

**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

**CARATTERIZZAZIONE FLUIDODINAMICA DI UN  
DIGESTORE ANAEROBICO MODELLO TRAMITE  
TECNICHE DI DIAGNOSTICA OTTICA**

Tesi di laurea sperimentale

**CANDIDATO**

Annalisa Perini

**RELATORE**

**Prof.ssa** Giuseppina Montante

**CORRELATORI**

**Prof.** Alessandro Paglianti

**Prof.** Federico Alberini



## ABSTRACT

L'aumento del consumo di energia globale e le problematiche legate all'inquinamento stanno rendendo indispensabile lo spostamento verso fonti di energia rinnovabile. La digestione anaerobica rappresenta una possibile soluzione in quanto permette di produrre biogas da biomassa organica di scarto ma, l'ottimizzazione del processo risulta difficoltosa a causa delle numerose variabili chimiche, biologiche, fisiche e geometriche correlate. Nel presente elaborato, concentrandosi sulle problematiche relative alla miscelazione interna, è stata investigata la fluidodinamica interna di un reattore modello ottenuto tramite scale-down di un digestore anaerobico industriale che presentava problemi di sedimentazione di sostanza solida sul fondo del reattore. Tramite tecniche di diagnostica ottiche, è stato studiato il movimento del fluido, prima utilizzando acqua demineralizzata e poi una soluzione di gomma di xantano come fluido di processo, al fine di studiare il campo di moto medio interno al reattore. Le tecniche utilizzate sono la Particle Image Velocimetry (PIV) e la Planar Laser Induced Fluorescence (PLIF). Al fine di rendere il sistema investigato il più rappresentativo possibile del digestore industriale, è stato utilizzato come fluido di processo per alcune delle prove raccolte, una soluzione acquosa 1,0g/kg di gomma di xantano, le cui proprietà reologiche sono state investigate grazie ad un Reometro Anton Paar MCR 301.

The increase in global energy consumption and the problems related to pollution are making it essential to move towards renewable energy sources. Anaerobic digestion represents a possible solution as it allows the production of biogas from organic waste biomass, but the optimization of the process is difficult due to the numerous chemical, biological, physical and geometric variables related. In the present work, focusing on the problems related to internal mixing, the internal fluid dynamics of a reactor obtained through the scale-down of an industrial anaerobic digester which presented solid sedimentation problems on the bottom of the reactor was investigated. Through optical techniques, the movement of the fluid was studied, first using demineralized water and then a solution of xanthan gum as process fluid, in order to study the mean flow field inside the reactor. The techniques used are Particle Image Velocimetry (PIV) and Planar Laser Induced Fluorescence (PLIF). In order to make the investigated system as representative as possible of the industrial digester, an aqueous solution 1.0g / kg of xanthan gum was used as the process fluid for some of the collected tests, whose rheological properties were investigated thanks to an Anton Paar MCR 301 Rheometer.

# INDICE

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1.INTRODUZIONE</b> .....   | <b>6</b>  |
| 1.1 Fluidodinamica e miscelazione in reattori meccanicamente agitati .....    | 6         |
| 1.1.1 Classificazione dei principali agitatori .....                          | 9         |
| 1.1.2 Parametri caratteristici degli agitatori.....                           | 10        |
| 1.1.3 Campi di moto in sistemi monofasici monogirante .....                   | 11        |
| 1.1.4 Campi di moto in sistemi monofasici multigirante.....                   | 12        |
| 1.2 L'importanza della miscelazione nella digestione anaerobica .....         | 13        |
| 1.3 Il digestore anaerobico industriale.....                                  | 19        |
| <b>2.MATERIALI E METODI</b> .....   | <b>20</b> |
| 2.1 Criteri di scale-down utilizzati.....                                     | 21        |
| 2.2 Principi di funzionamento della tecnica PIV .....                         | 24        |
| 2.2.1 Sorgenti laser .....  | 28        |
| 2.2.2 Particelle di tracciante.....   | 31        |
| 2.2.3 Telecamere.....   | 33        |
| 2.3 Principi di funzionamento della tecnica PLIF .....                        | 35        |
| 2.3.1 Scelta del colorante fluorescente .....                                 | 36        |
| 2.3.2 Procedura di acquisizione dei dati sperimentali .....                   | 37        |
| 2.4 Reometro.....   | 37        |
| 2.4.1 Test rotazionale.....   | 38        |
| 2.4.2 Test oscillatorio.....  | 40        |
| 2.4.3 Altri parametri misurabili .....  | 40        |
| 2.5 Gomma di xantano.....   | 40        |
| 2.5.1 Produzione .....  | 41        |
| 2.5.2 Struttura chimica.....  | 41        |
| 2.5.3 Proprietà.....  | 42        |
| 2.5.4 Proprietà reologiche delle soluzioni acquose di gomma di xantano.....   | 46        |
| <b>3.CONFIGURAZIONI INDAGATE E METODOLOGIE DI ACQUISIZIONE DEI DATI</b> ..... | <b>49</b> |
| 3.1 Configurazione del reattore .....   | 49        |
| 3.2 Acquisizione dei dati sperimentali.....                                   | 50        |
| 3.2.1 Acquisizione con tecnica PIV .....                                      | 50        |
| 3.2.1.1 Acquisizione su piani orizzontali.....                                | 51        |
| 3.2.1.2 Acquisizione su piani verticali.....                                  | 53        |
| 3.2.1.3 Concentrazione ottimale di particelle di tracciante.....              | 54        |
| 3.2.1.4 Numero di immagini da acquisire .....                                 | 55        |
| 3.2.1.5 Determinazione dell'intervallo temporale tra due impulsi laser.....   | 55        |



|           |  |            |
|-----------|--|------------|
| 3.2.2     | Acquisizione con tecnica PLIF .....  | 56         |
| 3.2.3     | Preparazione delle soluzioni di gomma di xantano .....   | 57         |
| 3.2.4     | Acquisizioni con reometro .....  | 57         |
| <b>4.</b> | <b>PROCEDURA PER L'ELABORAZIONE DEI DATI ACQUISITI .....</b>   | <b>59</b>  |
| 4.1       | Elaborazione delle immagini PIV .....  | 59         |
| 4.2       | Sistema di riferimento adottato nelle immagini PIV .....   | 60         |
| 4.2.1     | Sistema di riferimento sul piano orizzontale .....   | 60         |
| 4.2.2     | Sistema di riferimento sul piano verticale .....   | 61         |
| 4.3       | Elaborazione delle immagini PLIF .....   | 62         |
| 4.4       | Elaborazione dei dati ottenuti dal reometro .....  | 64         |
| <b>5.</b> | <b>RISULTATI SPERIMENTALI .....</b>  | <b>65</b>  |
| 5.1       | Misure preliminari e identificazione dei parametri di misura .....   | 65         |
| 5.1.1     | Determinazione del tempo tra gli impulsi laser .....   | 65         |
| 5.1.2     | Determinazione del numero di immagini ottimale .....   | 69         |
| 5.2       | Parametri reologici di una soluzione acquosa di gomma di xantano.....  | 72         |
| 5.3       | Analisi del campo di velocità nel reattore con acqua come fluido di processo .....                                     | 77         |
| 5.4       | Analisi del campo di velocità nel reattore con una soluzione acquosa di gomma di xantano come fluido di processo ..... | 84         |
| 5.5       | Misure per determinare la qualità di miscelazione .....  | 96         |
| <b>5.</b> | <b>CONCLUSIONI .....</b>   | <b>99</b>  |
|           | <b>BIBLIOGRAFIA .....</b>  | <b>100</b> |

# 1. INTRODUZIONE

## 1.1 Fluidodinamica e miscelazione in reattori meccanicamente agitati

La conoscenza dettagliata della fluidodinamica di un sistema agitato è fondamentale per poter interpretare il funzionamento dei reattori agitati reali e per effettuare il passaggio di scala nella progettazione degli apparati industriali; inoltre, permette di individuare l'eventuale presenza di zone stagnanti che non contribuiscono attivamente alla miscelazione interna al reattore.

I fluidi svolgono un ruolo centrale nei processi biologici poiché la maggior parte dei requisiti fisici, delle trasformazioni chimiche e biologiche, avvengono in una fase fluida. Poiché il comportamento dei fluidi dipende in larga misura dalle loro caratteristiche fisiche, la conoscenza delle proprietà dei fluidi e delle tecniche per la loro misurazione è fondamentale. I fluidi nei processi biologici spesso contengono solidi sospesi, sono costituiti da più di una fase e hanno proprietà non-Newtoniane; tutte queste caratteristiche complicano l'analisi del comportamento del flusso e presentano molte sfide nella progettazione dei reattori. Nei bioreattori, le proprietà dei fluidi giocano un ruolo chiave nel determinare l'efficacia della miscelazione, della dispersione del gas, del trasferimento di massa e del trasferimento di calore. Insieme, questi parametri, possono esercitare un'influenza significativa sulla produttività del sistema e sul successo dello scale-up dell'apparecchiatura (Doran, 2013).

Le informazioni preliminari riguardanti la fluidodinamica all'interno di un reattore agitato fornite in questo paragrafo, derivano dal testo "Bioprocess engineering principles, second edition" di Pauline M. Doran.

Al fine di poter comprendere il moto di un fluido all'interno di una condotta, di un reattore o di un altro tipo di apparecchiatura, occorre prima fornire alcune definizioni generali:

- **Linee di flusso:** permettono di rappresentare il movimento e la variazione della velocità di un fluido. Come è possibile osservare dalla figura 1.1, le linee di flusso vengono rappresentate equidistanti e parallele per indicare una velocità costante (a), mentre, in presenza di un oggetto che modifica il moto del fluido, la distanza tra le linee di flusso viene diminuita per indicare che la velocità in alto ed in basso rispetto all'oggetto è maggiore di quella osservabile davanti e dietro ad esso.

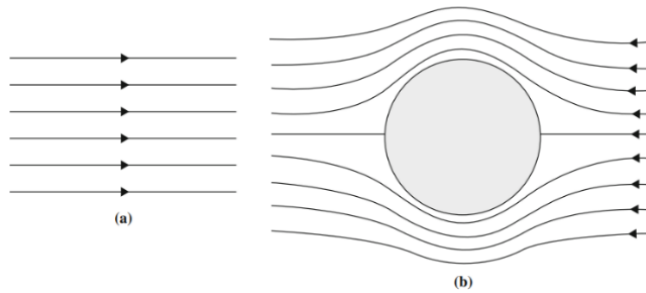


Figura 1.1: rappresentazione di linee di flusso con velocità costante (a) e in caso di disturbo del fluido da parte di un oggetto (b)

Anche se le linee di flusso suggeriscono la presenza di un flusso continuo, le singole particelle all'interno del fluido possono muoversi in modo irregolare; più lento è il moto del fluido, più le linee di flusso sono rappresentative del moto reale. Se il flusso del fluido è lento, esso viene definito flusso "laminare" mentre se il flusso del fluido è veloce, viene definito "turbolento", il quale è caratterizzato dalla formazione di regioni locali in cui il fluido presenta un movimento rotazionale, chiamate "vortici".

- Numero di Reynolds: è un parametro utilizzato per caratterizzare il regime di moto del fluido all'interno dell'apparecchiatura.

