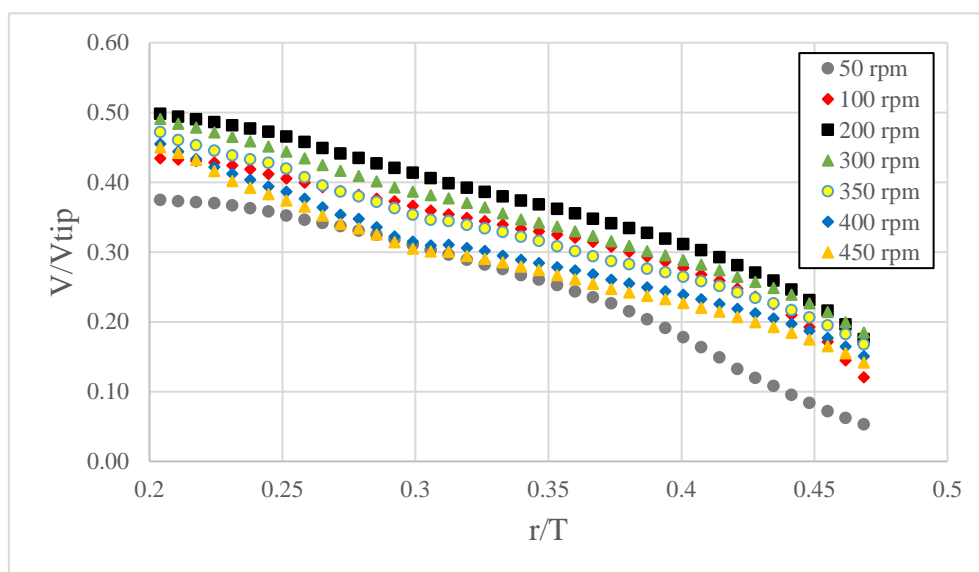


Figura 3.25: Profili radiali medi V/V_{tip} della miscela 40 wt% sulla girante a diverse velocità d'agitazione.

In *Figura 3.26* è invece mostrato il profilo radiale della componente media normalizzata U/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_l costante e pari a -0.22 . I profili mostrati hanno un andamento concorde con la mappa vettoriale ottenuta che mostra la tipica struttura a doppio anello, infatti, nella zona più vicina all'albero si hanno valori positivi della componente assiale che indicano come il fluido si muova verso l'alto, spostandosi verso l'esterno del vessel la componente cala fino a diventare nulla nella zona centrale del vortice, con r/T variabile tra 0.35 per le velocità più basse fino a 0.40 per quelle più elevate, mentre nella zona più vicina alla parete si registrano valori negativi che indicano come il liquido agitato descriva un movimento verso il basso.

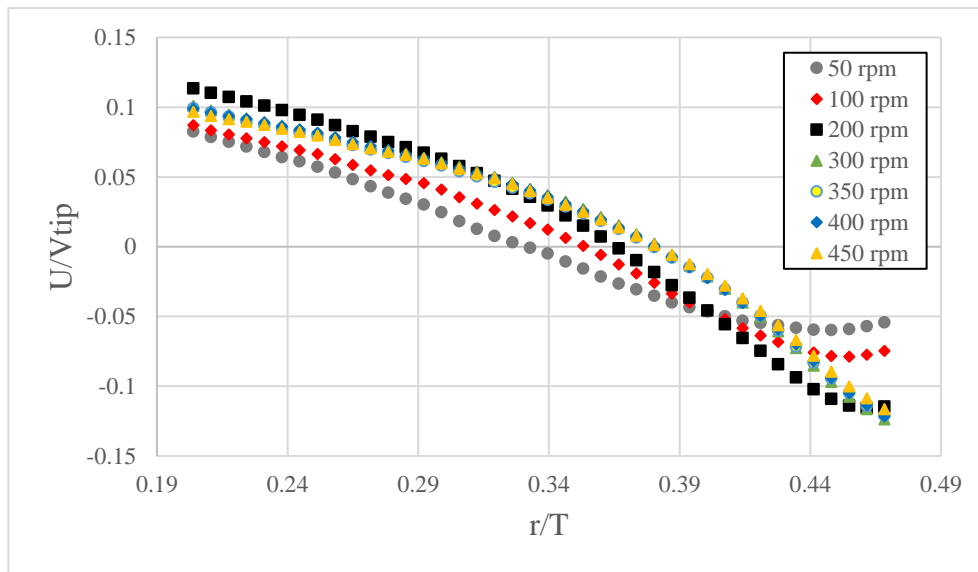


Figura 3.26: Profili radiali medi U/V_{tip} della miscela 40 wt% sul fondo a diverse velocità d'agitazione.

Entrambi gli andamenti dei profili radiali confermano quanto visto nelle mappe vettoriali ottenute: l'assenza di sovrapposizione dei profili manifesta un regime che evolve fino a raggiungere un certo grado di stazionarietà tra 300 e 350 rpm quando le componenti della velocità sembra iniziare a scalare con V_{tip} .

3.2.5 Pluronic 30 wt%

Per il sistema costituito da Pluronic in miscela con acqua al 30% in peso di copolimero si è indagato il campo di moto del fluido in funzione della velocità di agitazione che ha coperto l'intervallo da 50 a 350 rpm, equivalenti ad un range di Re che va da circa 370 a circa 2600 calcolato utilizzando μ estrapolato dalla letteratura e costante, pari a $1.33 \times 10^{-2} Pa \cdot s$, e densità uguale a $1015 Kg/m^3$.

Le mappe vettoriali tridimensionali in Figura 3.27 sono state prodotte con il programma *MatLab* elaborando i dati raccolti, dalle due telecamere, con la tecnica PIV.

Osservando le mappe vettoriali sottostanti possono essere evidenziati alcuni aspetti interessanti. Come visto anche in precedenza, il flusso radiale prodotto dalla Rushton spinge il fluido verso le pareti e genera due anelli, interni al volume agitato, quasi simmetrici rispetto al piano della girante che mantengono una posizione abbastanza costante. Il modulo della componente tangenziale, a velocità di rotazione maggiori di 200 rpm, sembra variare similmente, con valori massimi nella zona circoscritta attorno all'albero e minimi nella zona

corrispondente alla parete del vessel; questa tendenza, seppur in maniera molto meno marcata è visibile anche a 50 rpm. Il comportamento appena descritto, molto più simile a quello dell'acqua che a quello delle due miscele precedentemente analizzate, risulta concorde con il calo di viscosità pari ad un ordine di grandezza rispetto alle miscele al 50% e 40% in peso di Pluronic.

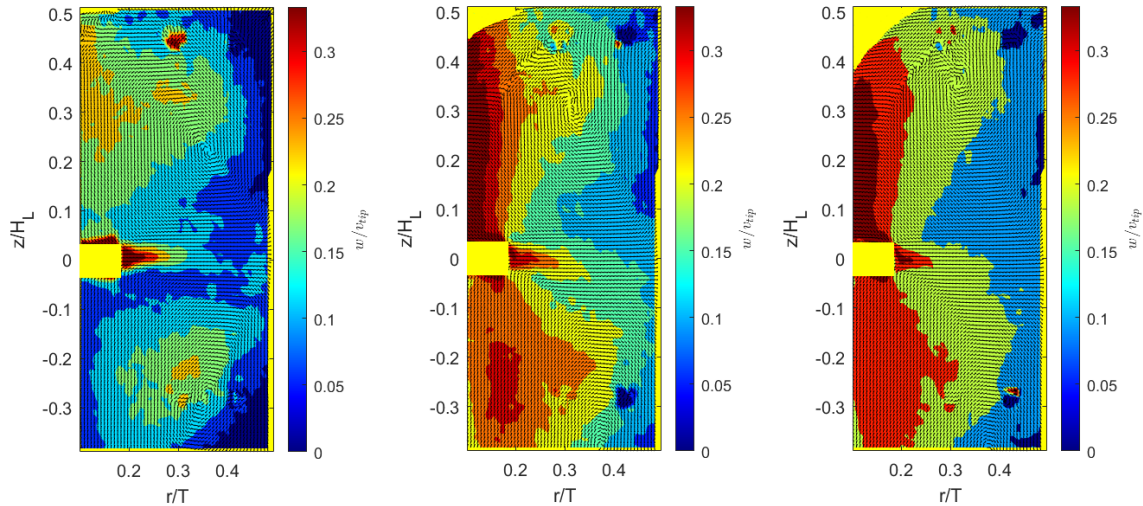


Figura 3.27: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con miscela 30 wt% alle velocità di agitazione 50, 200 e 300 rpm (da sinistra verso destra)

In Figura 3.28 è mostrato l'andamento della componente radiale media normalizzata V/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_L costante e pari a 0 (altezza girante). Come prevedibile la componente radiale, all'altezza della girante assume valori abbastanza elevati che sono fortemente dipendente dal grado di agitazione, variando da un 35% della V_{tip} fino al 45% della stessa; la velocità radiale, massima vicino alla girante, cala lungo la corda analizzata avvicinandosi a valori decisamente più bassi in prossimità della parete.

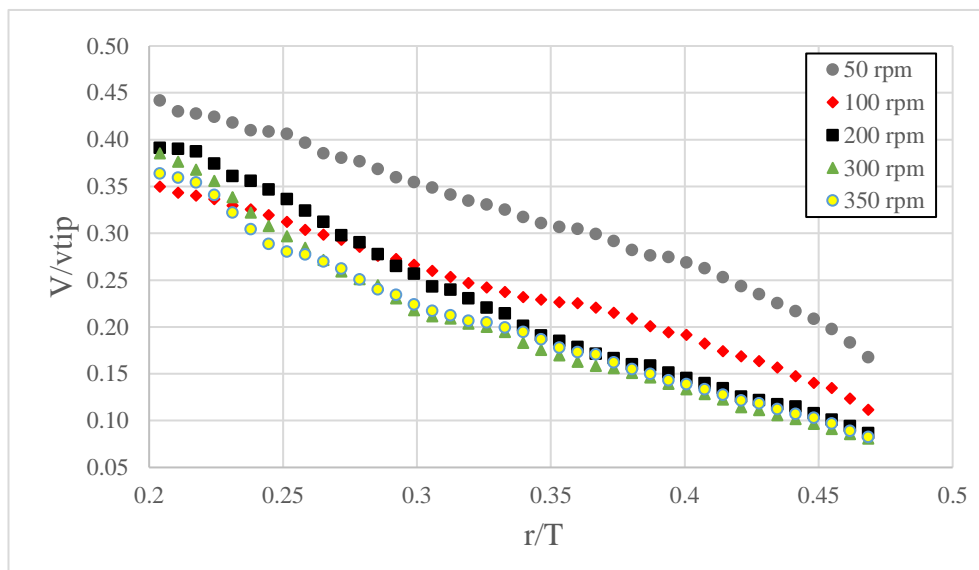


Figura 3.28: Profili radiali medi V/V_{tip} della miscela 30 wt% sulla girante a diverse velocità d'agitazione

In Figura 3.29 è invece mostrato il profilo radiale della componente media normalizzata U/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_l costante e pari a -0.22 . I profili mostrati hanno un andamento concorde con la mappa vettoriale ottenuta che mostra la tipica struttura a doppio anello, infatti, nella zona più vicina all'albero si hanno valori positivi della componente assiale che indicano come il fluido si muova verso l'alto, spostandosi verso l'esterno del vessel la componente cala fino a diventare nulla, ad r/T pari a circa 0.37, mentre nella zona più vicina alla parete si registrano valori negativi che indicano come il liquido agitato descriva un movimento verso il basso.