Per reattori agitati attraverso agitazione meccanica, il numero di Reynolds ( $Re_i$ ), è definito dall'equazione che segue:

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

Dove:

$Re_i$ = numero di Reynold riferito all'agitatore

$N$ = velocità di agitazione

$D$ = diametro dell'agitatore

$\rho$ = densità del fluido

$\mu$ = viscosità del fluido

Attraverso il numero di Reynolds è possibile definire la transizione da moto laminare a turbolento, che dipende infatti non solo dalla velocità del fluido, ma anche dalla sua viscosità e dalla geometria del sistema in cui il fluido scorre. Il fluido in reattori agitati può essere definito come laminare o turbolento in funzione del numero di Reynolds dell'agitatore. È di uso comune considerare per  $Re_i < 10$  un regime di moto laminare, e per  $Re_i > 10^4$  un regime turbolento; in molti reattori agitati,  $Re_i$  risulta compreso nell'intervallo  $10 \leq Re_i \leq 10^4$  che si definisce come regime di transizione. Concettualmente, il numero di Reynolds rappresenta il rapporto tra forze inerziali e

forze viscosse all'interno del fluido: è proprio il rapporto tra queste forze che determina se un flusso rimane in regime laminare o diventa turbolento. Se, ad esempio, il moto di una particella di fluido viene disturbato verso una nuova direzione del flusso per effetto dell'introduzione di un oggetto, occorre considerare le due forze contrastanti che determinano se il fluido cambierà moto o meno. Da un lato, l'inerzia della particella, che è correlata alla sua massa e velocità, tenderà a portarlo nella nuova direzione. Tuttavia, la particella è soggetta a forze viscosse dovute alla presenza del fluido circostante. Queste forze viscosse tendono a smorzare i cambiamenti di moto del fluido facendo conformare la particella al movimento delle regioni di flusso limitrofe. Per numeri di Reynolds molto bassi si ha una prevalenza delle forze viscosse su quelle inerziali: anche in presenza di un ostacolo che interferisce col moto del fluido, la prevalenza di queste forze viscosse impedisce che ci siano modificazioni consistenti del moto e si osserva infatti che le linee di flusso interrotte dall'oggetto si riformano rapidamente al di là di esso. Come risultato, viene mantenuto il regime di moto laminare. Con l'aumento del numero di Reynolds, le forze inerziali diventano preponderanti rispetto a quelle viscosse, e si possono quindi osservare numerose perturbazioni nel moto investigato: a causa dell'oggetto presente si possono originare zone con vortici indicativi proprio di un regime turbolento.

La miscelazione è un'operazione fisica unitaria che permette di ridurre il grado di disomogeneità all'interno di un fluido eliminando gradienti di concentrazione, temperatura e altri parametri; questo è solitamente ottenuto grazie all'agitazione che consente di movimentare il materiale da un punto all'altro del sistema attraverso l'uso di agitatori con geometria specifica. In questo capitolo, considerando soltanto la tecnica di miscelazione più comune, ossia quella che prevede l'utilizzo di un agitatore meccanico, vengono descritti i componenti principali di un reattore agitato meccanicamente e i parametri caratteristici con i quali viene descritta l'operazione di miscelazione, limitandoci però a considerare sistemi di geometria semplice. Il tipico sistema in cui viene realizzata l'operazione di miscelazione è costituito da un recipiente cilindrico verticale, da uno o più dispositivi per l'agitazione, da condotti di uscita ed entrata che permettono l'alimentazione ed il prelievo del materiale ed, eventualmente, da apparati che provvedono allo scambio termico. In base al tipo di processo considerato, è possibile osservare diverse geometrie sviluppate per lo studio della miscelazione: queste variazioni comprendono sia la geometria del reattore, che la geometria del sistema di agitazione e il suo posizionamento.

Il regime di moto nel reattore dipenderà, oltre che dalle caratteristiche e dalla velocità dell'agitatore, anche dalle proprietà fisiche del fluido da mescolare. Generalmente, nelle applicazioni a viscosità medio-bassa e alle usuali velocità di rotazione dei sistemi di agitazione, il moto è turbolento. In queste condizioni il momento trasmesso dall'agitatore al liquido è sufficiente affinché esso circoli nel reattore e ritorni all'agitatore stesso. In questa condizione i processi diffusivi turbolenti risultano presenti in tutto il reattore, ma sono massimi nelle vicinanze dell'agitatore. Al contrario, nel regime laminare il moto è regolare, senza la presenza di vortici. Risulta ovvio che i fenomeni di miscelazione in regime turbolento siano molto più consistenti di quelli presenti nel moto laminare. La presenza di un regime di moto turbolento risulta fondamentale per ottenere una miscelazione efficace e anche trasferimenti di massa e calore all'interno del fluido.

Criterio fondamentale per ottenere una soddisfacente miscelazione del fluido, è scegliere il corretto sistema di agitazione; i parametri che guidano la scelta di un sistema di agitazione comprendono l'ottenimento di una buona efficienza di mescolamento e la minimizzazione dei costi energetici associati.

Di seguito, è presentata una breve classificazione e caratterizzazione dei principali tipi di agitatori meccanici in commercio. Le informazioni in merito derivano dal testo "Handbook of industrial mixing, science and practice" di Wiley et al, 2004.

### **1.1.1 Classificazione dei principali agitatori**

Il moto del fluido all'interno di un reattore agitato è determinato dalla geometria dell'agitatore, da quella del reattore e dalle caratteristiche del fluido stesso; esistono tre diversi elementi direzionali al flusso: il movimento rotazionale (attorno all'albero della girante), il movimento radiale (dall'asse dell'albero della girante fino al bordo laterale del reattore e indietro) e il movimento assiale (dal basso verso l'alto lungo l'altezza del reattore). Un agitatore efficiente causerà movimento in tutte e tre queste direzioni, ma in base alla sua geometria specifica, alcune componenti saranno più rilevanti di altre (Doran, 2013).

Gli agitatori possono essere inizialmente divisi in:

- agitatori veloci: sono caratterizzati da un rapporto  $D/T$  (diametro dell'agitatore/diametro del reattore) pari a 0.2-0.5. L'aggettivo "veloci" è legato al fatto che, affinché si raggiunga un buon grado di miscelazione in tutto il sistema, è necessario lavorare a velocità di rotazione relativamente alte.

Questi agitatori sono principalmente utilizzati con fluidi di viscosità medio-bassa.

In base al campo di moto generato dal loro movimento, tra gli agitatori veloci possiamo inoltre distinguere:

- agitatori a flusso assiale: il flusso generato è essenzialmente di tipo assiale, con formazione di correnti parallele all'albero della girante; vengono principalmente utilizzati nei processi in cui è necessaria la sospensione di solidi.
  - agitatori a flusso radiale: il flusso generato da questi agitatori, tranne che per la componente tangenziale, è essenzialmente di tipo radiale; vengono utilizzati nei processi in cui è necessario massimizzare la superficie di scambio interfacciale e provocano una elevata turbolenza, specialmente nelle vicinanze dell'agitatore stesso.
  - agitatori "hydrofoil": sono agitatori assiale a profilo ottimizzato e sono utilizzati nei campi in cui è necessario un basso sforzo di taglio.
  - agitatori ad alto sforzo di taglio: sono agitatori che lavorano ad alta velocità di rotazione e sono utilizzati per l'aggiunta di una seconda fase in processi di frantumazione, di dispersione di pigmenti e di creazioni di emulsioni.
- Agitatori lenti: sono caratterizzati da un rapporto D/T prossimo all'unità e vengono solitamente installati in reattori privi di setti frangivortice. La loro funzione principale è quella del rimescolamento lento e del rinnovo del liquido soprattutto in prossimità delle pareti del recipiente in cui è posizionato l'agitatore. Questi agitatori vengono tipicamente impiegati con fluidi aventi un'alta viscosità. Tra gli agitatori lenti troviamo:
- Agitatori tangenziali puri: hanno una particolare struttura verticale e, gli eventuali moti verticali, sono realizzati soltanto da circolazioni secondarie.
  - Agitatori ad elica: grazie alla loro particolare geometria consentono un rimescolamento del fluido grazie a consistenti moti verticali e tangenziali.

### 1.1.2 Parametri caratteristici degli agitatori

Per definire la fluidodinamica globale di un sistema agitato, occorre fare riferimento ad alcuni parametri; tra i numerosi possibili, in questo elaborato sono stati considerati nello specifico:

- Velocità di bordo della girante ( $V_{tip}$ ):

la velocità tangenziale di bordo della girante,  $V_{tip}$ , è la velocità lineare massima raggiungibile dal fluido all'interno del reattore. Fornisce indicazioni sul gradiente massimo di velocità a cui può essere sottoposto il fluido agitato.

Viene calcolata come:

$$V_{tip} = \pi ND \quad (1.2)$$

Dove:

N= velocità di agitazione della girante in (rps)

D= diametro dell'agitatore

- Tempo di miscelazione:

è definito come il tempo necessario affinché un tracciante venga adeguatamente disperso all'interno dell'apparato operante in discontinuo. Il suo valore dipende da numerosi fattori, tra cui il tipo di tracciante utilizzato, la posizione scelta per l'aggiunta del tracciante, la dimensione della zona o del campione considerata per definire il grado di omogeneità e il criterio di omogeneità assunto, ma è un parametro largamente utilizzato nella pratica.

### 1.1.3 Campi di moto in sistemi monofasici monogirante

In base al tipo di agitatore utilizzato, sarà possibile osservare un diverso campo di moto del fluido all'interno del reattore. Come anticipato precedentemente, gli agitatori possono indurre in corrispondenza della girante, un campo di moto prevalentemente di tipo assiale o radiale:

- Campo di moto radiale: è generato da agitatori che presentano lame allineate in maniera parallela all'albero della girante (Doran, 2013). Un esempio di sistema di circolazione indotto da un agitatore veloce a flusso radiale è riportato in figura 1.2

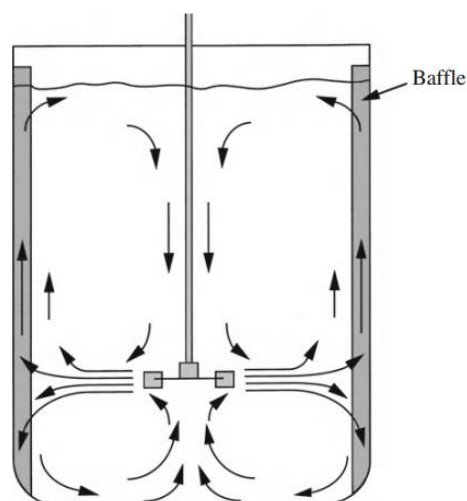
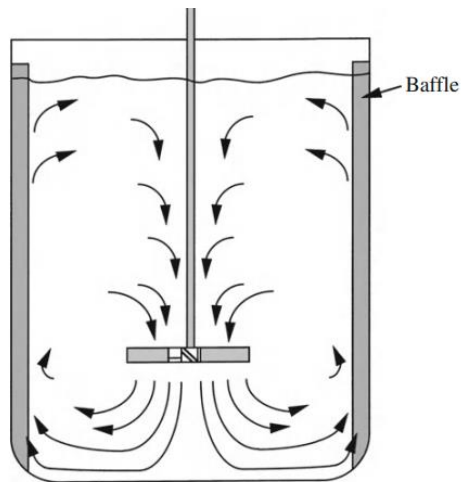


Figura 1.2: campo di moto da un agitatore veloce a flusso radiale all'interno di un reattore dotato di setto frangivortice (Doran, 2013).

Dalla figura 1.2 è possibile notare come il liquido sia movimentato in direzione radiale dall'agitatore verso le pareti del reattore, dove si divide in due direzioni distinte: una verso l'alto e una verso il basso: questi due flussi raggiungono infine l'asse centrale del reattore e vengono richiamati verso l'agitatore. Le giranti a flusso radiale impartiscono un movimento circolare del fluido che deve essere ridotto con frangivortice.

- Campo di moto assiale: è generato da agitatori con lame inclinate che formano un angolo inferiore a  $90^\circ$  con il piano di rotazione; il flusso assiale è necessario nel caso di miscelazione di fluidi contenenti sostanze solide in quanto permette una migliore

sospensione. Un esempio di campo di moto indotto da un agitatore assiale è riportato in figura 1.3.



*Figura 1.3: campo di moto prodotto da un agitatore a flusso assiale in un reattore con setto frangivortice (Doran, 2013)*

Dalla figura 1.3 è chiaramente visibile come il getto di fluido in uscita dalla girante venga spinto verso il basso fino ad essere poi deflesso dal fondo del reattore: il flusso si propaga su tutto il fondo del reattore per poi risalire verso l'alto lungo le pareti prima di essere richiamato verso la girante. Anche in questo caso è preferibile avere un reattore provvisto di setto frangivortice a causa del movimento rotazionale generato dall'agitatore.