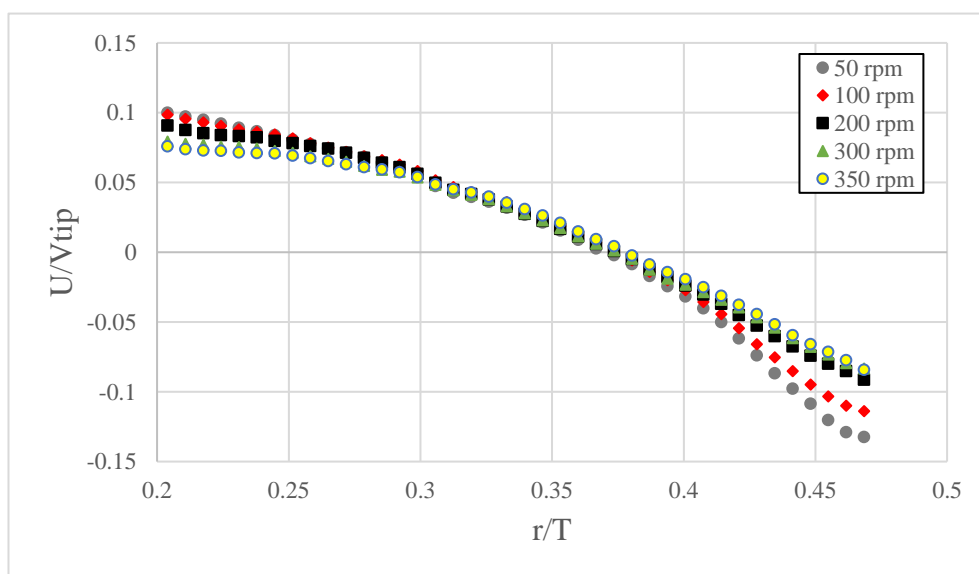


Figura 3.29: Profili radiali medi U/V_{tip} della miscela 30 wt% sul fondo a diverse velocità d'agitazione.

Le *Figure 3.28* e *3.29* evidenziano una buona sovrapposizione, seppur non perfetta, tra i profili a diversa velocità collegabile probabilmente alla presenza di un regime transitorio, alle più basse velocità di rotazione; viceversa, per $N > 300 \text{ rpm}$. dove c'è buona sovrapposizione, si instaura un regime turbolento che rende, in generale, i profili scalabili con V_{tip} .

3.2.6 Confronto

Si sono confrontati i dati ottenuti, per i quattro fluidi indagati con tecnica PIV, alla velocità di agitazione di 200 rpm ; questa velocità di agitazione è stata scelta al fine di limitare le variabili in gioco, come ad esempio la presenza del vortice d'aria, non potendo confrontare tutti i sistemi allo stato stazionario ed alla medesima velocità.

Nelle *Figura 3.30* e *3.31* sono riportate le mappe vettoriali tridimensionali prodotte con il programma *MatLab* elaborando i dati raccolti, dalle due telecamere, con la tecnica PIV.

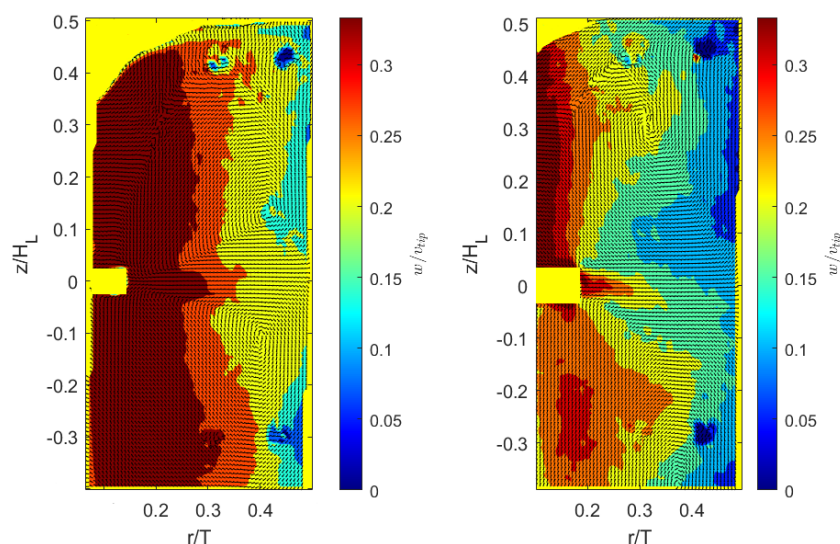


Figura 3.30: Mappe vettoriali 3D a 200 rpm del sistema riempito con acqua (sinistra) e con miscela 30 wt% (destra).

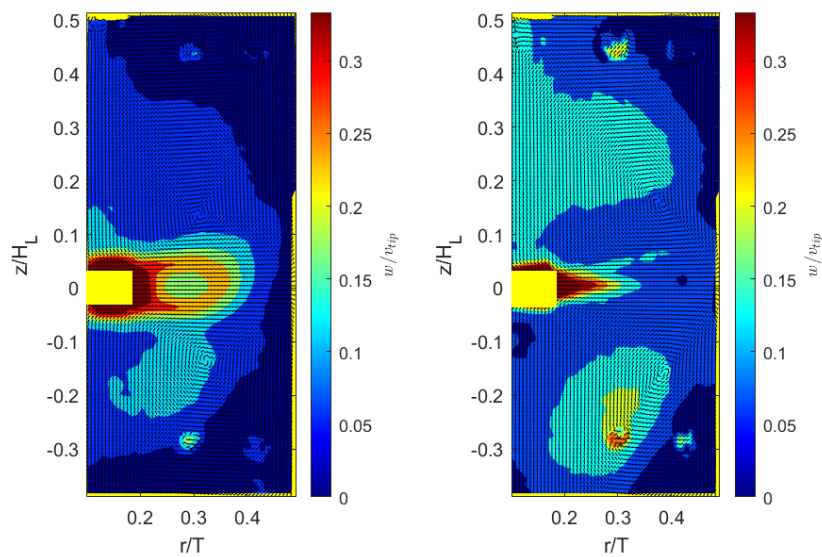


Figura 3.31: Mappe vettoriali 3D a 200 rpm del sistema riempito miscela 50 wt% (sinistra) e con miscela 40 wt% (destra).

Il confronto visivo delle mappe vettoriali evidenzia in tutte le miscele la presenza della caratteristica struttura a doppio anello, seppur centrata in posizione differente per via della diversa viscosità che caratterizza i vari sistemi. Avendo i vettori, nelle mappe, lunghezza fissa, la distribuzione delle velocità tangenziali evidenzia le maggiori differenze e similitudini. Se si osservano le mappe corrispondenti all'acqua e al Pluronic 30 wt% si nota come l'evoluzione della velocità media tangenziale sia prettamente distribuita lungo la direzione radiale, con intensità maggiori vicino alla girante e un andamento decrescente avvicinandosi alla parete del recipiente. Analizzando, invece, solo la componente tangenziale, a coordinate radiali costanti, la velocità tangenziale è circa costante in tutto il volume del vessel per via della bassa viscosità che permette alla girante di movimentare lungo la direzione tangenziale in modo assialmente uniforme la miscela. Osservando, invece, gli altri due sistemi studiati, l'elevata viscosità fa sì che, allontanandoci dalla girante sia in direzione radiale che assiale, le velocità medie tangenziali calino, a causa delle dissipazioni viscosive. In questi casi, inoltre, sempre a causa dell'elevata viscosità che caratterizza le miscele al 50% e 40%, le velocità medie risultano inferiori ed esistono zone del recipiente dove esse sono molto basse (5% della V_{tip}), differentemente da quanto si osserva negli altri due liquidi.

Se si considera il numero di Reynolds per i vari sistema a 200 rpm, si nota come l'acqua sia in un regime turbolento completamente sviluppato (Re circa uguale a 2×10^4), il Pluronic 30 wt% si trovi in un regime transitorio (Re vicino a 1500) mentre le miscele al 50% ed al

40% in peso di Pluronic si trovano in un regime transitorio molto vicino alle condizioni laminari (Re pari rispettivamente a circa 45 e 160) e dunque un confronto di questo tipo non tiene conto del regime di moto all'interno del recipiente ma solo dell'andamento locale, comportando andamenti non monotoni.

In *Figura 3.32* è mostrato l'andamento della componente radiale media normalizzata V/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_l costante e pari a 0 (altezza girante). Tutte e quattro le miscele hanno un andamento simile della velocità radiale, seppur con variazioni significative nell'intensità, che da un valore massimo vicino alla girante decresce fino a valori minimi o nulli vicino alla parete. Interpolando i punti raccolti con una retta è possibile stimare la velocità con cui la componente media radiale decresce allontanandosi orizzontalmente dalla girante. La pendenza e dunque la velocità con cui la componente radiale crolla aumentano al crescere della viscosità; sistemi a minor viscosità, come acqua e Pluronic 30 wt%, sono caratterizzati da una minor pendenza (rispettivamente -0.800 e -1.13) ed una distribuzione di velocità radiale, all'altezza dell'impeller, più uniforme mentre sistemi piuttosto viscosi, come le due miscele a più alto contenuto di Pluronic, sono interessati da una pendenza maggiore (pari a -1.27 per la miscela al 50% e -1.16 per l'altra) che determina una dissipazione di energia e delle velocità medie radiali maggiore.

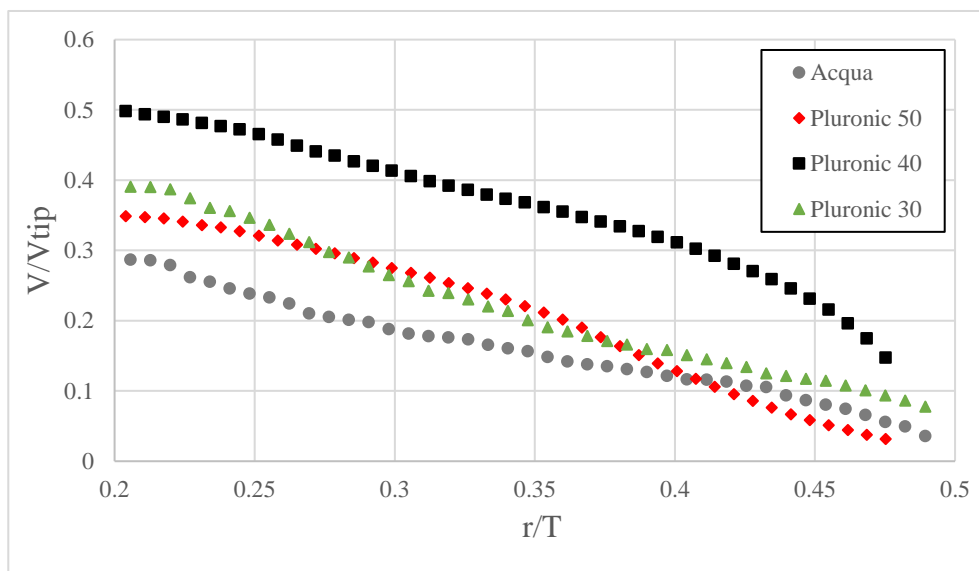


Figura 3.32: Profili radiali medi V/V_{tip} a 200 rpm sulla girante per i diversi fluidi.

In *Figura 3.33* è invece mostrato il profilo radiale della componente assiale media normalizzata U/V_{tip} della velocità in funzione di r/T , a z/H_l costante e pari a -0.22 . I profili mostrati hanno tutti un andamento concorde con il movimento del doppio anello. Essi possono essere suddivisi in due zone, una a sinistra del punto in cui la componente assiale si azzerava ed una a destra. Nella zona a sinistra il profilo della miscela al 50% ponderale va a zero quasi linearmente con maggior velocità, lungo r/T , per via della maggior viscosità; man mano che la viscosità cala, il profilo tende ad appiattirsi, con una distribuzione di velocità più omogenea, allontanando, radialmente dal centro del sistema, la zona a velocità assiale nulla. Nella seconda zona acqua e Pluronic al 30% in peso hanno un comportamento simile con velocità che crescono in modulo avvicinandosi alla parete mentre gli altri due sistemi sono caratterizzati dal raggiungimento di un plateau. Quest'ultimo comportamento, assunto nella seconda zona, è probabilmente dovuto all'alta viscosità che, unita a variazioni di velocità marcate, genera uno sforzo viscoso che induce una diminuzione della variazione di velocità fino ad arrivare ad una zona a velocità circa costante. Nella miscela al 50% succede con gradienti radiali di velocità assiale più bassi, rispetto al 40%, avendo viscosità più alta ($0.442 Pa \cdot s$ contro $0.125 Pa \cdot s$) mentre al 30% e in acqua non si vede avendo valori di viscosità uno o due ordini di grandezza inferiori. Se, infine, si osserva la concavità delle curve, si nota come sia decisamente rivolta verso l'alto per la miscela al 50%, debolmente verso l'alto (quasi lineare) per quella al 40 wt%, salvo poi arrivare ad un plateau, lineare per la miscela al 30% e, infine, rivolta verso il basso per l'acqua. Si può dunque affermare che il plateau e le concavità siano dovute a diversi valori degli sforzi viscosi.

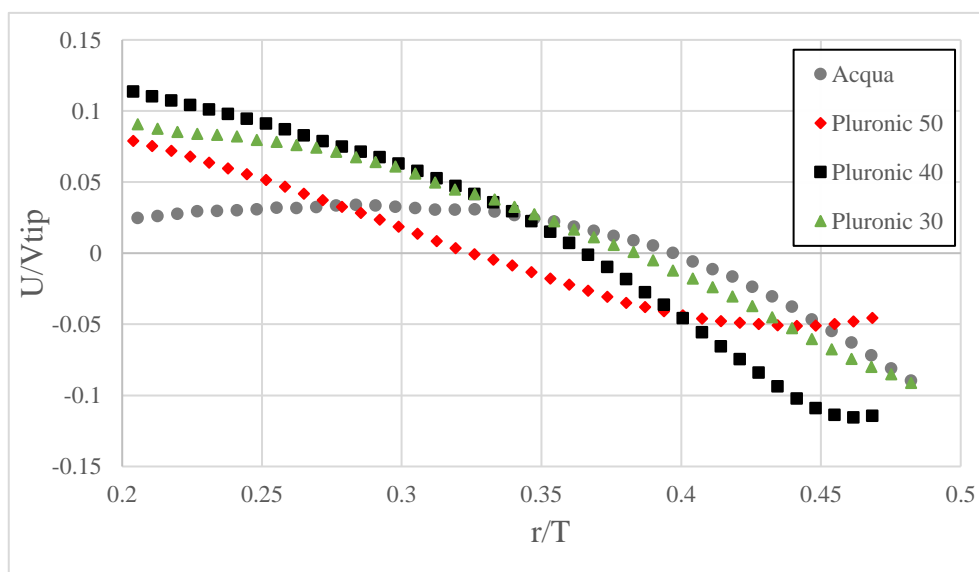


Figura 3.33: Profili radiali medi U/V_{tip} a 200 rpm sul fondo del recipiente per i diversi fluidi.

Osservando il comportamento dei diversi fluidi si è notato che il valore caratteristico di N per cui la velocità adimensionale risulta indipendente decresce con il decrescere del contenuto di copolimero nella miscela. La miscela al 30 wt% presenta un valore pari a 300 rpm, la miscela con il 40% in peso di Pluronic, 350 rpm, la miscela a più alto contenuto, 400 rpm, mentre l'acqua presenta la soglia caratteristica più bassa, pari a 200 rpm. Questo effetto è da attribuirsi al calo di viscosità contestuale al calo di concentrazione di copolimero, che determina condizioni sempre più spostate verso il regime turbolento (maggiori Re).

I profili radiali e le mappe vettoriali 3D, che sono stati omessi in questo capitolo, sono raccolti nell'Appendice B.

3.2.7 Errore sperimentale

Parallelamente allo studio con tecnica PIV si è cercata una strada per esprimere un errore sperimentale associato ai dati raccolti. Si è scelto di raccogliere una prova ripetuta della miscela acquosa di Pluronic al 40% in peso, alla velocità di 300 rpm e temperatura pari a 26.9 °C e valutare le differenze con la prima prova raccolta.

L'elaborazione di questi dati è stata fatta utilizzando *MatLab* generando mappe, per ognuno dei tre componenti, che esprimono, secondo una scala cromatica, l'errore calcolato con l'Equazione 3.10 in ogni punto del piano in cui è stato calcolato un vettore.

$$errore = \frac{|v_1 - v_2|}{V_{tip}} \quad (3.10)$$

Le mappe ottenute sono riportate in *Figura 3.34*.

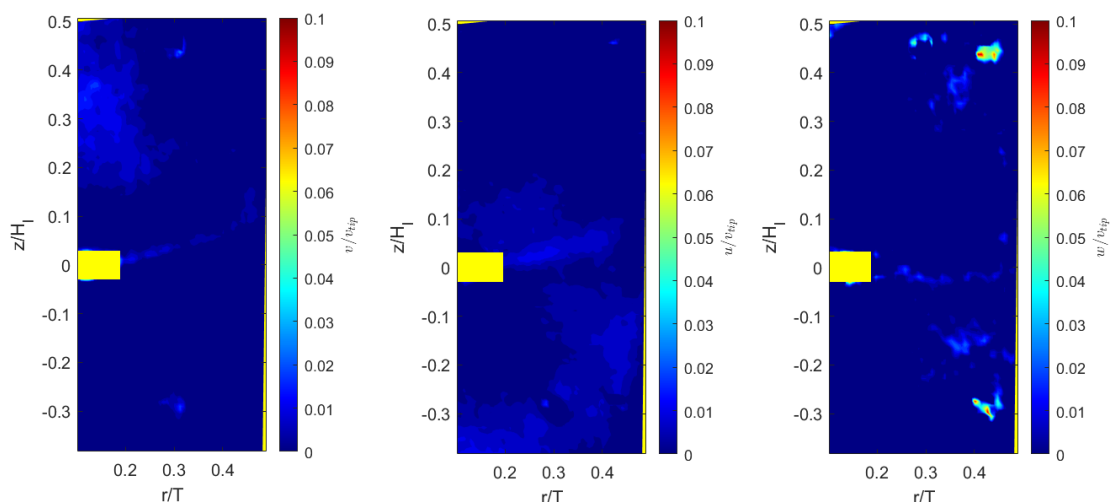


Figura 3.34: Errore calcolato sulle acquisizioni PIV mediante l'Equazione 3.10 su V , U e W (da sinistra verso destra).

Un'osservazione qualitativa delle mappe permette di affermare che le misure fatte con PIV sono riproducibili avendo un errore contenuto, inferiore al 5%. Analizzando più in dettaglio le mappe si nota come l'errore sia concorde in tutto il piano, per tutte e tre le componenti. Risulta perciò evidente che esso non sia da attribuire ad un errore sperimentale della tecnica PIV ma piuttosto ad un errore sistematico dovuto essenzialmente alla variazione di condizioni operative, ovvero temperatura e grado di agitazione che è interessato da piccole oscillazioni tra una prova e l'altra.

4 Conclusioni

La presente attività di ricerca è incentrata sullo studio del processo di formulazione di acqua e Pluronic L-64 in un sistema agitato meccanicamente; essa si suddivide in due parti:

- Misure di potenza ad opera di un torsionometro per valutare la potenza dissipata da una girante per miscelare il fluido analizzato;
- Misure di *Particle Image Velocimetry* (PIV) per valutare il campo di moto che si instaura all'interno del recipiente.

L'utilizzo delle misure di potenza seppur abbia evidenziato alcuni limiti, soprattutto a basse velocità di agitazione, spesso non raccolte, perché troppo vicini al limite inferiore pari al 10% del fondoscala dello strumento, ha rappresentato un mezzo potente per la raccolta di dati con cui costruire curve di potenza caratteristiche in funzione del numero di Reynolds. Le curve raccolte sono state inoltre confrontate con quanto ottenibile attraverso i metodi previsionali disponibili in letteratura, ottenendo buona sovrapposizione e confermando sia la bontà delle misure che delle informazioni in possesso della comunità scientifica.

Le prove sperimentali eseguite hanno determinato un andamento della potenza assorbita, espressa sotto forma di N_p , che ha seguito quello della viscosità. Il valore più alto è stato ottenuto per la miscela più viscosa, ovvero la il Pluronic 50 wt% in fase pseudo-esagonale, la quale ha presentato valori di viscosità, e dunque N_p , un ordine di grandezza maggiori rispetto agli altri fluidi. Gli altri sistemi hanno assorbito maggiore potenza, confermando l'andamento della viscosità, rispettivamente nell'ordine: Pluronic puro, Pluronic 50 wt% micellare, Pluronic 40 wt%, Pluronic 30 wt% ed acqua.

Le mappe tridimensionali ottenute con la tecnica PIV hanno fornito un potente strumento non invasivo per riuscire a caratterizzare la fluidodinamica del recipiente agitato. Il campo di moto medio studiato su di un piano comune a tutte le miscele ha permesso di identificare aspetti comuni e differenze, a parità di condizioni operative, tra i vari fluidi analizzati: la tipica struttura a doppia anello generata da turbine radiali come la Rushton si è ottenuta in tutti i sistemi seppur con alcune differenze; maggiori differenze si sono apprezzate dal punto di vista

della velocità tangenziale, sistemi meno viscosi hanno evidenziato intensità maggiori e più distribuite in tutto il piano mentre fluidi a maggior viscosità ha presentato moduli più piccoli con grandi variazioni concentrate attorno alla girante. Per ogni sistema è stato possibile individuare una velocità caratteristica oltre la quale le velocità adimensionali diventano indipendenti dal grado di agitazione; questo valore cresce con l'aumentare della viscosità del fluido e dunque con il valore di copolimero presente nella miscela. La miscela al 50 % in peso ha presentato il valore caratteristico più alto (400 *rpm*) mentre l'acqua quello più basso (200 *rpm*).

In generale, la documentazione scientifica disponibile riguardante la miscelazione di acqua e Pluronic è stata di assistenza nella comprensione non solo delle misure sperimentali, ma soprattutto nell'interpretazione fenomenologica della transizione di fase che ha coinvolto la miscela al 50% in peso.

Quanto raccolto in questo studio permette, attraverso tecniche tecnologicamente mature ma anche innovative, l'ottenimento di una vasta quantità di dati fluidodinamici per i sistemi analizzati che, opportunamente elaborati, possono fungere da supporto e validazione di metodi computazionali per la progettazione e lo scale-up dei reattori industriali dedicati alla miscelazione di acqua e Pluronic L-64.

Bibliografia

Alexandridis, P., Zhou, D. & Khan, A., 1996. Lyotropic Liquid Crystallinity in Amphiphilic Block Copolymers: Temperature Effects on Phase Behavior and Structure for Poly(ethylene oxide)-b-poly(propylene oxide)-b-poly(ethylene oxide) Copolymers of Different Composition. *Langmuir*, pp. 2690-2700.

Barnes, H., Hutton, J. & Walters, K., 1989. *An Introduction to Rheology*. s.l.:Elsevier.

Gomez, C., Bennington, C. & Taghipour, F., 2010. Investigation of the Flow Field in a Rectangular Vessel Equipped With a Side-Entering Agitator. *Journal of Fluids Engineering*, maggio.

Montante, G., Lee, K., Brucato, A. & Yianneskis, M., 1999. An experimental study of double-to-single-loop transition in stirred vessels. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 4 agosto, pp. 649-659.

Montante, G., Lee, K., Brucato, A. & Yianneskis, M., 2001a. Experiments and predictions of the transition of the flow pattern with impeller clearance in stirred tanks. *Computers and Chemical Engineering*, 1 maggio, pp. 729-735.

Montante, G., Lee, K., Brucato, A. & Yianneskis, M., 2001b. Numerical simulations of the dependency of flow pattern on impeller clearance in stirred vessels. *Chemical Engineering Science*, 21 giugno, pp. 3751-3770.

Nienow, A., 1968. Suspension of solid particles in turbine agitated baffled vessels. *Chemical Engineering Science*, Dicembre, pp. 1453-1459.

Nienow, A., 1998. Hydrodynamics of Stirred Bioreactors. *Applied Mechanics Reviews*, 1 gennaio, p. 3-32.

Pasquino, R. et al., 2019. An experimental rheological phase diagram of a tri-block copolymer in water validated against dissipative particle dynamics simulations. *Soft Matter*, 11 gennaio, pp. 1396-1404.

Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V. A. & Kresta, S. M., 2004. *Handbook of industrial mixing: science and practice*. s.l.:Wiley.

Rushton, J., Costich, E. & Everett, H., 1950. Power Characteristics of Mixing Impellers. *Chemical Engineering Progress*, pp. 467-476.

Scargiali, F. et al., 2013. Power Consumption in Uncovered Unbaffled Stirred Tanks: Influence of the Viscosity and Flow Regime. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, pp. 14998-15005.

Scargiali, F., Tamburini, A., Caputo, G. & Micale, G., 2017. On the assessment of power consumption and critical impeller speed in vortexing unbaffled stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, luglio, pp. 99-110.

Skelland, A. H. P., 1967. *Non-Newtonian Flow and Heat Transfer*. New York: Wiley.