#### **1.1.4 Campi di moto in sistemi monofasici multigirante**

Quando un singolo agitatore non riesce più a garantire una buona capacità di miscelazione vengono utilizzati più agitatori inseriti sul medesimo albero. Il moto è in questo caso influenzato non solo dal numero di agitatori introdotti, ma anche dalla distanza a cui questi si pongono: se la distanza tra gli agitatori è sufficientemente elevata, è possibile considerare ciascuna girante come indipendente dalle altre; se si riduce invece la distanza, si ha un cambiamento significativo del campo di moto: i singoli anelli di circolazione originati da ciascuna girante tendono a diventare meno definiti a mano a mano che la distanza tra le giranti diminuisce, fino a formare i due classici anelli di circolazione caratteristici di una sola girante.



## 1.2 L'importanza della miscelazione nella digestione anaerobica

L'aumento della richiesta di energia globale e dell'inquinamento dei giorni nostri sono problematiche cruciali che stanno spingendo l'uomo a spostarsi verso fonti di energia rinnovabili cercando di evitare l'utilizzo di fonti fossili. La digestione anaerobica può rappresentare una possibile soluzione: è un processo biologico che permette di ottenere metano da scarti organici come rifiuti animali, rifiuti solidi urbani e scarti di agricoltura; batteri e microorganismi sono in grado di decomporre la materia organica in composti più semplici fino ad ottenere come prodotti finali metano (55-70%) e CO<sub>2</sub> (25-30%) (Deublein et al, 2011).

I processi di digestione anaerobica possono ridurre in maniera significativa le emissioni di gas serra, specialmente quelle riconducibili al metano prodotto da scarti organici che vengono depositati in discarica; per questo motivo il processo è stato attivamente studiato negli ultimi anni per la possibilità di utilizzarlo come bio-processo per lo smaltimento di rifiuti organici (Singh et al, 2019).

Gli scarti agricoli hanno un gran potenziale per produrre biogas, ma occorre adattare il bioreattore ad una biomassa più secca e con un maggior contenuto di sostanze solide fibrose: una maggior quantità di sostanza solida può causare una riduzione del trasporto di massa e calore tra i batteri, gli enzimi e il substrato presente nel digestore (Singh et al, 2019).

Definire l'efficienza della digestione anaerobica è molto complesso, poichè dipende da numerosi fattori, tra cui il tipo di substrato utilizzato, il rapporto C/N della materia organica, HRT (Hydraulic Retention Time), pH, temperatura, miscelazione e altri fattori idrodinamici del digestore anaerobico (Singh et al, 2019).

L'agitazione all'interno del sistema è uno dei fattori chiave per garantire l'efficienza del processo perché, una buona agitazione dello slurry permette di ottenere una fornitura omogenea di substrato ai batteri presenti, di mantenere costante il contatto coi microorganismi e inoltre riduce la formazione di intermedi di reazione alternativi al metano.

Un altro fattore per cui la miscelazione risulta fondamentale è sicuramente la sedimentazione: specialmente per materiali organici con alto quantitativo di solido presente, occorre avere una miscelazione efficace per evitare la formazione di cumuli di materiale organico sul fondo del reattore che andrebbero poi a interferire con il processo di digestione. Una corretta miscelazione permette inoltre di avere una omogenea distribuzione della temperatura ed evita la formazione di zone morte all'interno del volume del reattore. Per miscelazione omogenea, si intende cercare di ottenere omogeneità con il minimo input energetico possibile. Lo slurry può essere miscelato

con diverse modalità, tra cui agitazione meccanica, ricircolo dello slurry stesso e ricircolo del metano all'interno del digestore.

Studi di letteratura confermano che l'agitazione meccanica è il metodo di miscelazione più efficiente in termini di consumo energetico (Pagilla et al, 1997).

Numerosi tipi di sistemi di miscelazione ed agitazione meccanica, sono stati studiati al fine di determinare il design ottimale per i digestori anaerobici: la variazione geometrica comprende modifiche della girante, della sua dimensione e angolazione, della sua posizione nel reattore, del numero di agitatori; per studiare il design ottimale occorre però essere consapevoli dell'importanza rivestita dal tipo di substrato e della sua concentrazione nella determinazione dell'efficienza di processo (Singh et al, 2019).

La scelta dell'agitatore dipende infatti fortemente dalla viscosità del fluido, dalla necessità di avere un regime di moto idoneo alla sospensione del solido, dalla struttura geometrica del digestore e da numerosi altri fattori; nella letteratura scientifica, l'analisi del mixing in digestori anaerobici si riferisce prevalentemente alla velocità di miscelazione e ai tempi di miscelazione, mentre una valutazione della geometria degli agitatori è solitamente mancante (Singh et al, 2019).

Occorre inoltre considerare che lo scopo della miscelazione in un digestore anaerobico non è solo quello di garantire l'omogeneità del sistema: è necessario, inoltre, che le condizioni di miscelazione siano compatibili con la creazione di un ambiente favorevole allo sviluppo della popolazione batterica.

L'agitazione meccanica è sicuramente considerata il metodo di miscelazione più efficiente in termini di consumo energetico. L'obiettivo principale di un agitatore è quello di evitare stratificazione, formazione di zone morte nel reattore (zone in cui la miscelazione non è efficiente e che corrispondono quindi a volume del reattore non sfruttato) e deposizione di sostanza solida o anche flottazione del substrato all'interno del digestore; di solito, l'effetto di pompaggio è ottenuto grazie al movimento rotatorio della girante che causa il movimento assiale, radiale e in direzioni intermedie dello slurry. Le velocità riscontrate all'interno del vessel non sono però necessariamente un indicatore della qualità di miscelazione: il fluido può muoversi infatti ad una determinata velocità, ma se anche il fluido nelle immediate vicinanze si muove alla stessa velocità e nella stessa direzione, non si ha miscelazione efficace: in questo caso, il fluido si sposta semplicemente all'interno del reattore (Bridgeman, 2012).

È stato osservato che il comportamento fluidodinamico ideale all'interno di un reattore può variare a causa di numerose ragioni associate con il posizionamento di ingressi ed uscite,

stratificazione e geometria del recipiente. Oltretutto, la presenza di una differenza di viscosità tra i fluidi, può influenzare fortemente il progresso della miscelazione (Meroney et al,2009).

È possibile ad esempio che, nella zona immediatamente vicino alla girante (nel caso in cui il fluido di processo abbia comportamento non-Newtoniano), le lame causino un maggior sforzo di taglio al fluido circostante causando quindi una diminuzione della sua viscosità mentre la viscosità nella massa di fluido rimane invariata, causando quindi problematiche nella miscelazione (Lebranchu et al, 2017).

Numerosi studi dimostrano che, al fine di avere una miscelazione efficace dello slurry, è preferibile avere giranti che generano un forte movimento assiale del fluido: per ottenere questo può essere necessario introdurre più giranti all'interno del vessel; (Shen et al, 2013), dimostra infatti che la configurazione con tre giranti sia preferibile per ottenere un'elevata efficienza di miscelazione. In una indagine condotta in Germania (Gemmeke et al, 2009), è stato osservato che in grandi impianti di produzione di biogas le giranti principalmente usate sono agitatori sommersi (47%), molto più comuni di agitatori a pala (7,4%), agitatori ad albero inclinato (12,9%) e di agitatori a bobina (6,8%). Impianti di grande scala che utilizzano 100% di residuo di colture vegetali come biomassa, combinano di solito agitatori a pala a bassa velocità di rotazione con agitatori sommersi ad alta velocità.

L'utilizzo di agitatori a pala dovrebbe però essere incoraggiato in quanto essi permettono di ottenere una distribuzione più omogenea della viscosità del fluido a minori sforzi di taglio e velocità di agitazione; agitatori a bassa velocità di rotazione sono particolarmente adatti per digestori in scala pilota (Singh et al, 2019). Gli agitatori dovrebbero inoltre essere adattati alla geometria specifica del digestore al fine di ottenere una distribuzione omogenea dello sforzo di taglio in modo che la popolazione microbica rimanga inalterata e, inoltre, ridurre il consumo energetico correlato alla miscelazione e migliorare il moto del fluido: l'agitatore dovrebbe assicurare idealmente una distribuzione uniforme della velocità a bassi sforzi di taglio. Il processo di scale-up di un digestore anaerobico è quindi fondamentale per l'ottimizzazione della miscelazione interna in quanto, se la miscelazione risulta disomogenea all'interno del reattore di scala ridotta, la fluidodinamica interna del reattore industriale sarà sicuramente peggiore (Singh et al, 2019).

Due parametri molto importanti oltre al tipo di agitatore utilizzato sono l'intensità di miscelazione e il tempo di miscelazione: questi, intervengono sull'efficienza del digestore su diversi aspetti. Alte intensità di miscelazione sono adatte durante lo start-up del reattore (Pearce et al, 1991) ma non sono adatte durante la metanogenesi, fase fondamentale del processo di digestione anaerobica.

Una miscelazione eccessiva può aumentare il tasso di idrolisi e fermentazione ma, d'altra parte, le colonie batteriche non sono in grado di convertire i prodotti di fermentazione con la velocità con cui sono prodotti a causa dell'inibizione causata dagli stessi prodotti di fermentazione che quindi riducono la performance complessiva della digestione (Singh et al, 2019).

Il tempo di miscelazione è quello necessario per ottenere omogeneità all'interno del digestore e dipende dalla configurazione geometrica della girante, dalla sua velocità di rotazione, dalle proprietà del fluido e dalla configurazione geometrica del digestore stesso.

Hoffman et al, (2007), hanno condotto un esperimento al fine di comparare diverse intensità di miscelazione a 1500,500,250 e 50rpm per determinare l'effetto della miscelazione sulla popolazione di batteri metanigeni in quattro digestori di laboratorio non settati con volume identico: è stato dimostrato che la diversa velocità di miscelazione non ha effetto sulla produzione di biogas complessiva ma, durante lo start-up, si poteva notare un calo nel tasso di produzione di biogas perché fiocchi di microorganismi venivano distrutti alla velocità di 1500rpm. Questo studio dimostra quindi che velocità di miscelazione troppo elevate causano soltanto uno spreco di energia.

Stafford (1982) studiò l'effetto dell'intensità di miscelazione a 140 e 1000rpm in un digestore agitato meccanicamente con un agitatore magnetico che trattava fanghi derivanti da trattamenti di depurazione primari: è stato osservato che velocità di agitazione basse vicino a 150rpm risultano appropriate per la produzione di biogas, mentre alte velocità vicine a 700rpm causano una diminuzione della produzione.

La velocità di miscelazione, oltre che sulle popolazioni microbiche, ha un importante effetto sulla formazione di schiuma. Una miscelazione non efficiente può causare una separazione di fase solido/liquido con conseguente scarsa degradazione della sostanza organica, inoltre, sostanze tensioattive possono accumularsi all'interfaccia aria/liquido aumentando quindi l'attività superficiale e causando potenzialmente la formazione di schiuma (Pagilla et al, 1997) Una miscelazione eccessiva provoca infatti la presenza di bolle all'interno del bulk della fase, alle quali è facile che si attacchino sostanze idrofobiche e tensioattivi che provocano formazione di schiuma (Scardina et al, 2006).

Shein et al, (2013), hanno misurato differenze significative nel moto del fluido a diverse velocità di agitazione; nell'esperimento condotto, la velocità del fluido raggiunge 0,5m/s per velocità di agitazione di 100rpm ma, non è stata aumentata ulteriormente per evitare la distruzione dei fiocchi di microorganismi presenti. Una zona fortemente turbolenta è stata creata nelle zone vicine all'impeller, a differenza delle zone vicino alle pareti e al fondo del reattore.