Zhipeng, L., Yuyun, B. & Zhengming, G., 2010. PIV experiments and large eddy simulations of single-loop flow fields in Rushton turbine stirred tanks. *Chemical Engineering Science*, 66(6), pp. 1219-1231.

Zhou, D., Alexandridis, P. & Khan, A., 1996. *Journal of colloidal and interface science*, pp. 339-350.

Appendice A

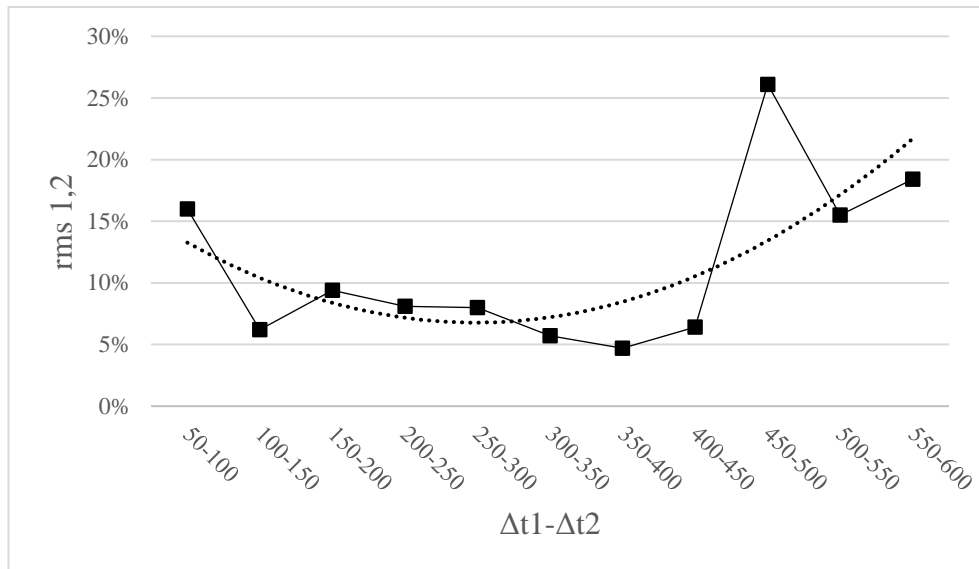


Figura A. 1: Deviazione quadratica media V/V_{tip} altezza girante per diversi Δt .

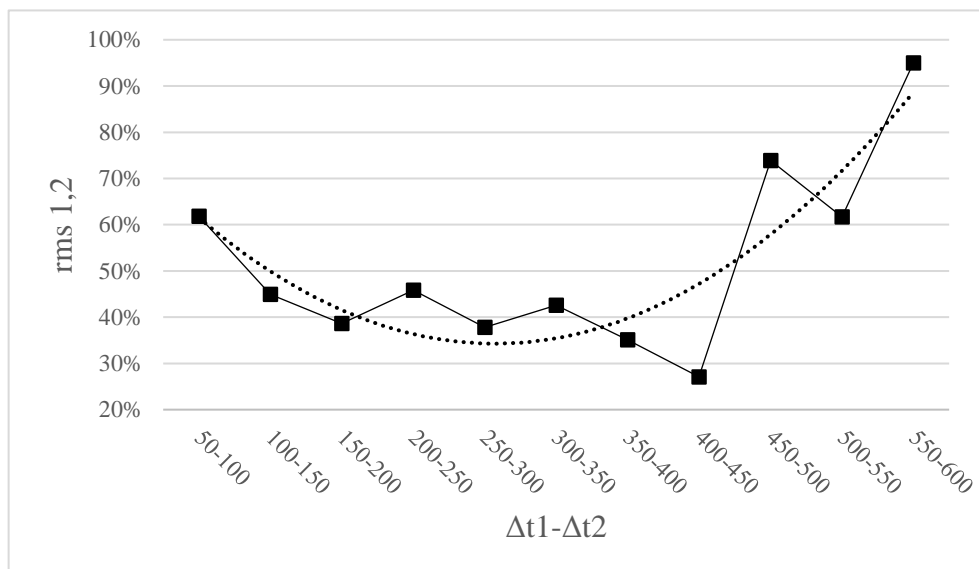


Figura A. 2: Deviazione quadratica media U/V_{tip} altezza girante per diversi Δt .

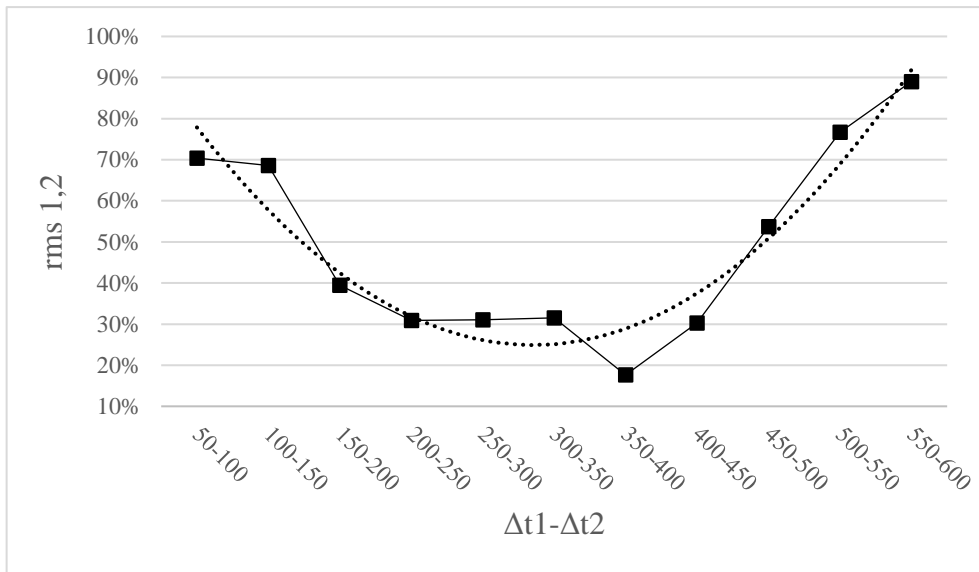


Figura A. 3: Deviazione quadratica media V/V_{tip} sul fondo del recipiente per diversi Δt .

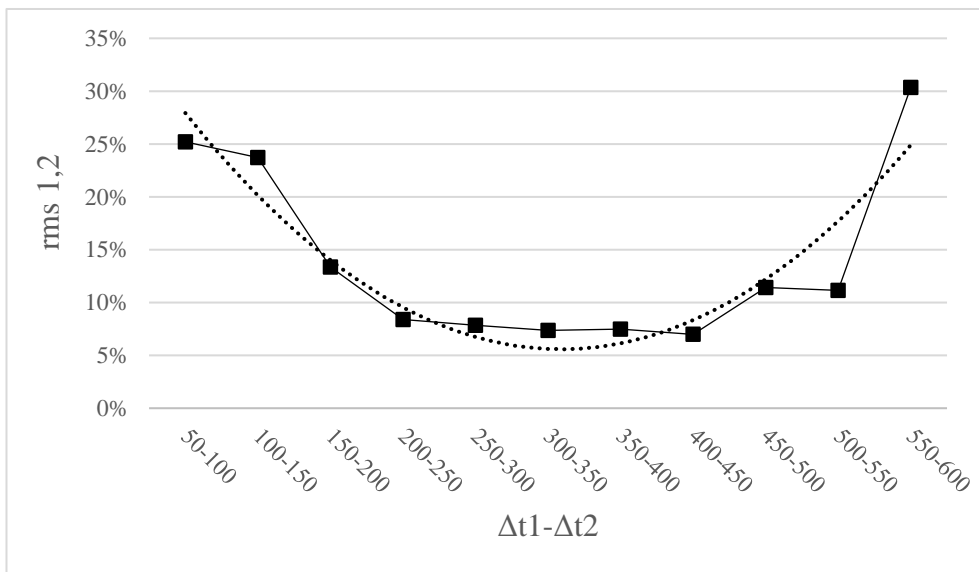


Figura A. 4: Deviazione quadratica media U/V_{tip} sul fondo del recipiente per diversi Δt .

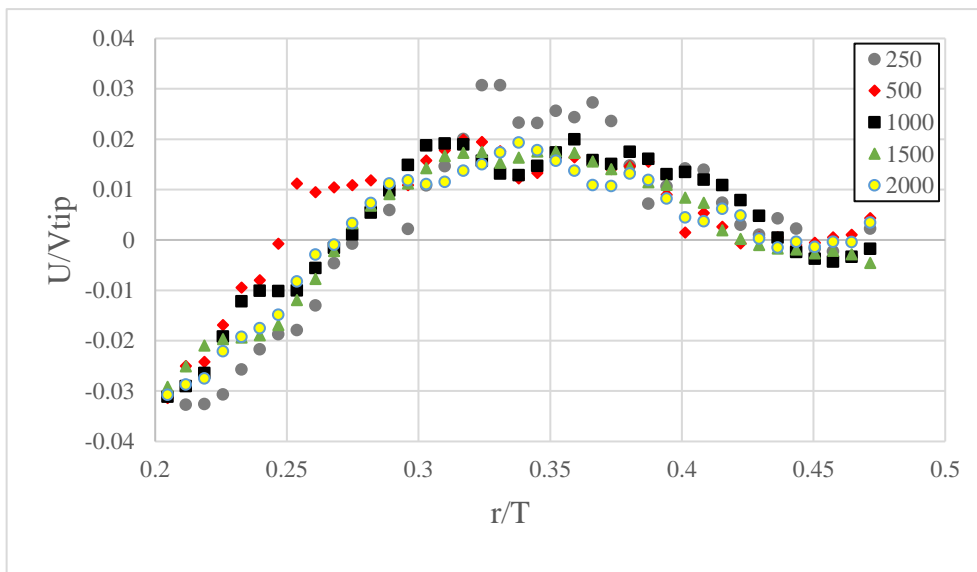


Figura A. 5: Profili radiali U/V_{tip} altezza girante con diverso numero di immagini acquisite.

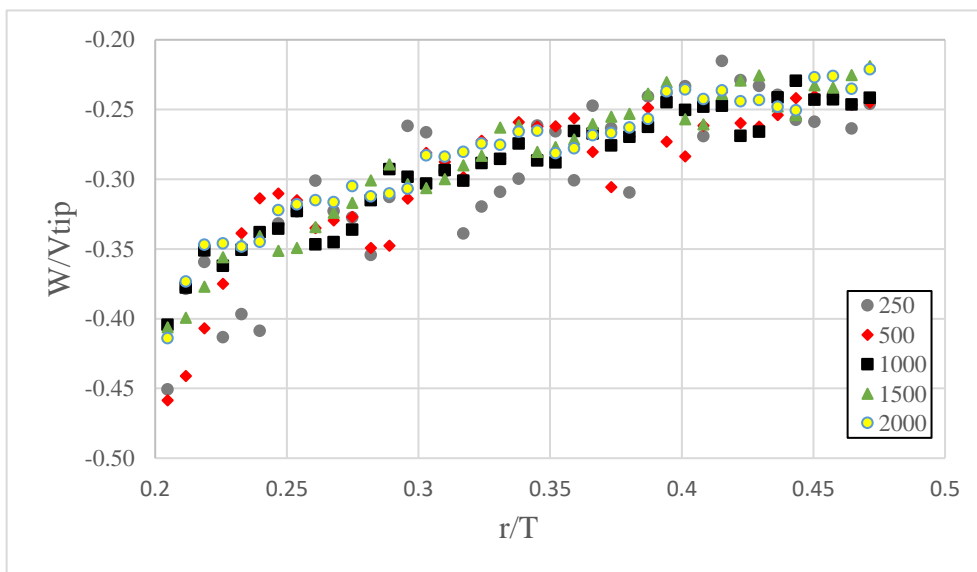


Figura A. 6: Profili radiali W/V_{tip} altezza girante con diverso numero di immagini acquisite.

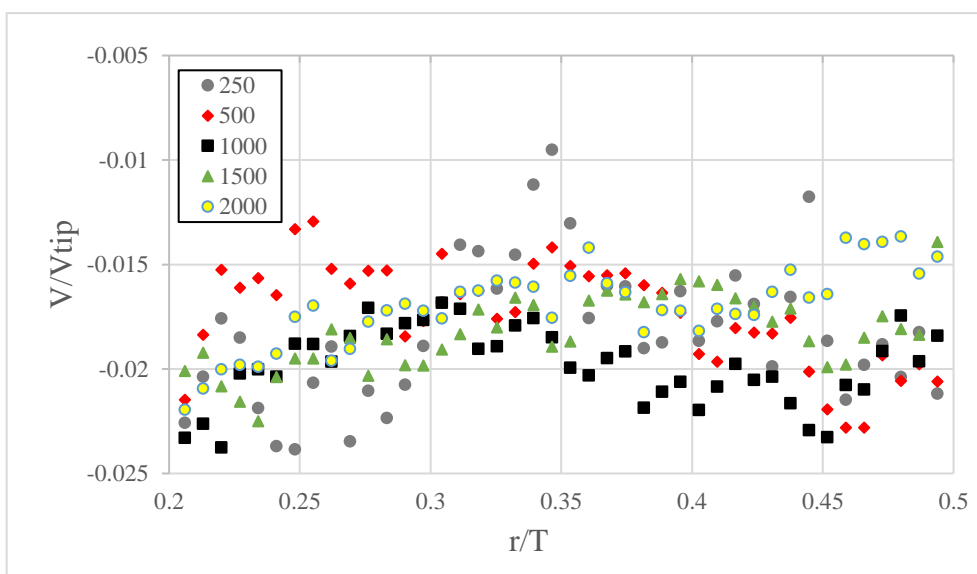


Figura A. 7: Profili radiali V/V_{tip} parte bassa recipiente con diverso numero di immagini acquisite.

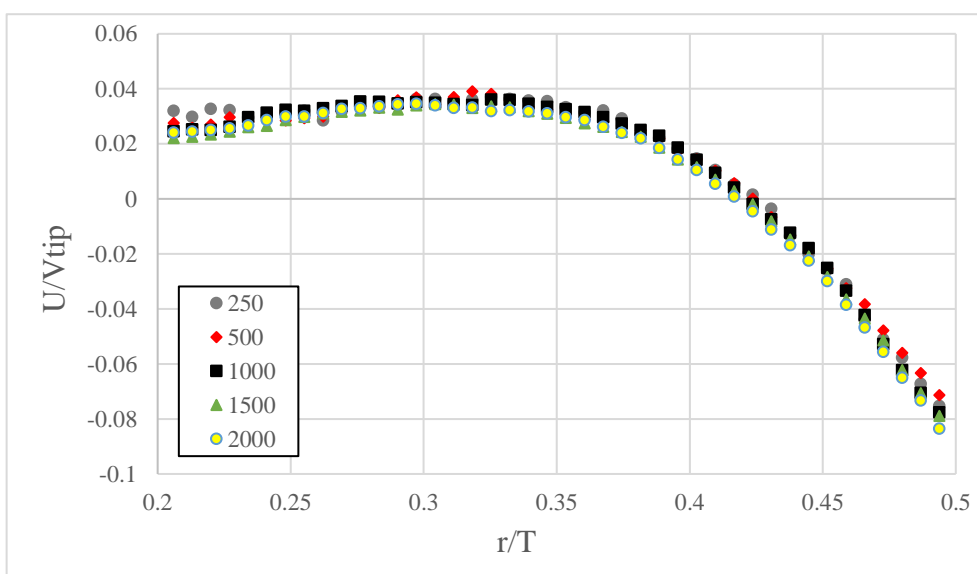


Figura A. 8: Profili radiali U/V_{tip} parte bassa recipiente con diverso numero di immagini acquisite.

Appendice B

Acqua

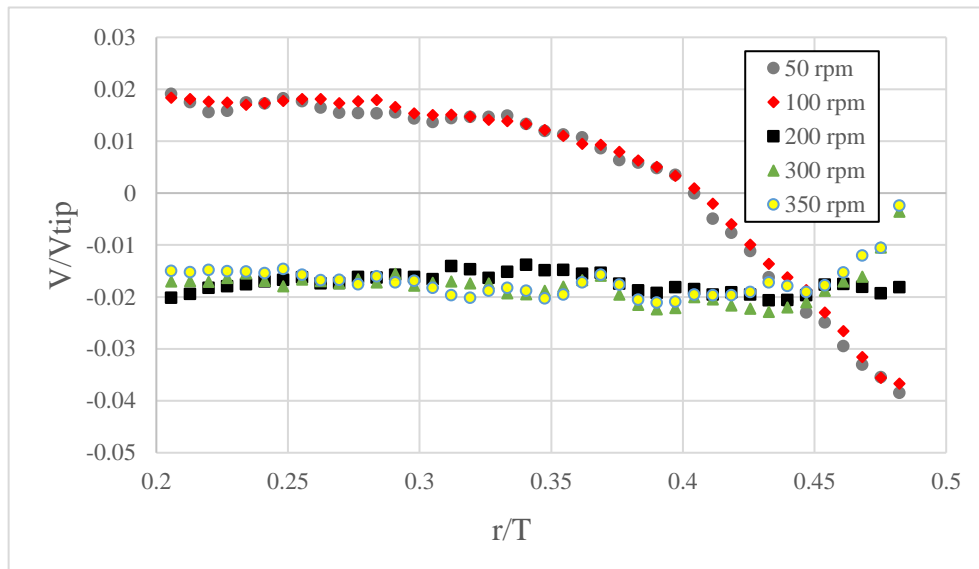


Figura B. 1: Profili radiali medi V/V_{tip} dell'acqua sul fondo a diverse velocità d'agitazione.

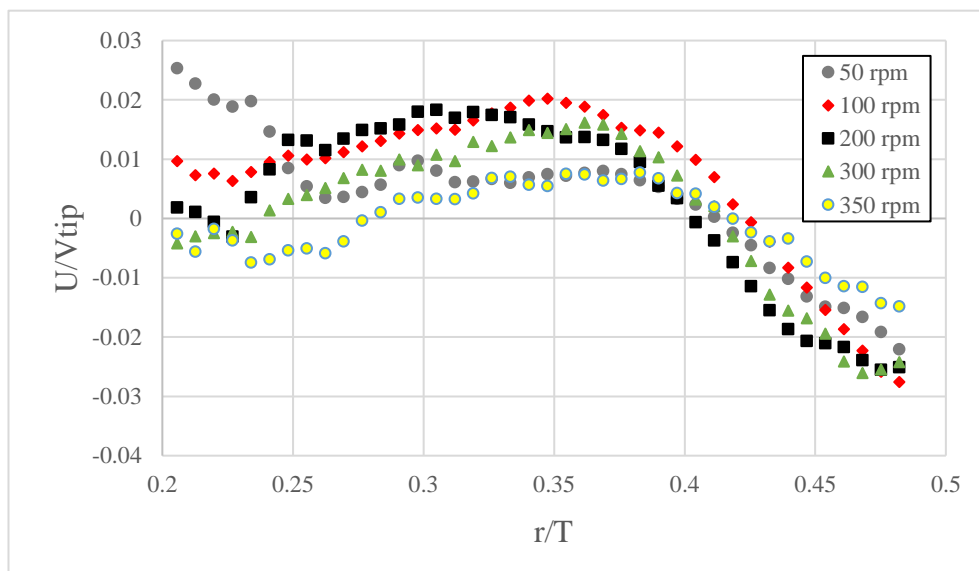


Figura B. 2: Profili radiali medi U/V_{tip} dell'acqua sulla girante a diverse velocità d'agitazione.

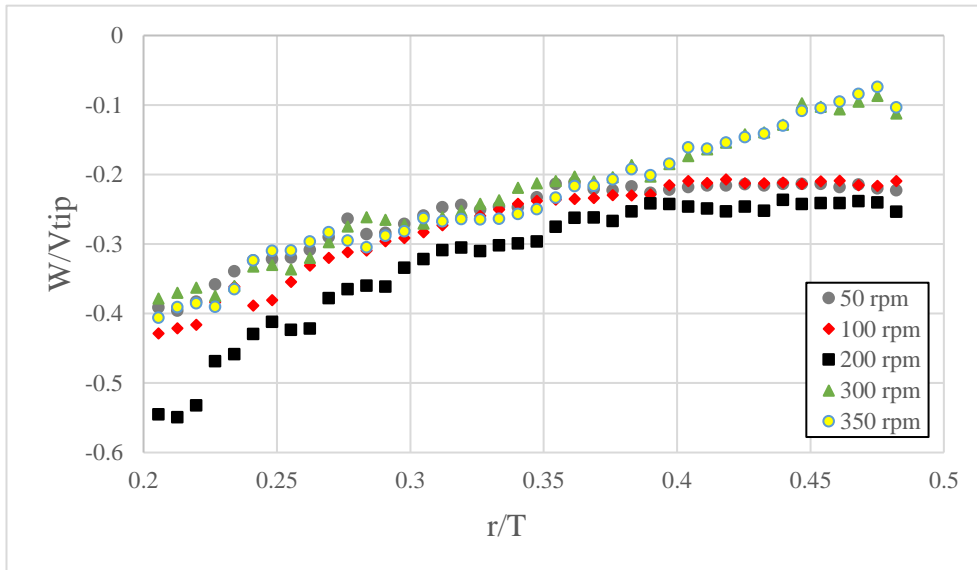


Figura B. 3: Profili radiali medi W/V_{tip} dell'acqua sulla girante a diverse velocità d'agitazione.

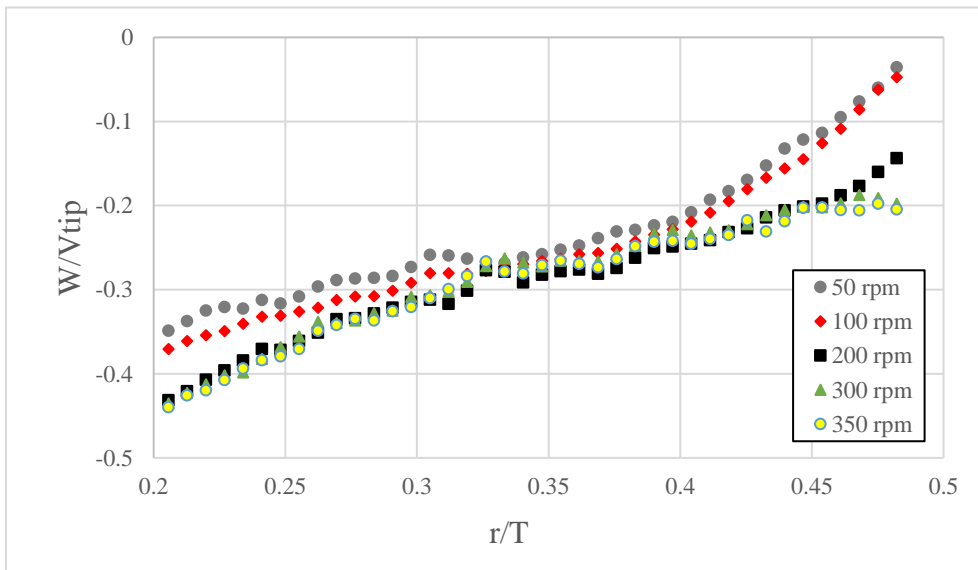


Figura B. 4: Profili radiali medi W/V_{tip} dell'acqua sul fondo a diverse velocità d'agitazione.

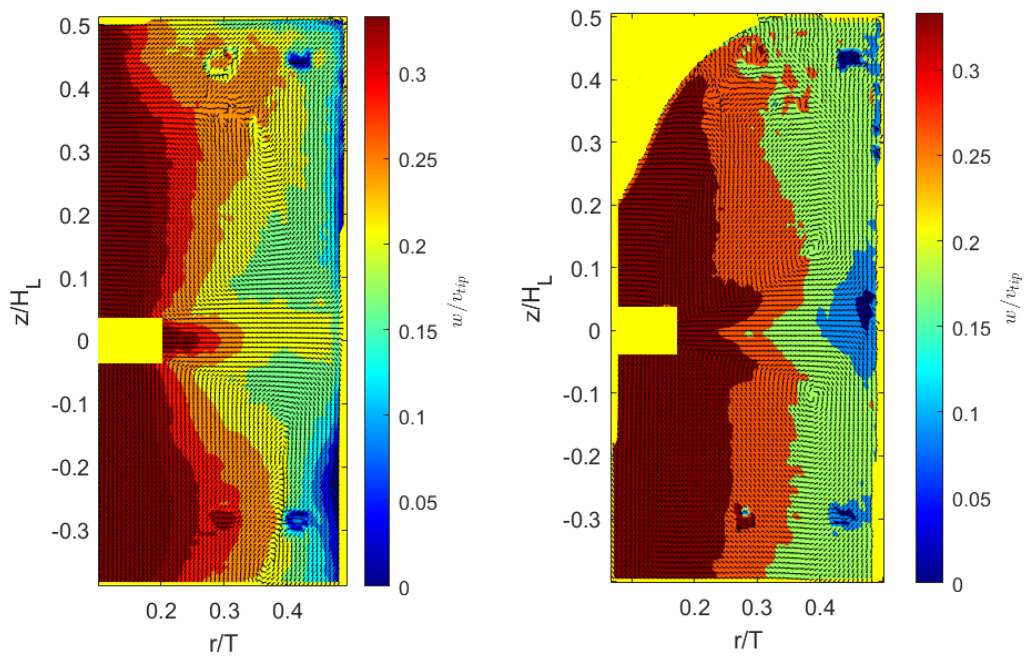


Figura B. 5: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con acqua alle velocità di agitazione 100 e 300 rpm (da sinistra verso destra).