Dal grado di agitazione, dipende inoltre la formazione di zone “morte” all’interno del reattore; una zona morta è definita come una zona del volume in cui la velocità rimane al di sotto del 5% della velocità massima raggiungibile all’interno del digestore (Veskivar et al, 2005).

Con una miscelazione inadeguata all’interno del reattore, è possibile avere una prevalenza di zone stagnanti che possono portare ad una scarsa efficienza del processo di digestione; un digestore ideale dovrebbe avere il 100% di volume utile alla miscelazione e nessuna zona morta. Di seguito, vengono riportati risultati sperimentali relativi ad alcuni studi eseguiti per discutere la presenza di zone morte nella miscelazione di digestori anaerobici con diverse configurazioni di agitatori.

Nel caso di turbine Rushton (RT), il 91% del volume del reattore risulta come zona morta e solo nel caso di helical ribbon impeller, la percentuale di zone morte si riduce a 1% (Lebranchu et al, 2017): questo è dovuto al fatto che la RT ha prevalentemente un flusso di tipo radiale, e risulta quindi inefficiente nella miscelazione lungo la coordinata assiale, importante per ottenere omogeneità quando si utilizza una sospensione solida.

La quantità di volume morto aumenta al diminuire della velocità di agitazione, a parità di sostanze solide presenti: aumentando la velocità di agitazione si ha quindi una diminuzione delle zone morte, ma non ci sono indicazioni su una variazione conseguente della produzione di biogas.

Per comprendere in maniera più approfondita l’effetto della geometria dell’agitatore sulla formazione di zone morte, occorre considerare che, agitatori a prevalente flusso radiale, non sono in grado di prevenire la sedimentazione delle particelle solide dello slurry sul fondo del reattore (Tanguy et al, 2005), causando quindi una scarsa miscelazione del fluido; le zone di sedimentazione sono inutilizzabili ai fini della produzione di biogas in quanto non si ha corretta degradazione della materia organica, e possono anche ostacolare la miscelazione del fluido nelle zone adiacenti.

La formazione di zone morte dipende quindi fortemente dalla viscosità dello slurry che aumenta all’aumentare di sostanze solide presenti, ed è influenzata anche dalla geometria dell’agitatore e del digestore stesso. L’unica soluzione attuabile per ridurre la percentuale di volume inutilizzato in un digestore sembra quella di aumentare la velocità di agitazione, ma questa è difficilmente la strada migliore da percorrere in quanto può inficiare sulla salute della popolazione microbica e causare un abbassamento della resa di produzione di biogas e ridurre inoltre l’efficienza energetica del processo. L’utilizzo di agitatori multipli all’interno di un digestore dovrebbe essere considerato perché essi permettono di ottenere una miscelazione più omogenea con una minor velocità di agitazione e consumo energetico. Inoltre, l’utilizzo di giranti a pala

con flusso assiale può aiutare a ridurre le zone stagnanti in quanto permette una miglior sospensione della sostanza solida (Singh et al, 2019).

È possibile quindi concludere che la miscelazione rivesta un ruolo fondamentale nella digestione anaerobica, ma operare una scelta riguardante il metodo di miscelazione più efficace è molto difficile in quanto dipende da numerosi fattori che variano in base al set-up sperimentale considerato.

Possiamo affermare che il processo di ottimizzazione per l'applicazione industriale del processo di digestione anaerobica sia sicuramente un compito difficile, a causa della complessa interazione di variabili biochimiche e fisiche; nel presente lavoro di tesi, le variabili biochimiche non sono state considerate e ci si è concentrati invece sull'investigazione delle caratteristiche idrodinamiche utilizzando un reattore modello sprovvisto di setti frangivortice agitato mediante tre agitatori costituiti ognuno da un albero con sei pale ottenuto tramite scale-down di un digestore anaerobico industriale.

Le conoscenze disponibili sulla miscelazione di fluidi in reattori di dimensioni non convenzionali e non settati sono abbastanza ristrette, portando quindi ad una incertezza riguardo alle regole di scale-up (Montante et al, 2014).

Oltretutto, è possibile aspettarsi differenze significative nelle performance di miscelazione passando dalla scala di laboratorio a quella industriale: ad esempio, la sospensione di solidi pesanti e l'inglobamento di solidi leggeri possono cambiare drasticamente con la scala del bioreattore, in base ai criteri di scale-up utilizzati (Antiemo-Obeng et al, 2004). Le correlazioni identificate nella scala di laboratorio, trattando pochi litri di fluido, possono non essere corrette quando si passa a volumi maggiori da trattare. Inoltre, l'utilizzo di regole di scale-up tipiche come la costanza della potenza specifica o costanza della velocità di bordo della pala della girante ( $V_{tip}$ ) possono portare ad effetti incerti sulla prestazione complessiva del processo (Montante et al, 2014). Sicuramente, nei reattori in scala di laboratorio, la caratterizzazione fluidodinamica risulta più facile in quanto è possibile operare semplificazioni: nella maggioranza dei casi è possibile assumere una completa distribuzione dei solidi e una miscelazione ideale, mentre occorre aspettarsi importanti differenze nella scala industriale.

Lo slurry solido-liquido introdotto nei digestori anaerobici che trattano rifiuti domestici e letame agricolo a umido, può essere modellato come fluido monofase non-Newtoniano, le cui proprietà reologiche variano durante l'evoluzione del processo di digestione (Craig et al, 2013). Al contrario occorre considerare una soluzione bifasica nel caso di residui di biomassa agricola e forestale, le cui caratteristiche chimico-fisiche possono portare ad una significativa

sedimentazione e flottazione; in questi casi è preferibile operare un pretrattamento della biomassa prima della digestione anaerobica (Sharma et al, 1988).

Nel presente lavoro di tesi, al fine di poter indagare la problematica di miscelazione riscontrata in un digestore anaerobico industriale, viene studiata mediante tecniche di analisi ottica la fluidodinamica interna ad un reattore modello ottenuto per scale-down del reattore industriale, sia in caso di fluido newtoniano (acqua demineralizzata) come step di partenza, che nel caso di fluido non-Newtoniano utilizzando una soluzione acquosa di Gomma di xantano ad una concentrazione nota. La soluzione polimerica avrà una viscosità maggiore rispetto all'acqua demineralizzata, permettendoci quindi di avvicinarci alle condizioni di viscosità riscontrabili nel digestore anaerobico industriale per il trattamento di scarti della produzione di mais come quello da cui è stato effettuato lo scale-down del reattore modello utilizzato.

Occorre considerare che le condizioni di laboratorio non saranno mai, nel presente lavoro, paragonabili a quelle industriali, e che l'effetto della maggior viscosità della fase liquida, del contenuto di solidi e possibile sedimentazione, del comportamento non-Newtoniano della fase possono solo aggravare la miscelazione che si osserva nel reattore industriale rispetto alle condizioni semplificate adottate in questo elaborato.

### **1.3 Il digestore anaerobico industriale**

Il lavoro sperimentale oggetto del presente elaborato è stato basato sulla problematica riscontrata in un digestore anaerobico industriale.

Nel digestore in questione, che tratta biomassa proveniente da scarti della produzione di mais per ottenere biogas, si è verificata una drastica riduzione della produzione di metano e, quando l'impianto è stato fermato per provvedere alle operazioni di bonifica, è stata riscontrata la presenza di un accumulo di biomassa sedimentata al di sotto del bocchello di alimentazione.

Secondo le condizioni di progetto, nel digestore sono presenti tre agitatori con geometria con sei turbine su ogni albero; questi alberi ruotano in senso orario e le turbine sono orientate con configurazioni differenti: su ogni albero, le tre turbine inferiori si comportano come turbine "up-pumping" che aspirano la miscela dal basso spingendola verso l'alto, mentre le tre turbine superiori si comportano come "down-pumping" per cui prendono la miscela dall'altro e la spingono verso il basso. Il digestore opera con due agitatori in funzione su tre e ogni 20 minuti la coppia in funzione viene variata.

La configurazione di progetto si è dimostrata inadatta alla miscela bifase trattata: la sospensione di un solido avviene infatti per azione di spinta verso il basso, e non risucchio verso l'altro, in modo che si generi un movimento circolare che richiama altro fluido dall'alto al fondo del reattore. Si può ipotizzare che la configurazione descritta, faciliti la formazione di accumuli di sostanza solida invece che facilitarne la sospensione.

Con un movimento di rotazione di tutti gli alberi in senso orario si osserva inoltre che, tra due alberi consecutivi, si viene a creare una zona stagnante a causa della collisione tra due i due getti uscenti: la formazione di una zona a bassa velocità rende ancora più probabile la formazione di sedimenti sul fondo del reattore, e, questa zona stagnante, si trova posizionata proprio al di sotto della tramoggia di alimentazione dove è stato riscontrato l'accumulo di biomassa.

Come primo intervento per migliorare la miscelazione interna al reattore, è stato deciso di invertire il senso di rotazione degli agitatori da orario ad antiorario e di rendere operativi tutti e tre gli agitatori contemporaneamente: cambiando il senso di rotazione, si evita che la zona a bassa velocità sia posizionata proprio al di sotto del bocchello di alimentazione.

I criteri di scale-down, che vengono riportati nel capitolo di "materiali e metodi", sono stati valutati considerando il digestore operativo nelle condizioni descritte: tre giranti operative con senso di rotazione antiorario e l'orientazione delle turbine è stata mantenuta coerente con quella di progetto.

Al fine di poter ottenere risultati il più possibile rappresentativi del campo di moto medio interno al reattore nelle condizioni di operatività reale, si è deciso di eseguire, oltre alle analisi con acqua come fluido di processo che saranno riportate in seguito, prove utilizzando un fluido non-Newtoniano a viscosità superiore.

Per poter ottenere facilmente un fluido a maggior viscosità rispetto all'acqua demineralizzata, è stato deciso di utilizzare una soluzione di Gomma di xantano, polimero utilizzato industrialmente (sia in campo farmaceutico che alimentare) come addensante.

## **2. MATERIALI E METODI**

In questa sezione, vengono descritte le tecniche di misurazione utilizzate durante il lavoro sperimentale al fine di effettuare la caratterizzazione fluidodinamica del campo di moto medio del sistema d'interesse e, in seguito, i materiali con cui è stata eseguita l'acquisizione dati. Vengono anche riportati i criteri di scale-down utilizzati nella progettazione del reattore modello in cui sono state effettuate le analisi.



Sono state utilizzate la tecnica PIV (Particle Image Velocimetry) per determinare la velocità istantanea all'interno del campo di moto indagato, la tecnica PLIF (Planar Laser Induced Fluorescence) per studiare la dispersione temporale di un tracciante e determinare il tempo di miscelazione medio caratteristico del sistema, e infine sono state effettuate analisi con Reometro Antoon Paar MRC301 per determinare le caratteristiche reologiche e la viscosità apparente di alcune soluzioni di Gomma di xantano a diverse concentrazioni, in modo da poter identificare quale concentrazione fosse adatta per eseguire prove PIV per simulare il comportamento fluidodinamico di una soluzione con caratteristiche simili a quelle del reale fluido bifase di processo.

Tramite la combinazione delle informazioni ottenute con questi metodi di analisi è possibile ottenere una caratterizzazione estensiva e quantitativa delle variabili fluidodinamiche del sistema in analisi.