Pluronic 50 wt%

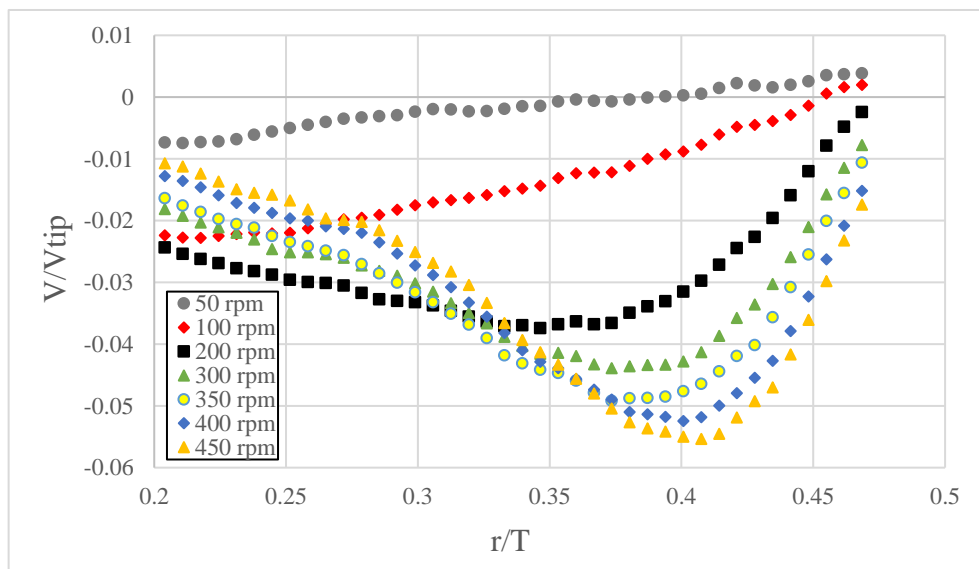


Figura B. 6: Profili radiali medi V/V_{tip} della miscela 50 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione.

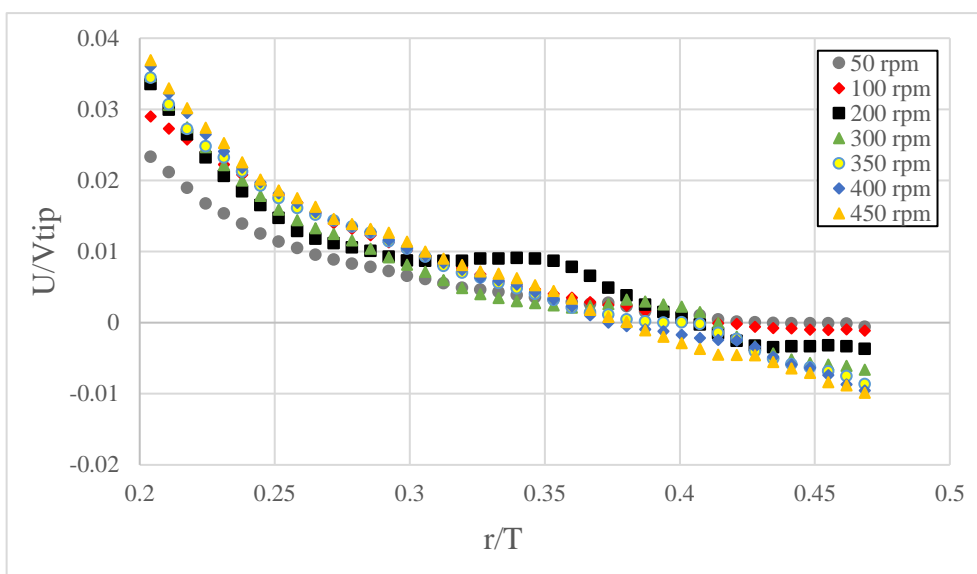


Figura B. 7: Profili radiali medi U/V_{tip} della miscela 50 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

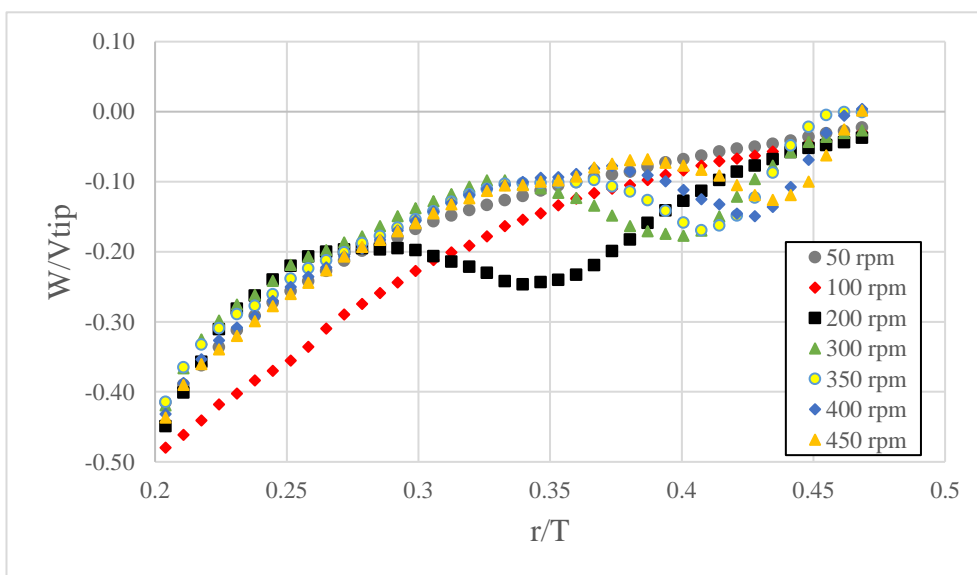


Figura B. 8: Profili radiali medi W/V_{tip} della miscela 50 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

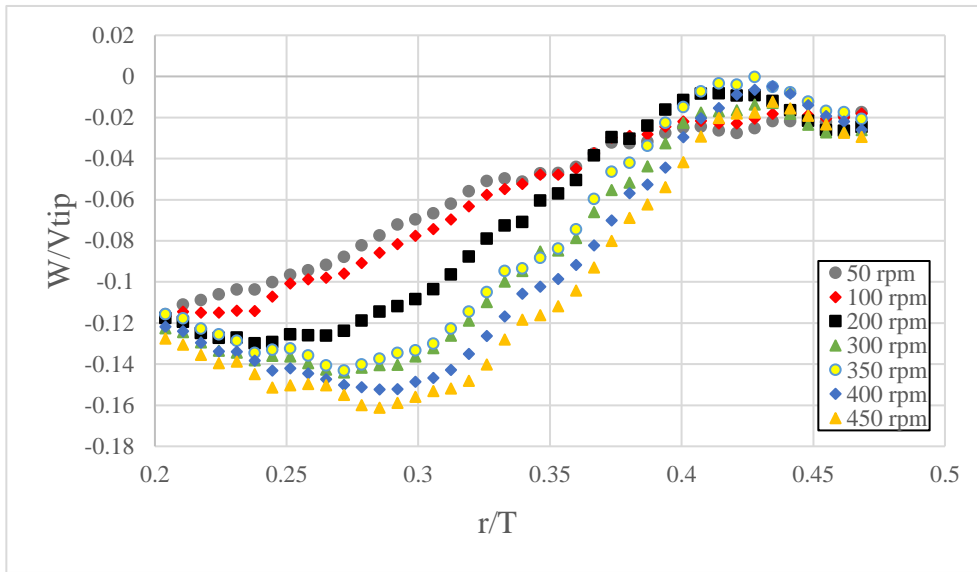


Figura B. 9: Profili radiali medi W/V_{tip} della miscela 50 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione.

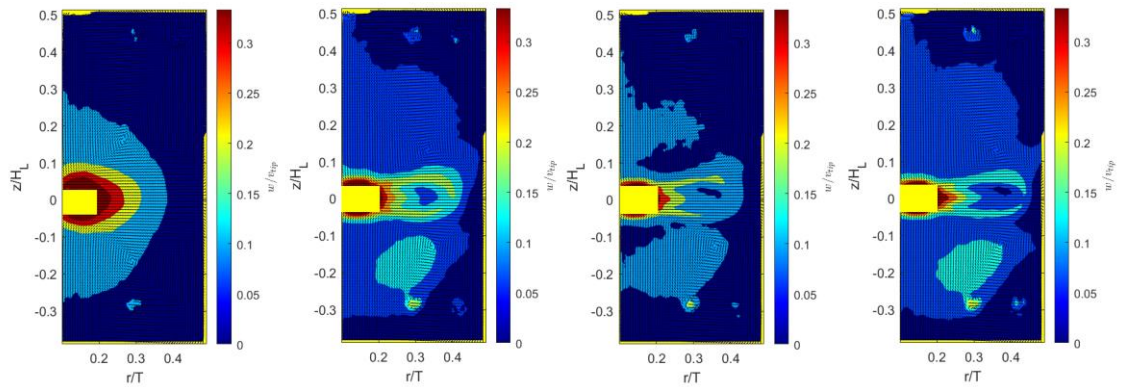


Figura B. 10: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con miscela 50 wt% alle velocità di agitazione 100, 300, 350 e 450 rpm (da sinistra verso destra)

Pluronic 40 wt%

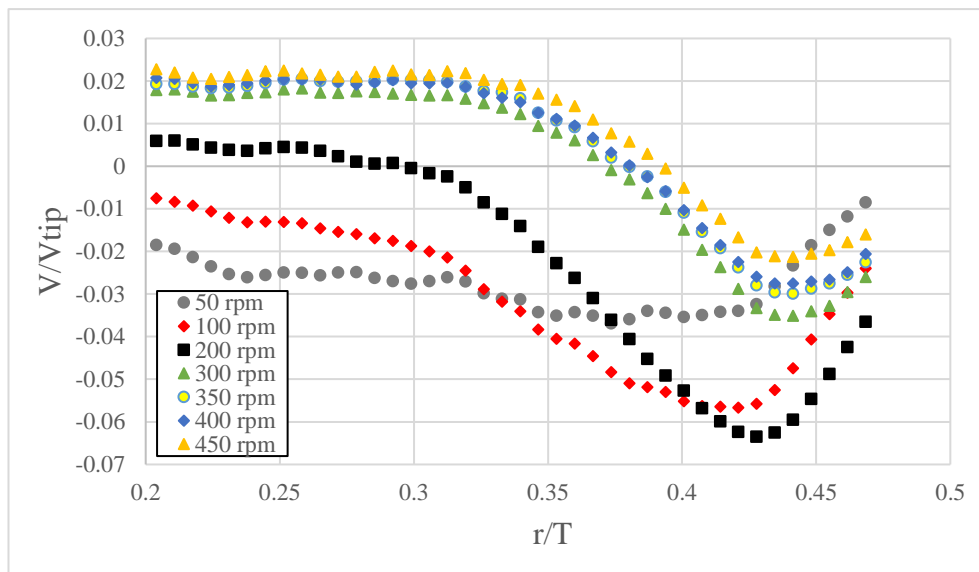


Figura B. 11: Profili radiali medi V/V_{tip} della miscela 40 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione.

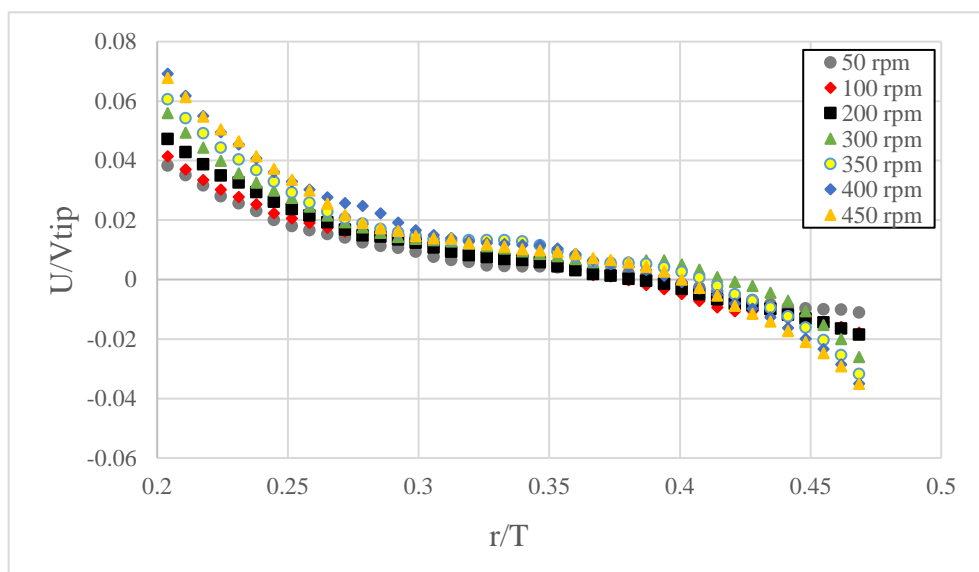


Figura B. 12: Profili radiali medi U/V_{tip} della miscela 40 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

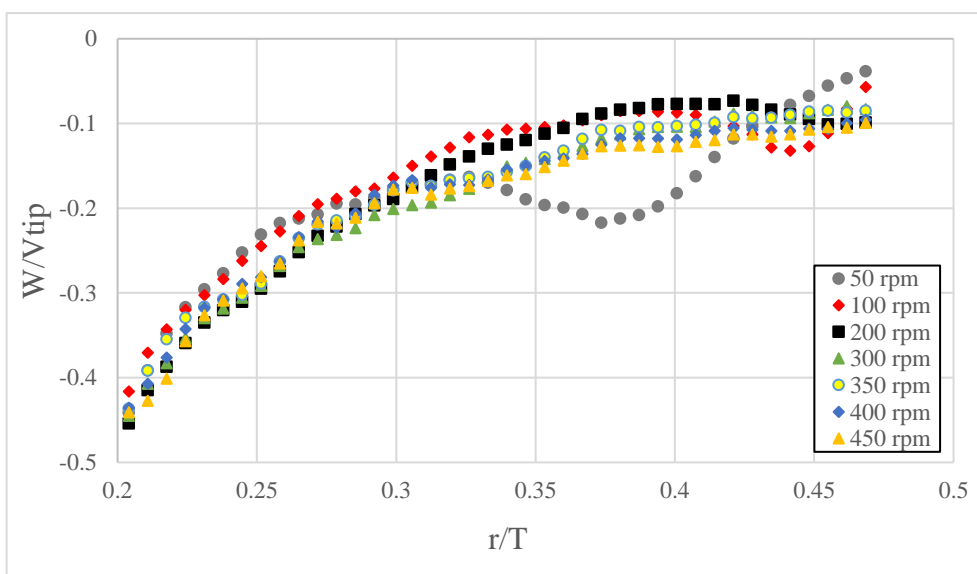


Figura B. 13: Profili radiali medi W/N_{tip} della miscela 40 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

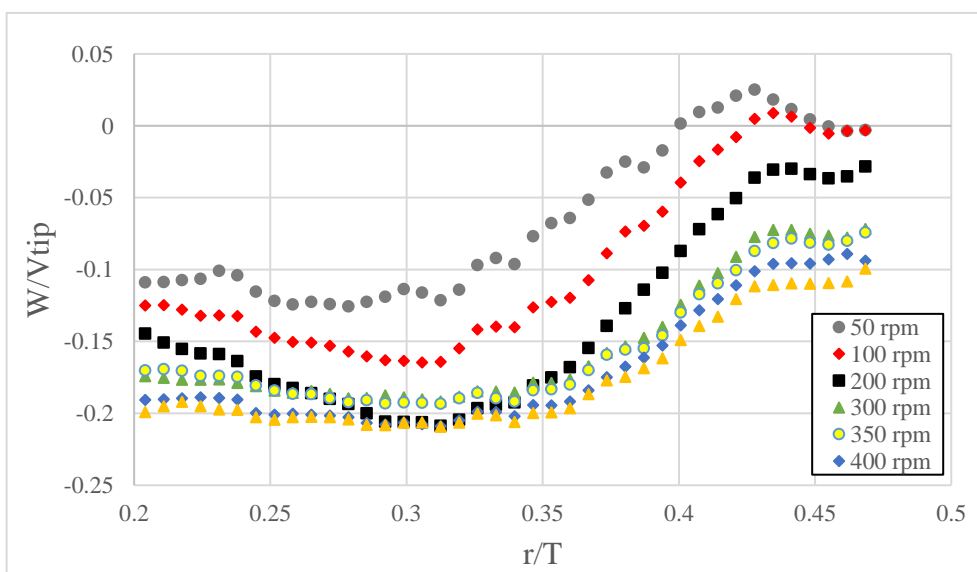


Figura B. 14: Profili radiali medi W/N_{tip} della miscela 40 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione.

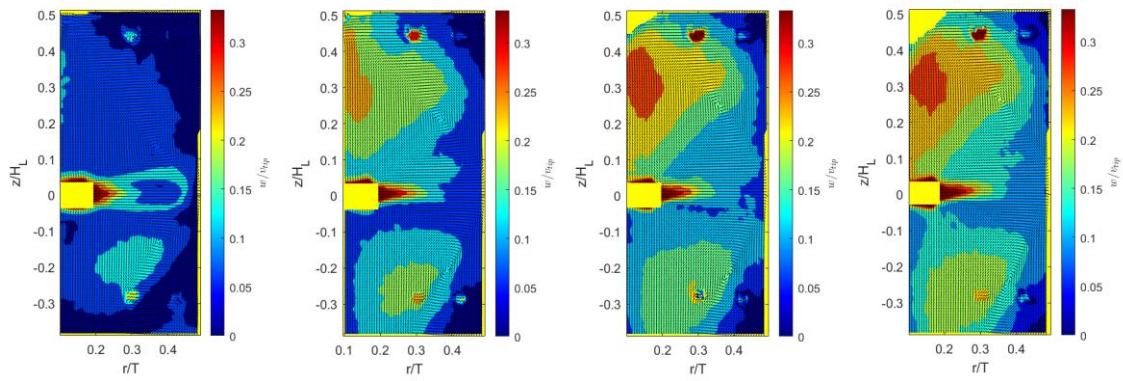


Figura B. 15: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con miscela 40 wt% alle velocità di agitazione 100, 300, 400 e 450 rpm (da sinistra verso destra)

Pluronic 30 wt%

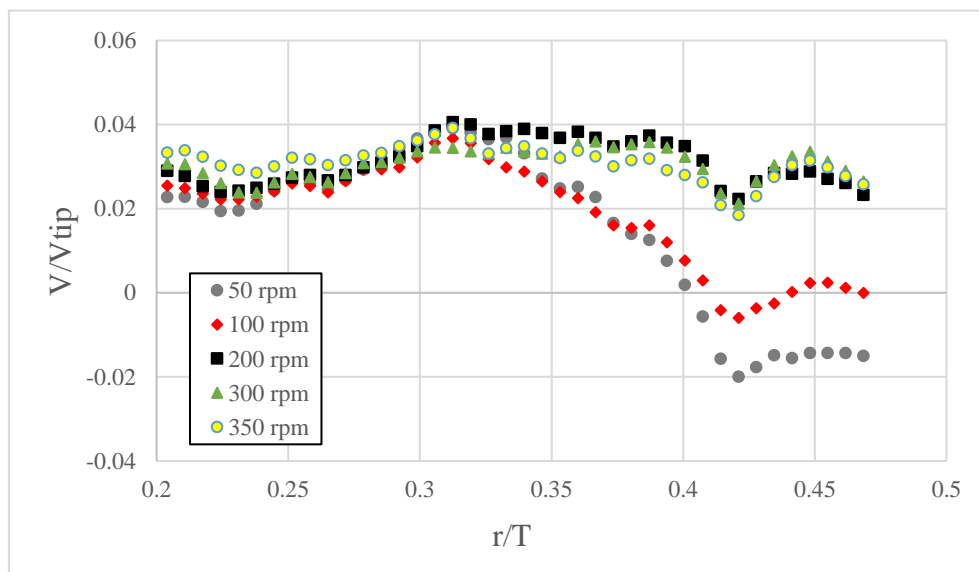


Figura B. 16: Profili radiali medi V/V_{tip} della miscela 30 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione.

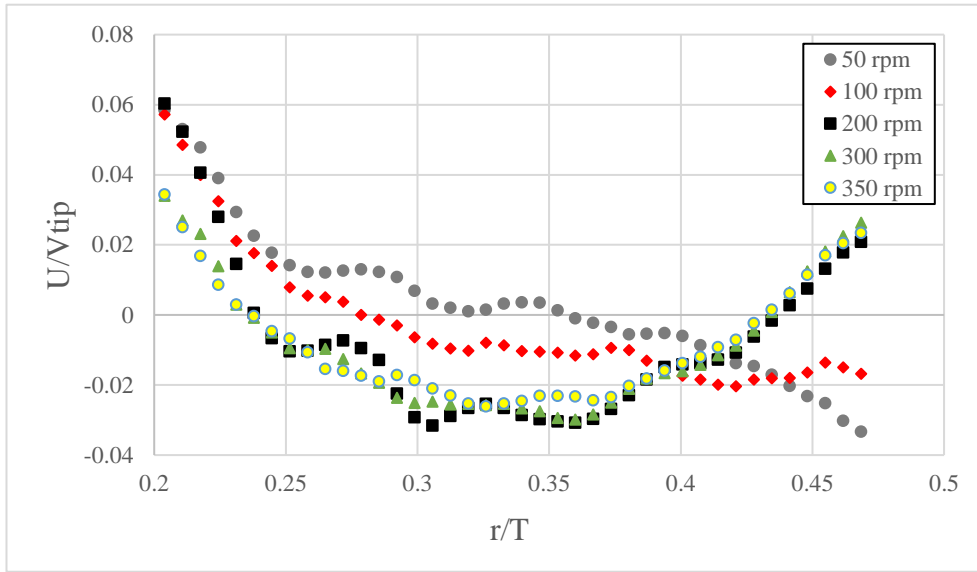


Figura B. 17: Profili radiali medi U/V_{tip} della miscela 30 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

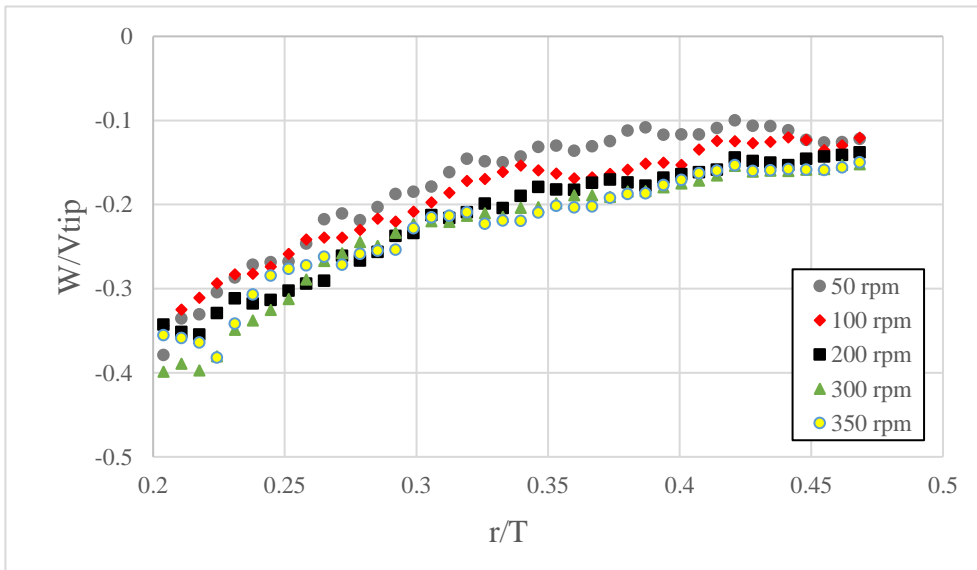


Figura B. 18: Profili radiali medi W/V_{tip} della miscela 30 wt% sulla girante a diverse velocità di agitazione.