## 2.1 Criteri di scale-down utilizzati

Per operare il passaggio di scala nella progettazione del reattore modello, sono stati considerati i seguenti criteri:

- Costanza del numero di Reynolds
- Costanza della  $V_{tip}$  (velocità periferica delle giranti)
- Costanza della potenza specifica

I criteri geometrici adottati sono riportati in Tabella 2.1

| Grandezza                         | Reattore industriale | Reattore modello |
|-----------------------------------|----------------------|------------------|
| Diametro (mm)                     | 17070                | 490              |
| Braccio excentro (mm)             | 675                  | 19,4             |
| Pala (mm)                         | 640                  | 18,4             |
| Velocità rotazione excentro (rpm) | 12,5                 | ?                |

Tabella 2.1: parametri adottati nel passaggio di scala

1. Dimensionamento basato sulla costanza del numero di Reynolds

Per i sistemi agitati meccanicamente è possibile definire un numero di Reynolds rotazionale descritto dalla seguente equazione:

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad (2.1)$$

Dove:

$\rho$ = densità del fluido

D= diametro dell'agitatore

$\mu$ =viscosità del fluido

N=velocità di agitazione

Dato che è possibile assumere densità e viscosità costanti, il criterio di costanza di Re si riduce a  $ND^2$ ; possiamo quindi calcolare la velocità di agitazione delle giranti nel reattore modello come:

$$N_m = \frac{D_i^2}{D_m^2} N_i \quad (2.2)$$

Dove:

$N_m$ = velocità di agitazione nel reattore modello

$N_i$ = velocità di agitazione nel reattore industriale

$D_m$ = diametro dell'agitatore nel reattore modello

$D_i$ = diametro dell'agitatore nel reattore industriale

Calcolando, secondo l'equazione (2.2) si ottiene  $N_m=15170\text{rpm}$

Questa velocità di agitazione è tecnicamente impossibile.

## 2. Dimensionamento basato sulla costanza della $V_{tip}$ :

La velocità periferica delle giranti ( $V_{tip}$ ) è calcolata secondo l'equazione (2.3)

$$V_{tip} = \pi ND \quad (2.3)$$

Anche in questo caso, il criterio di scale-down si riduce semplicemente alla costanza del prodotto  $ND$ : è possibile quindi ricavare la velocità di agitazione nel reattore modello secondo l'equazione (2.4).

$$N_m = \frac{D_i}{D_m} N_i \quad (2.4)$$

Calcolando si ottiene  $N_m=435\text{rpm}$

In questo caso il risultato risulta tecnicamente accettabile ma conduce ad una sospensione non rappresentativa rispetto alle reali condizioni di funzionamento del reattore modello. Tale considerazione è basata sull'osservazione visiva del reattore operante con la biomassa adottata nel processo industriale.

In figura 2.1, è riportata un'immagine rappresentativa del reattore operante alla velocità di agitazione di 435rpm.

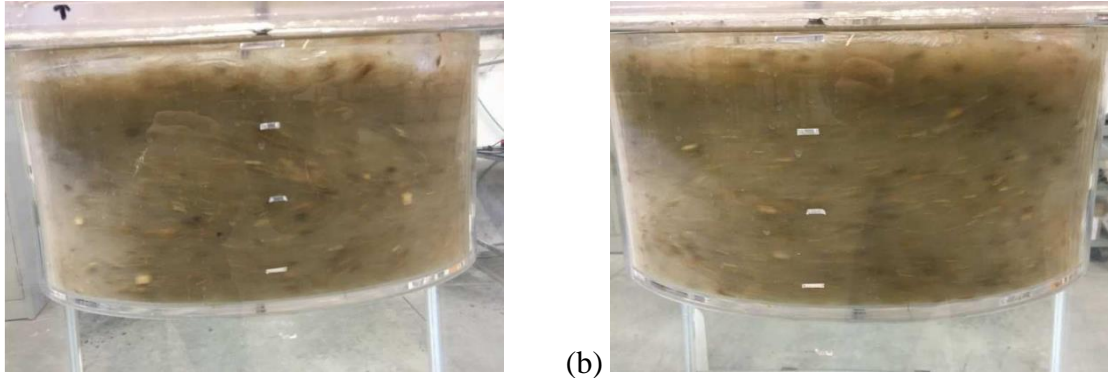


Figura 2.1: miscelazione del reattore con biomassa adottata nel processo industriale con gli agitatori operanti a 435rpm in senso di rotazione orario (a) ed antiorario (b)

Possiamo notare dalla figura 2.1 che, a questa velocità di rotazione, la sostanza solida risulti interamente sospesa sia in senso di rotazione orario che antiorario, ma, l'intensità di miscelazione osservata sul pelo libero dell'apparecchiatura, è notevolmente superiore rispetto a quella del reattore industriale.

### 3. Dimensionamento basato sulla costanza della potenza specifica:

La potenza trasferita da una girante alla miscela liquida all'interno di un reattore agitato meccanicamente è calcolabile come riportato in equazione (2.5).

$$P = N_p D^5 N^3 \rho \quad (2.5)$$

Dove:

$N_p$ = numero di potenza della girante

$D$ = diametro dell'agitatore

$N$ =velocità di agitazione

$\rho$ = densità del fluido

In prima approssimazione, vista la costanza delle proporzioni geometriche adottate, è possibile considerare che  $N_p$  rimanga costante con il numero di Reynolds.

Il calcolo della potenza specifica, si effettua dividendo la potenza ( $P$ ) per il volume del fluido; poiché il rapporto tra le grandezze geometriche è stato mantenuto costante, possiamo considerare che il volume di liquido presente nel reattore modello sia proporzionale a  $D^3$ ; in questo modo è possibile calcolare la velocità di agitazione nel reattore modello come:

$$N_m = N_i \left( \frac{D_i}{D_m} \right)^{2/3} \quad (2.6)$$

Calcolando, si ottiene  $N_m = 133\text{rpm}$

Questo è il risultato complessivamente più coerente con le condizioni di funzionamento reali dell'impianto.

Nel presente lavoro sperimentale, sarà proprio  $N=133\text{rpm}$  una delle velocità considerate per indagare il campo di moto medio all'interno del reattore; per poter investigare il comportamento fluidodinamico del sistema in maniera più approfondita sono state inoltre studiate le velocità di  $67\text{rpm}$  e  $217\text{rpm}$ ; la velocità di  $67\text{rpm}$  è stata presa come velocità minima ammissibile perché, al di sotto di essa, il movimento delle giranti risultava troppo lento per ottenere dati sperimentali soddisfacenti e, la velocità di  $217\text{rpm}$  è stata presa come velocità massima ammissibile perché, al di sopra di essa, si è notata la formazione di vortici superficiali in corrispondenza degli impeller che causano un intrappolamento di bolle d'aria all'interno del reattore.

## **2.2 Principi di funzionamento della tecnica PIV**

La PIV è una delle più avanzate tecniche sperimentali disponibili per visualizzare le caratteristiche principali di un campo di moto, essendo in grado di operare una misura non intrusiva del campo di moto planare istantaneo di velocità all'interno di un dominio globale (Gòmez, 2010). Le informazioni qui riportate riguardanti i principi di funzionamento della tecnica sono state acquisite dal testo "Particle Image Velocimetry: a practical guide, third edition" di Markus Raffel et al (2018).

Per poter eseguire un'analisi PIV, occorre costruire un set-up sperimentale che comprenda questi elementi:

- Inseminazione: particelle di tracciante devono essere addizionate al fluido in esame al fine di poterne "seguire" il percorso all'interno del reattore, e determinare quindi il campo di moto
- Illuminazione: queste particelle di tracciante devono essere illuminate su un piano o all'interno di un volume per almeno due volte in un breve intervallo temporale
- Registrazione: la luce che viene scatterata dalle particelle di tracciante deve essere registrata in due immagini o in una sequenza di immagini da parte di una fotocamera digitale ad alta risoluzione
- Calibrazione: occorre effettuare una calibrazione al fine di determinare la correlazione tra lo spostamento dell'immagine della particella sul piano e lo spostamento della particella di tracciante all'interno del flusso

- Valutazione: lo spostamento delle immagini delle particelle tra due impulsi consecutivi di luce deve essere determinato osservando le registrazioni PIV
- Post-processing: al fine di trovare e rimuovere misure incorrette e determinare i dati fluidodinamici di interesse, occorre essere in possesso di un software di post-processing sofisticato (Raffel et al, 2018)

La figura 2.1, mostra il set-up sperimentale comune per effettuare un'analisi PIV 2D

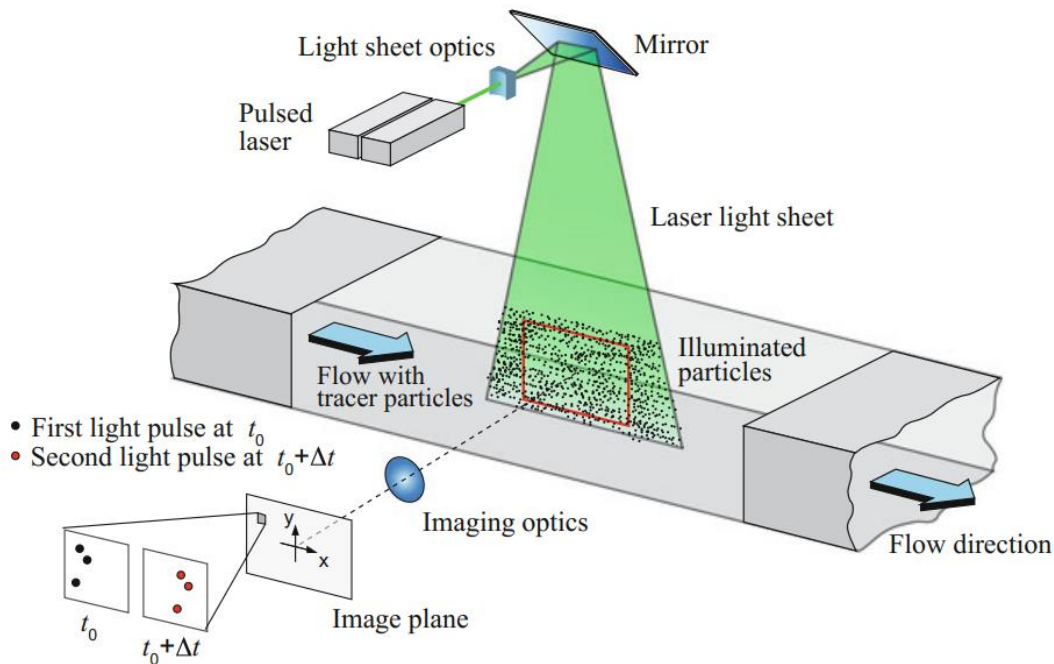


Figura 2.1: set-up sperimentale per analisi PIV (Raffel et al, 2018)

Per eseguire l'analisi, piccole particelle di tracciante vengono aggiunte al fluido in una posizione tale per cui il flusso di interesse non venga disturbato. Il piano che si vuole investigare, sia questo orizzontale o verticale, viene illuminato due volte ad un tempo  $t_0$  e  $t_0 + \Delta t$  da una sorgente di luce pulsata ad alta energia, solitamente un laser, che viene trasformata in una lama di luce grazie a lenti cilindriche; l'intervallo temporale  $\Delta t$  che intercorre tra due illuminazioni successive, deve essere scelto in maniera consapevole considerando la velocità del flusso all'interno del sistema indagato: più la velocità del fluido è elevata, minore deve essere l'intervallo temporale considerato; per semplificare, si assume che le particelle di tracciante si muovano alla stessa velocità del flusso tra le due illuminazioni successive, anche se questo sarebbe in realtà valido soltanto per particelle di piccole dimensioni. La luce scatterata dalle particelle viene registrata attraverso lenti ad alta risoluzione grazie ad una telecamera digitale, ottenendo due immagini (la prima al tempo  $t_0$  e la seconda a  $t_0 + \Delta t$ ) in cui sono visibili le particelle di tracciante; queste saranno poi sottoposte a valutazione ed elaborazione tramite

software. Per poter registrare le immagini, la telecamera deve essere prima sincronizzata con il laser.

Per le operazioni di valutazione, le registrazioni digitali PIV vengono divise in aree più piccole denominate “aree di interrogazione”: attraverso metodi statistici (cross-correlazione) per ogni area di interrogazione, viene determinata la posizione dei vettori delle particelle di tracciante, nella prima e nella seconda immagine catturata. La proiezione del vettore della velocità locale di flusso all’interno del piano illuminato dal raggio laser è calcolata tenendo conto del ritardo tra le due illuminazioni e della calibrazione del sistema di imaging: il calcolo della velocità puntuale si ottiene quindi facendo il rapporto tra spazio percorso dalla particella e tempo intercorso tra l’acquisizione delle due immagini considerate. Questa valutazione si ripete per ogni area di interrogazione dei dati PIV raccolti.