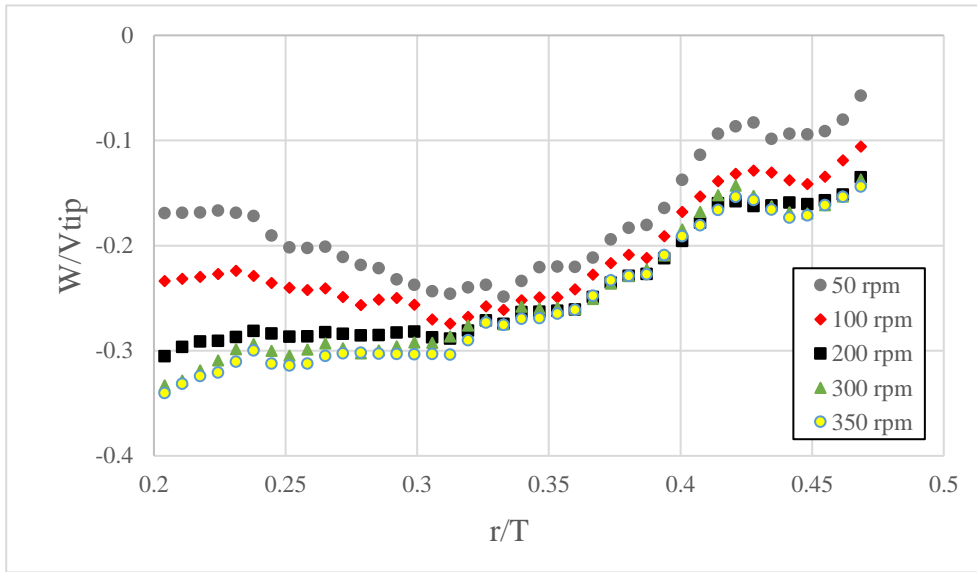


Figura B. 19: Profili radiali medi W/V_{tip} della miscela 30 wt% sul fondo a diverse velocità di agitazione.

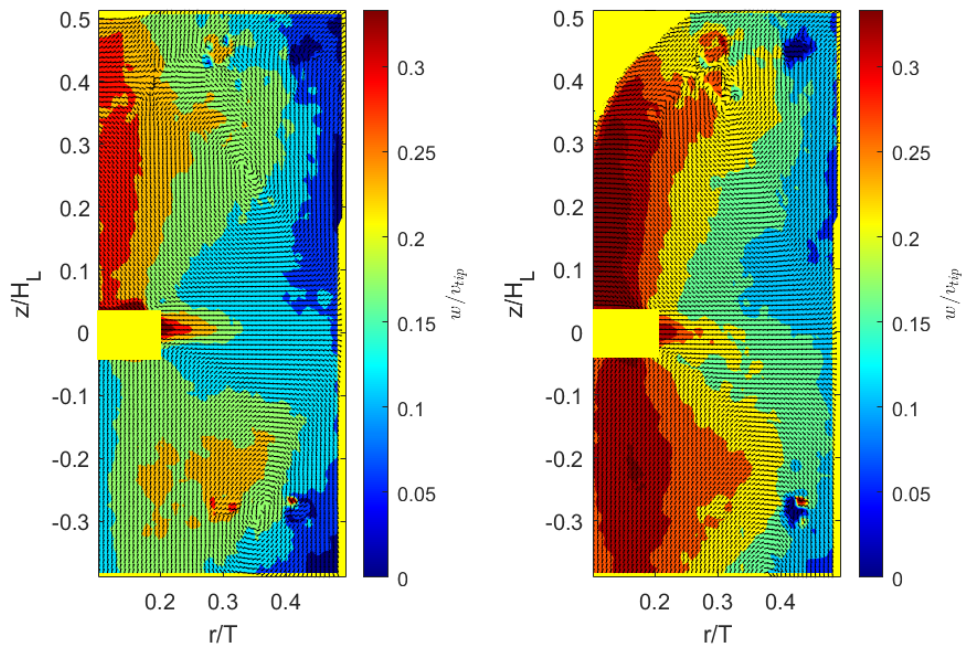


Figura B. 20: Mappe vettoriali 3D del sistema riempito con miscela 30 wt% alle velocità di agitazione 100 e 350 rpm (da sinistra verso destra)

Confronto

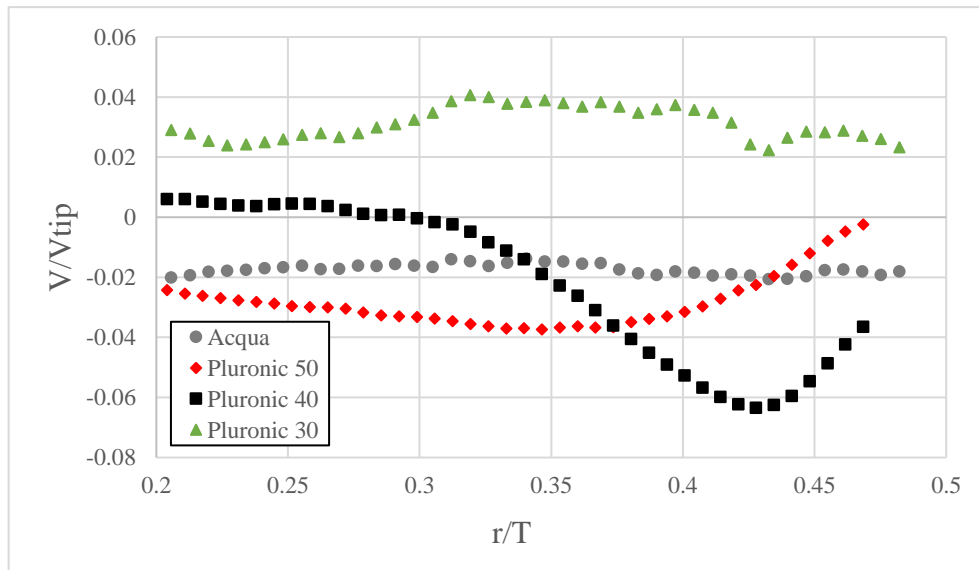


Figura B. 21: Profili radiali medi V/V_{tip} a 200 rpm sul fondo per i diversi fluidi.

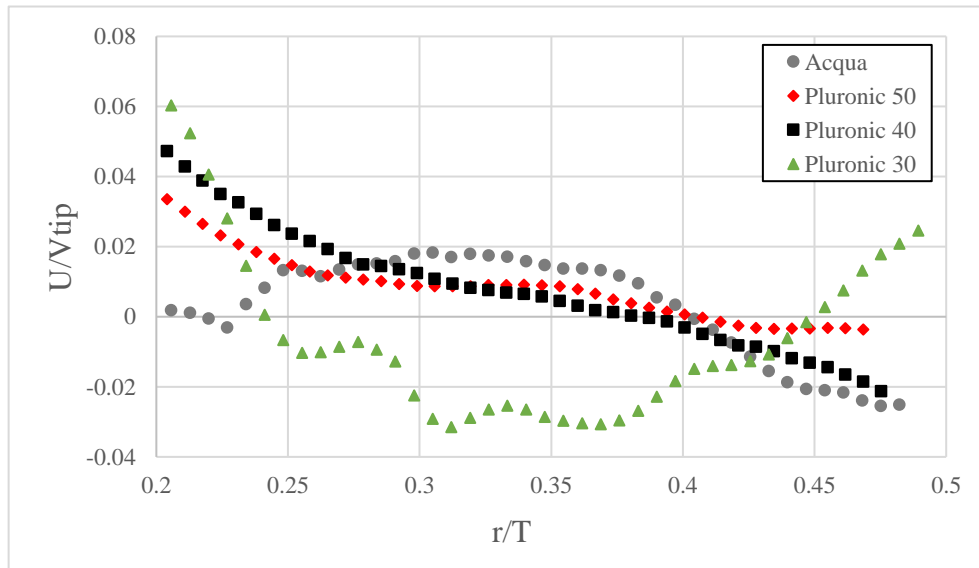


Figura B. 22: Profili radiali medi U/V_{tip} a 200 rpm sulla girante per i diversi fluidi.

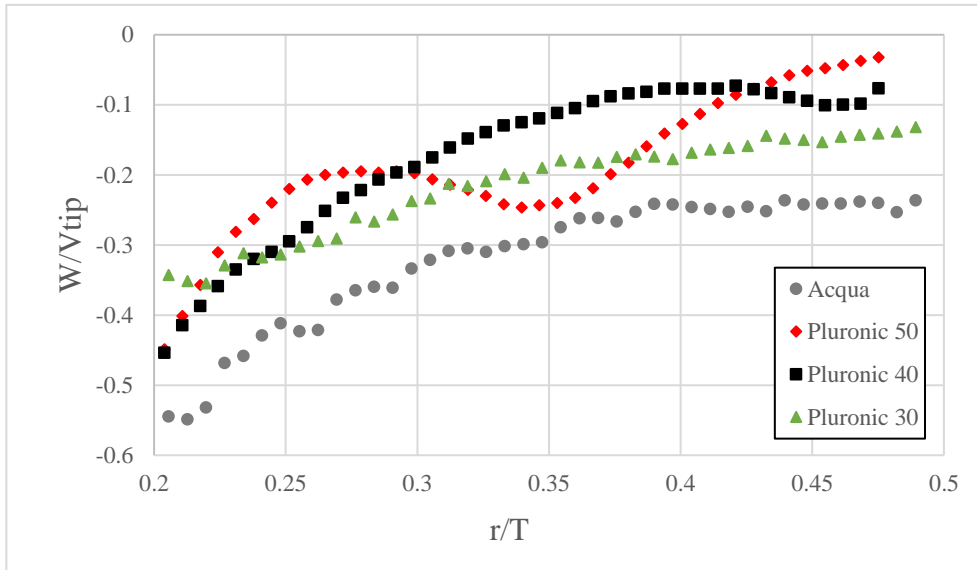


Figura B. 23: Profili radiali medi W/V_{tip} a 200 rpm sulla girante per i diversi fluidi.

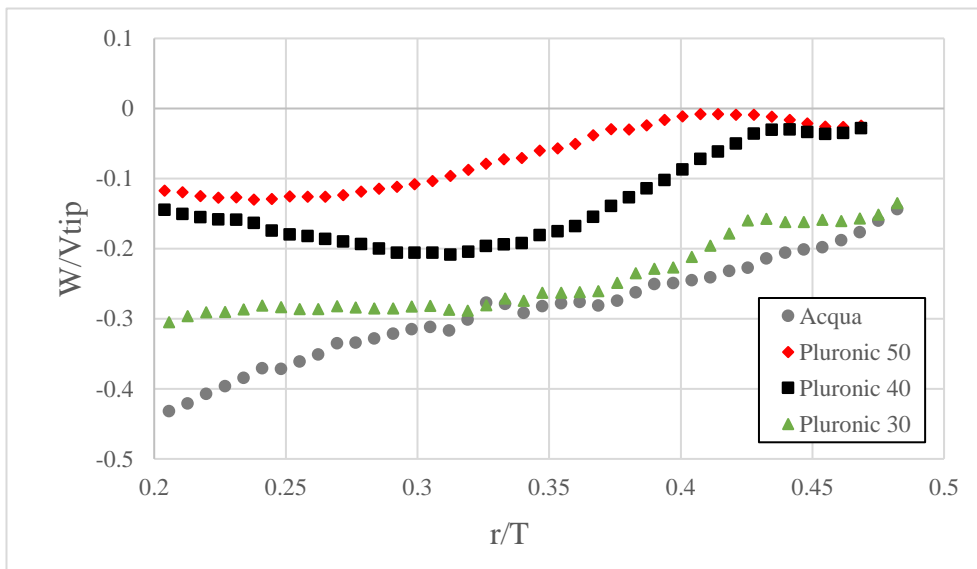


Figura B. 24: Profili radiali medi W/V_{tip} a 200 rpm sul fondo per i diversi fluidi.