Gli aspetti principali di un’analisi PIV che devono essere considerati per la corretta pianificazione dell’esperimento sono:

- Misura non intrusiva della velocità: essendo la PIV una tecnica ottica, permette una misurazione non intrusiva; questo consente di poter applicare la tecnica anche in flussi in cui la presenza di sonde potrebbe modificare il campo di moto
- Misura indiretta della velocità: la tecnica PIV misura la velocità di un elemento di fluido indirettamente perché determina la velocità di particelle di tracciante introdotte all’interno del suddetto fluido; queste particelle vengono solitamente introdotte prima dell’inizio dell’acquisizione sperimentale.
- Tecnica ad intero campo: la tecnica PIV permette di ottenere immagini di grandi parti del campo di moto e di estrarre le informazioni di velocità da queste immagini. Questa caratteristica è unica della PIV: nella maggioranza delle altre tecniche è possibile soltanto ottenere una misura di velocità di un singolo punto, anche se con una risoluzione temporale molto elevata. Nella tecnica PIV si ha una risoluzione spaziale molto elevata anche se, la risoluzione temporale (frequenza di recording dei fotogrammi delle immagini PIV) è limitata dalle correnti tecnologie.
- Distribuzione delle particelle di tracciante nel fluido: per avere acquisizioni di qualità soddisfacente, è necessaria una distribuzione omogenea delle particelle di tracciante all’interno del sistema investigato.
- Densità delle particelle di tracciante nel fluido: per poter eseguire un’analisi PIV è necessaria una densità di particelle media nelle immagini raccolte, al fine di poter

operare la valutazione statistica. Un esempio è riportato in figura 2.2, in cui sono mostrate immagini a diversa densità di particelle: le immagini (a) e (c) hanno una densità di particelle o troppo bassa (a) o troppo alta (c) per effettuare le analisi statistiche previste dalla tecnica PIV. La densità di particelle ideale è quella rappresentata nel caso (b).

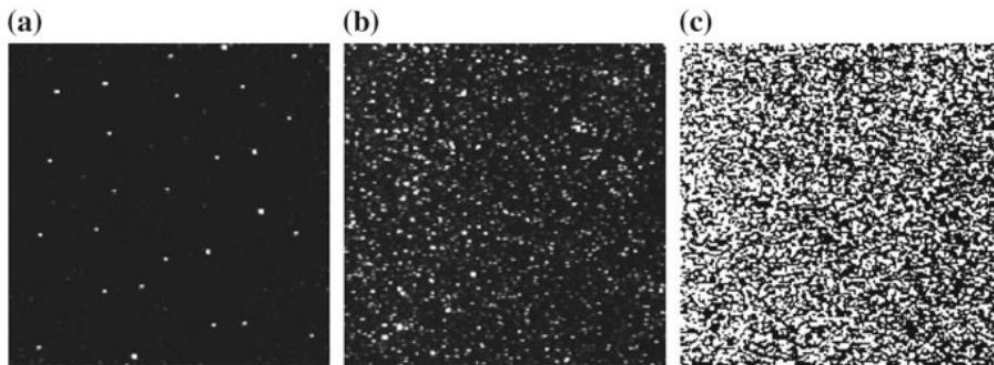


Figura 2.2: esempio di densità di particelle in diverse immagini PIV (Raffel et al, 2018)

- Ritardo di velocità: occorre controllare attentamente che le particelle di tracciante inserite seguano il movimento degli elementi di fluido del sistema; solitamente, le particelle di tracciante piccole seguono meglio il moto del fluido.
- Illuminazione: è necessario utilizzare una fonte luminosa ad alta energia in modo da poter registrare in maniera accurata la luce scatterata dalle particelle; in linea di principio, la necessità di utilizzare particelle di dimensioni maggiori per avere una efficienza di scattering maggiore (lo scattering è infatti maggiore con l'aumentare della dimensione della particella considerata), si contrappone alla necessità di avere particelle piccole che seguano correttamente il moto del fluido: occorre trovare un compromesso; nei fluidi acquosi, è possibile utilizzare particelle di dimensioni superiori rispetto a quelle utilizzabili in flussi gassosi e sorgenti luminose meno intense quali laser continuo con otturatore e LED ad alta energia. Un criterio che deve essere soddisfatto è che la fonte luminosa deve illuminare l'area considerata in maniera omogenea, al fine di poter seguire il movimento delle particelle di tracciante.
- Durata dell'impulso luminoso: la durata dell'impulso deve essere sufficientemente corta da "congelare" il movimento delle particelle per la durata dell'impulso stesso, al fine di evitare sbavature nell'immagine acquisita.
- Ritardo di tempo tra gli impulsi luminosi: il tempo che intercorre tra due impulsi luminosi deve essere abbastanza lungo da poter osservare uno spostamento della particella di tracciante nelle due immagini catturate, ma allo stesso tempo deve essere

sufficientemente corto da evitare che un numero elevato di particelle abbandonino il piano che viene irradiato nell'intervallo di tempo  $\Delta t$  tra due impulsi consecutivi.

- Numero di illuminazioni per acquisizione: è necessario poter salvare le immagini delle particelle di tracciante in diversi fotogrammi per ogni illuminazione; questo è realizzabile grazie alle telecamere dotate di cross-correlazione.
- Mediazione: il numero di dati PIV necessari per avere dati medi affidabili, deve essere determinato come compromesso tra tempo di acquisizione della prova PIV e tempo per cui è possibile mantenere costanti le condizioni investigate.
- Altri parametri da ottimizzare: per ottenere una misura soddisfacente è necessario ottimizzare la grandezza delle immagini ottenute (specialmente per gli algoritmi di valutazione successivi), la dimensione dell'area di interrogazione, il numero di particelle presenti all'interno di una singola area di interrogazione; occorre inoltre assicurarsi che le particelle all'interno dell'area di interrogazione illuminata dal laser, siano messe correttamente a fuoco da parte della telecamera.

Si prosegue ora ad una caratterizzazione più approfondita dei principali componenti del sistema PIV: la fonte luminosa (in questo elaborato viene approfondita principalmente la caratterizzazione delle fonti laser, in quanto coerenti con il set-up sperimentale utilizzato), la telecamera e le particelle di tracciante.

### 2.2.1 Sorgenti laser

I laser sono tra le fonti di luce più utilizzate nella tecnica PIV, in quanto sono in grado di emettere luce monocromatica con alta densità di energia che può essere trasformata, attraverso lenti cilindriche, in una lama di luce in grado di illuminare le particelle di tracciante inserite nel fluido.

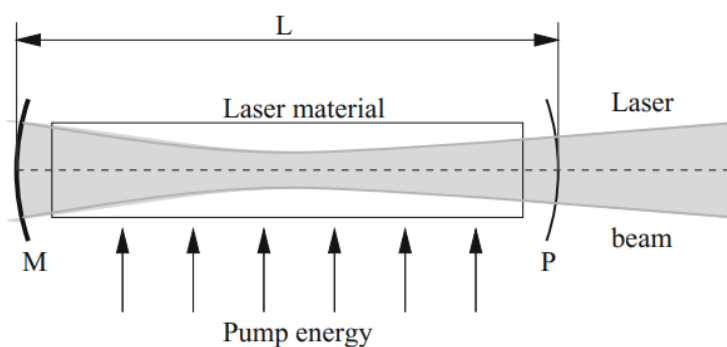


Figura 2.3: configurazione di un apparato laser (Raffel et al, 2018)



In figura 2.3 è mostrata in maniera schematica la configurazione base di un apparato laser, che è composto da:

- Un materiale laser: consiste in un gas atomico o molecolare, un semiconduttore o materiale solido
- Un sistema di pompaggio: è in grado di eccitare il materiale laser tramite introduzione di energia elettromagnetica o chimica
- Sistema di specchi: serve per amplificare e rendere disponibile la luce laser

Per poter ottenere una emissione laser, occorre che si verifichi un fenomeno di emissione stimolata di fotoni da parte del materiale attivo: quando un fotone di energia appropriata colpisce un elettrone che si trova in uno stato quantico eccitato, è possibile che si verifichi una transizione non spontanea di questo elettrone dallo stato eccitato a quello non eccitato, con emissione di un fotone in seguito a questa transizione. Per un gran numero di atomi, se la popolazione dello stato eccitato risulta maggiore di quella stato non eccitato, si ha la predominanza di questo fenomeno di emissione stimolata; per poter ottenere una emissione laser, è necessario che si verifichi questo fenomeno di inversione della popolazione, per cui la popolazione elettronica degli stati non eccitati deve essere minore rispetto a quella degli stati eccitati: ciò è possibile, ad esempio, in un sistema a quattro livelli energetici come quello mostrato in figura 2.4. In queste condizioni si ha infatti che il livello energetico E2, non coincide con il livello energetico di base E1 e quindi rimane inoccupato a temperatura ambiente (gli elettroni tenderanno infatti a rimanere nel livello E1 in assenza di perturbazioni esterne): questo permette di ottenere una inversione di popolazione in modo più semplice rispetto ad un sistema con un minor numero di livelli energetici, e ciò si traduce in una più bassa energia richiesta per poter osservare l'emissione laser.

Dato che l'emissione laser si verifica soltanto se si forza il sistema ad operare una inversione di popolazione elettronica, è necessario trasferire energia al materiale attivo per promuovere gli elettroni dallo stato energetico di base a quelli eccitati (il livello energetico di arrivo dipende dalla quantità di energia fornita); questa energia è fornita mediante sistemi di pompaggio, che dipendono dal tipo di materiale attivo: materiali laser solidi vengono solitamente pompati attraverso radiazioni elettromagnetiche, materiali semiconduttori attraverso correnti elettriche e gas tramite collisioni degli atomi gassosi con molecole o ioni.

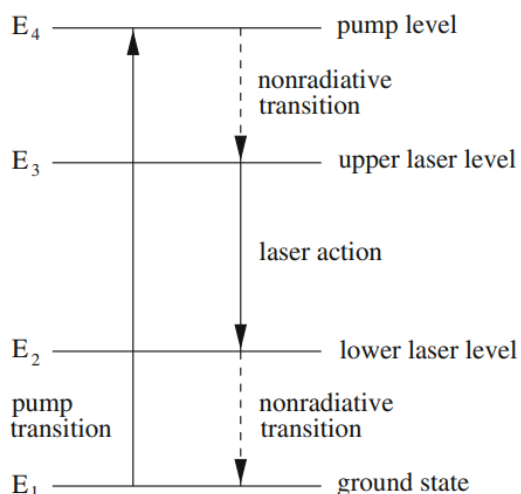


Figura 2.4: livelli energetici necessari per poter avere una emissione laser (Markus Raffel, 2018)

Come conseguenza, si verifica emissione spontanea in tutte le direzioni che causa l'eccitazione di altri atomi di materiale attivo: questo porta ad un rapido incremento dell'emissione stimolata con conseguente emissione in un meccanismo a catena.

Nel caso in cui si abbia un materiale laser di forma cilindrica, è possibile amplificare l'emissione laser ponendo il materiale tra due specchi perfettamente allineati: in questo modo, un fotone che colpisce la superficie di uno degli specchi, viene automaticamente riflesso ed è quindi in grado di colpire nuovamente il materiale laser; questo processo tenderà a ripetersi generando una grande quantità di luce che aumenterà in maniera esponenziale col numero di riflessioni, andando quindi ad ottenere una emissione continua (il processo diventa stazionario). Questo strumento, chiamato risonatore, permette di ottenere una lunghezza d'onda di emissione costante, che diventa utilizzabile grazie ad uno specchio semi-argentato che filtra all'esterno parte della radiazione. La radiazione ottenuta sarà quindi essenzialmente monocromatica e ad alta densità di energia.

È possibile usare diversi tipi di laser per la tecnica PIV, tra cui laser a base semiconduttore, gassosa e solida; uno dei laser maggiormente utilizzati è quello Nd-YAG: questo è un laser allo stato solido ed è quello utilizzato anche nel presente lavoro di tesi.

Questo laser è formato da un cristallo YAG (Ittrio-Alluminio-Granato) drogato con Neodimio (Nd); il raggio laser è generato dagli ioni di  $\text{Nd}^{3+}$  ed è possibile avere una emissione a  $\lambda=532\text{nm}$  (emissione nel colore verde) o a  $\lambda=1064\text{nm}$  (emissione infrarossa). L'eccitazione degli elettroni di Nd è ottenuta mediante pompaggio con metodi ottici: i laser allo stato solido possono infatti essere pompati con luce bianca grazie al reticolo di atomi che si forma nel cristallo (nei cristalli

si formano infatti bande continue di eccitazione per effetto della sovrapposizione dei livelli energetici dei singoli atomi presenti). A temperature operative standard, il laser Nd:YAG emette solo nell'infrarosso: questo non è accettabile per seguire una analisi PIV, dato che le telecamere utilizzate sono più sensibili alla radiazione blu-verde e sarebbe quindi difficile allineare il fascio di luce emesso; per questo motivo viene utilizzato un generatore armonico in grado di dimezzare la lunghezza d'onda della radiazione laser, portando quindi l'emissione a 532nm: questo processo non è però molto efficiente e infatti solo 1/3 della radiazione di partenza risulta effettivamente disponibile per l'utilizzo a 532nm.

Quando si esegue una prova PIV occorre tener conto del fatto che, l'elaborazione dei dati raccolti, dipende fortemente dalla distribuzione dell'intensità del raggio di luce incidente; dato che non è pensabile avere una sorgente energetica continua per generare il raggio laser, e visto che l'illuminazione risulta necessaria solo nel momento in cui la telecamera cattura l'immagine, si utilizzano raggi laser pulsati, i quali, nella configurazione maggiormente utilizzata (mostrata in figura 2.5), presentano due oscillatori.

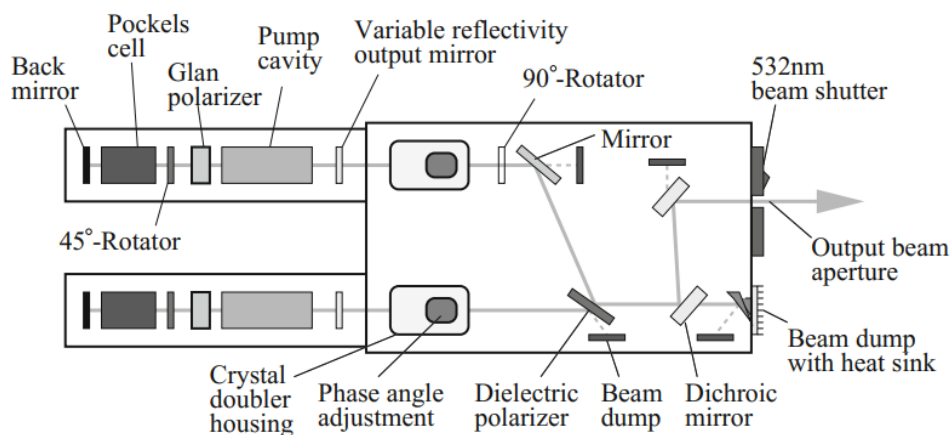


Figura 2.5: configurazione a due oscillatori per laser PIV (Markus Raffel, 2018)

Avendo due oscillatori, è possibile generare una doppia pulsazione laser senza riguardi al lasso di tempo che intercorre tra le due pulsazioni: questo permette di avere una grande libertà nello scegliere l'intervallo temporale tra i due impulsi, cosa che sarebbe invece impossibile con una configurazione a singolo oscillatore.

### 2.2.2 Particelle di tracciante

Dato che la tecnica PIV è basata sull'imaging, le proprietà ottiche delle particelle di tracciante assumono un'importanza significativa per la buona riuscita dell'analisi.

Le caratteristiche fondamentali di una particella di tracciante sono:

- Capacità di seguire il movimento del fluido all'interno del sistema investigato senza però interferire con esso
- Capacità di riflettere la luce incidente (scattering)

Una delle principali fonti di errore nella misura, deriva dall'effetto della forza di gravità nel caso in cui la densità di fluido e particella di tracciante non siano uguali; nei flussi liquidi questa condizione è facilmente attuabile perché basta introdurre particelle con la stessa densità del liquido per evitare fenomeni di sedimentazione: quando si lavora con acqua, sono di solito utilizzate questo tipo di particelle. Nel caso in cui la densità della particella sia maggiore di quella del liquido circostante, è necessario utilizzare particelle piccole per assicurare un buon tracciamento del moto ed evitare fenomeni di sedimentazione; per avere però un buon segnale di luce scatterata, è necessario che il diametro della particella non sia troppo piccolo: è quindi necessario trovare una soluzione di compromesso.

Siccome la qualità dei dati acquisiti tramite PIV dipende direttamente dalla quantità di luce che viene scatterata, è più efficiente scegliere correttamente le particelle di tracciante per il sistema indagato piuttosto che aumentare la potenza del laser utilizzato. La quantità di luce scatterata da una particella è funzione di: diametro, forma della particella e indice di rifrazione del mezzo.

Secondo la teoria di Mie-Lorentz lo scattering è caratterizzato da un parametro  $q$  calcolabile come:

$$q = \frac{\pi d_p}{\lambda} \quad (2.7)$$

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

Dall'equazione possiamo notare che  $q$  e  $d_p$  sono direttamente proporzionali: particelle di dimensioni maggiore sono in grado di generare uno scattering maggiore. Per  $q > 1$  il rapporto fra luce diffusa dietro e davanti alla particella è dell'ordine di 100–1000, mentre per  $q < 1$  il rapporto si mantiene intorno all'unità. Nella PIV l'interesse è di avere una buona diffusione ai lati della particella per avere una buona qualità del segnale: per questo motivo vengono utilizzate particelle di diametro compreso tra 0.1 e 50  $\mu\text{m}$  che ben interagiscono con il laser con la luce di lunghezza d'onda  $\lambda = 532 \text{ nm}$ .

Per ottenere quindi uno scattering efficace, occorre introdurre nel fluido particelle traccianti di dimensione massima possibile: la dimensione però diminuisce all'aumentare della velocità del fluido e della turbolenza del sistema.

I traccianti principalmente utilizzati nelle analisi PIV di liquidi vengono riportati in Tabella 2.2, con indicate anche le rispettive dimensioni tipiche.

| Type    | Material                        | Mean diameter in $\mu\text{m}$ |
|---------|---------------------------------|--------------------------------|
| Solid   | Polystyrene                     | 10–100                         |
|         | Aluminum flakes                 | 2–7                            |
|         | Hollow glass spheres            | 10–100                         |
|         | Granules for synthetic coatings | 10–500                         |
| Liquid  | Different oils                  | 50–500                         |
| Gaseous | Oxygen bubbles                  | 50–1000                        |

Tabella 2.2: particelle di tracciante principalmente utilizzate per analisi PIV (Raffel et al, 2018)

Per questo tipo di analisi, l’inseminazione del tracciante può essere semplicemente effettuata sospendendo le particelle sulla superficie del liquido e mantenendo il sistema in agitazione fino a quando non si osserva una distribuzione omogenea. La concentrazione di particelle è determinata in maniera visiva: si introduce dapprima una piccola quantità di tracciante e, nel caso in cui la densità di particelle nel fluido risulti scarsa, si aumenta il contenuto fino a giungere ad una condizione simile a quella indicata in figura 2.2.

In questo lavoro sono state utilizzate particelle di vetro cavo ricoperte di argento come tracciante per le analisi PIV in acqua.

### 2.2.3 Telecamere

Le telecamere sono sicuramente uno degli strumenti fondamentali nella misura PIV in quanto permettono di catturare l’immagine della posizione delle particelle di tracciante presenti nel fluido in due istanti successivi: le due immagini raccolte vengono poi elaborate per ricostruire il vettore spostamento della particella e quindi del fluido stesso.

In base al tipo di analisi PIV effettuata, il numero di telecamere è variabile: nel presente lavoro è stata utilizzata la tecnica 2D-PIV che si avvale di una sola telecamera, posta a  $90^\circ$  rispetto al fascio laser incidente, in modo da rilevare le due componenti del vettore.

La telecamera utilizzata è di tipo digitale con un sensore “Charge Couplet Device” (CCD), ossia “dispositivo a scorrimento di carica”: il CCD è un sensore elettronico in grado di convertire fotoni in corrente elettrica; parlando di sensore CCD si intende in realtà un array di numerosi CCD che possono essere organizzati in diverse forme. Il CCD è costruito su un materiale semiconduttore con un conduttore metallico in superficie, uno strato n e uno p, e al di sopra uno strato di ossido come isolante; il singolo elemento CCD all’interno del sensore viene chiamato

pixel. Una piccola tensione applicata tra il metallo conduttore e lo strato p genera un campo elettrico all'interno del semiconduttore. Il minimo locale nel campo elettrico che si forma al di sotto del centro del pixel è associato a una mancanza di elettroni ed è noto come pozzo di potenziale. In sostanza, il pozzo di potenziale è equivalente a un condensatore che gli consente di immagazzinare carica, cioè elettroni. Quando un fotone di lunghezza d'onda adeguata entra nella giunzione p-n del semiconduttore viene generata una coppia elettrone-lacuna. In fisica questo effetto è noto come effetto fotoelettrico interno. Mentre la lacuna, considerata come portatrice di carica positiva, viene assorbita nello strato p, l'elettrone (o carica) generato migra lungo il gradiente del campo elettrico verso il suo minimo (cioè potenziale pozzo) dove è immagazzinato. Elettroni continuano ad accumularsi per la durata dell'esposizione del pixel alla luce. Tuttavia, la capacità di archiviazione del pixel è limitata (Markus Raffel, 2018). In figura 2.6 viene illustrato il meccanismo di funzionamento del CCD.

I fotoni che colpiscono il sensore vengono poi trasformati in un segnale elettrico, il cui voltaggio è tradotto in una scala di colori in base alla quale è possibile ricostruire l'immagine catturata.

Per poter determinare lo spostamento di una particella di tracciante, la telecamera deve catturare due immagini ad una precisa distanza temporale tra loro, che poi saranno elaborate con un software apposito.

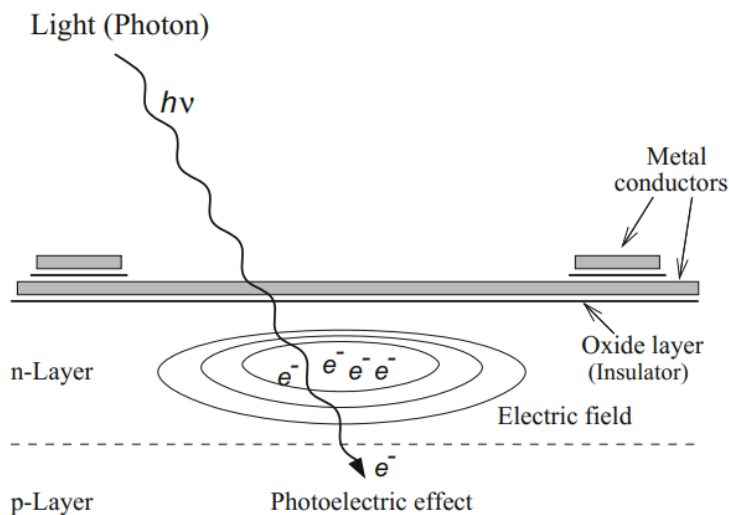


Figura 2.6: principio di funzionamento del sensore CCD (Raffel et al, 2018)

Nel presente lavoro di tesi la telecamera utilizzata è una HiSense MkII con un sensore CCD da 1344x1024 pixel equipaggiata con un obiettivo Nikon da 50mm; al fine di poter operare misure quantitative, è necessario eseguire una calibrazione: occorre indicare quale sia il rapporto tra pixel dell'immagine digitale e la dimensione reale di ciò che si sta osservando.

### 2.3 Principi di funzionamento della tecnica PLIF

La Planar Laser Induced Fluorescence (PLIF) è una tecnica non intrusiva che permette di misurare l'evoluzione temporale di grandezze scalari (come la concentrazione) all'interno di una soluzione liquida; un colorante fluorescente è utilizzato come tracciante: la fluorescenza, causata da un raggio laser incidente, può essere infatti ricondotta alla concentrazione.

La relazione generale che lega fluorescenza, intensità del raggio incidente e concentrazione, è riportata nell'equazione 2.8:

$$F \propto \frac{I}{1 + \frac{I}{I_{sat}}} C \quad (2.8)$$

Dove:

F= fluorescenza

C=concentrazione

I= intensità della radiazione

$I_{sat}$ = intensità di saturazione per il colorante utilizzato (Crimaldi, 2008).

Per  $I \ll I_{sat}$  la relazione è approssimabile come

$$F \propto IC \quad (2.9)$$

Una concentrazione molto alta di colorante può portare a relazioni non lineari nella fluorescenza a causa di variazioni del valore locale di I: per questo motivo è necessario ottenere una curva di calibrazione per determinare la concentrazione massima di colorante che si può avere per rimanere all'interno del campo di linearità.

Analogamente alla tecnica PIV illustrata nel paragrafo 2.1, la tecnica PLIF presuppone un simile set-up sperimentale:

- Una sorgente di illuminazione ad alta potenza (laser)
- Un sistema di lenti cilindriche in grado di trasformare il laser in una lama di luce
- Una telecamera digitale ad alta risoluzione per catturare le immagini
- Un software per elaborare le immagini acquisite
- Un filtro per l'obiettivo della telecamera a 570nm

A differenza della tecnica PIV, non vengono introdotte particelle di tracciante in grado di scatterare la luce laser incidente, ma si inserisce una sostanza colorante in grado di generare fluorescenza quando colpito dalla luce laser.

Nel presente lavoro di tesi è stato utilizzato per le prove sperimentali un laser Nd:YAG. L'elevata potenza dei laser Nd:YAG può essere problematica: se l'intensità di eccitazione del laser non è piccola rispetto all'intensità di saturazione del colorante, si instaura una relazione non lineare tra  $F$  ed  $I$ . Questo effetto può essere significativo con i laser pulsati, poiché i brevi tempi di pulsazione, possono portare a intensità eccezionalmente elevate (Crimaldi, 2008).

### **2.3.1 Scelta del colorante fluorescente**

La selezione di un appropriato tracciante (colorante fluorescente) per un fluido si basa sulla conoscenza delle proprietà chimico-fisiche del colorante (diffusività, fluorescenza, ecc.), in relazione alla sorgente luminosa utilizzata: lo spettro di assorbimento del colorante deve essere infatti compatibile con la lunghezza d'onda emessa dal sistema laser. Per scegliere il tracciante corretto, si devono considerare essenzialmente tre fattori: l'intervallo di lunghezza d'onda di assorbimento, l'intervallo di lunghezza d'onda di emissione e l'efficienza quantica del tracciante. Gli spettri di assorbimento ed emissione forniscono rispettivamente informazioni sul tipo di sorgente luminosa (generalmente, si utilizzano laser) che può essere usata per eccitare il colorante e sul tipo di luce riemessa (dunque, sul filtro da utilizzare). Risulta perciò fondamentale che lo spettro di assorbimento e quello di emissione, non abbiano elevata sovrapposizione: in caso contrario, la fluorescenza locale, riemessa dal colorante eccitato dalla luce incidente, rieccita il tracciante stesso (fenomeno definito "selfquenching"). L'efficienza quantica è invece, indice dell'intensità della luce riemessa, ed è quindi collegata alla precisione della misura (tanto maggiore quanto più è elevata l'intensità). Un ulteriore effetto da tenere in considerazione è il cosiddetto "photobleaching", ovvero la decomposizione chimica del colorante a causa della luce emessa dal laser. Questo effetto può essere provocato da una energia della luce laser troppo elevata e/o da una bassa stabilità fotochimica del tracciante. La valutazione della quantità di tracciante decomposto localmente è sostanzialmente impossibile, per cui i risultati sperimentali non corrispondono alle effettive condizioni del mezzo fluido analizzato.

Per le prove PLIF in soluzione acquosa, la scelta del tracciante è limitata inoltre dalla necessaria solubilità in acqua: i coloranti principalmente utilizzati sono la fluoresceina e due a base



rodaminica (Rodamina 6G e Rodamina B); tutti e tre questi coloranti risultano solubili in acqua e presentano un'efficienza quantica del 95% (Crimaldi, 2008).

Il tracciante che è stato utilizzato nel presente studio è la Rodamina 6G, che emette nello spettro giallo/arancione ed è quindi adatta per misure con laser Nd:YAG che emette nello spettro verde.

Lo spettro di assorbimento della Rhodamina-6G presenta un limite inferiore a 460nm, con un valore ottimale (picco dello spettro di assorbimento) a 530nm. Lo spettro di emissione è compreso nell'intervallo 540-640nm, con un valore di picco di 560nm. Questo colorante è inoltre fortemente resistente al photobleaching (Crimaldi, 2008).

### **2.3.2 Procedura di acquisizione dei dati sperimentali**

Il set-up sperimentale per eseguire prove PLIF è molto simile a quello osservato per le prove PIV: si utilizza sempre un laser Nd:YAG e telecamera digitale HiSense MKII, ma, in questo caso, la telecamera registra immagini singole e non coppie di immagini come nel caso precedente. Sulla telecamera deve inoltre essere introdotto un filtro (a 570nm) che sia in grado di bloccare la luce emessa dal laser ma lasci passare la luce emessa per fluorescenza dal colorante.

Dopo aver iniziato l'acquisizione delle immagini, occorre introdurre il tracciante il più celermente possibile (il disturbo dovrebbe infatti essere il più possibile istantaneo), in una posizione tale per cui l'iniezione sia catturata dalla telecamera; una volta inserito il tracciante si continua l'acquisizione fino a che è possibile osservare la completa omogeneizzazione della soluzione. Ogni immagine deve essere poi elaborata tramite un software al fine di determinare il grado di omogeneità spaziale attraverso l'analisi del coefficiente di variazione (CoV).

La scelta del momento da cui si procede al calcolo del tempo di miscelazione è effettuata fissando  $t=0$  in corrispondenza della prima immagine raccolta in cui sia visibile l'aggiunta del colorante.

## **2.4 Reometro**

Il reometro è uno strumento che permette di determinare le proprietà reologiche di una sostanza attraverso la misurazione della coppia e dell'angolo di deflessione del bob di misurazione. Ciò significa che in una misurazione della viscosità, il reometro preimposta una certa corrente correlata ad un definito momento torcente (torque). Il campione fornisce resistenza e l'angolo di deflessione risultante viene misurato in modo molto preciso dal codificatore del reometro.

La velocità viene calcolata dall'angolo di deflessione e dal tempo. In una misurazione, i reometri moderni possono impostare la coppia o la velocità, ed è quindi possibile determinare l'altro parametro. In effetti, è sempre la corrente (e quindi il momento torcente) che viene fornito e il parametro della velocità o del momento torcente viene impostato tramite un controller rapido e la velocità viene quindi misurata. I parametri reologici vengono calcolati dai valori misurati di momento torcente, angolo di deflessione e velocità utilizzando fattori di conversione specifici per lo strumento utilizzato. Altri parametri reologici, come ad esempio la viscosità, non sono determinati sperimentalmente ma calcolati.

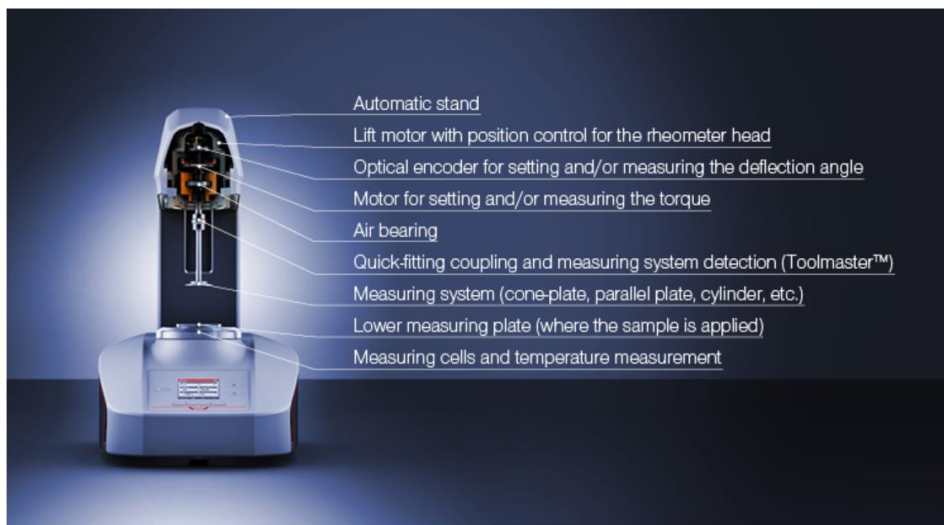


Figura 2.7: configurazione di un moderno reometro (Anton Paar)

Esistono due principali metodi di misura effettuabili con un reometro: è possibile effettuare test rotazionali e test oscillatori; con i test rotazionali, il dispositivo di misurazione viene ruotato in una direzione ad una velocità settata, mentre nei test oscillatori, il dispositivo di misurazione oscilla intorno al proprio asse. In base alle caratteristiche chimico-fisiche della sostanza che si vuole analizzare e al tipo di dato che si vuole ottenere, è necessario scegliere uno dei due metodi di misurazione.

### 2.4.1 Test rotazionale

in un test rotazionale di una sostanza con viscosità ignota, si impone sul software del reometro un profilo di velocità di taglio (shear rate); la viscosità viene calcolata come rapporto tra lo sforzo di taglio (shear stress) e la velocità di taglio (legge della viscosità):

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (2.10)$$

Lo shear stress è correlato al momento torcente: se si utilizza un grande sistema di misurazione, occorre un momento torcente elevato per raggiungere la velocità di taglio richiesta, mentre per un sistema di misurazione più piccolo è possibile utilizzare un momento torcente meno elevato; la viscosità rimane però la medesima in entrambi i sistemi di misurazione. Lo shear stress ( $\tau$ ) è calcolato dal momento torcente in relazione alla superficie di taglio disponibile: per questo motivo risulta indipendente dal sistema di misurazione adottato.

Lo stesso vale anche per lo shear rate, che è correlato alla velocità; se il campione è introdotto in due diversi sistemi di misurazione, uno con un ampio shear gap e un altro con uno shear gap più stretto, si ottiene la medesima velocità rotazionale per diversi shear rate. L'influenza del sistema di misurazione nel calcolo dello shear rate è considerata utilizzando un fattore di conversione specifico.

La viscosità viene quindi calcolata partendo da parametri reologici che sono indipendenti dallo strumento considerato; occorre però essere a conoscenza dei fattori di conversione dello strumento utilizzato al fine di poter coprire un range di viscosità più ampio possibile: in questo modo, con un solo reometro, è possibile misurare la viscosità di qualsiasi tipo di campione (da liquidi poco viscosi a solidi).

In base al tipo di campione da analizzare, occorre però settare specifici parametri di misura è, specialmente, selezionare il corretto sistema di misurazione: sono disponibili diverse geometrie di sistemi di misurazione e, in base a quello montato sullo strumento, si hanno diversi fattori di conversione specifici per la geometria considerata. Esistono numerose geometrie disponibili; in figura 2.8 sono indicate alcune tra quelle maggiormente diffuse.

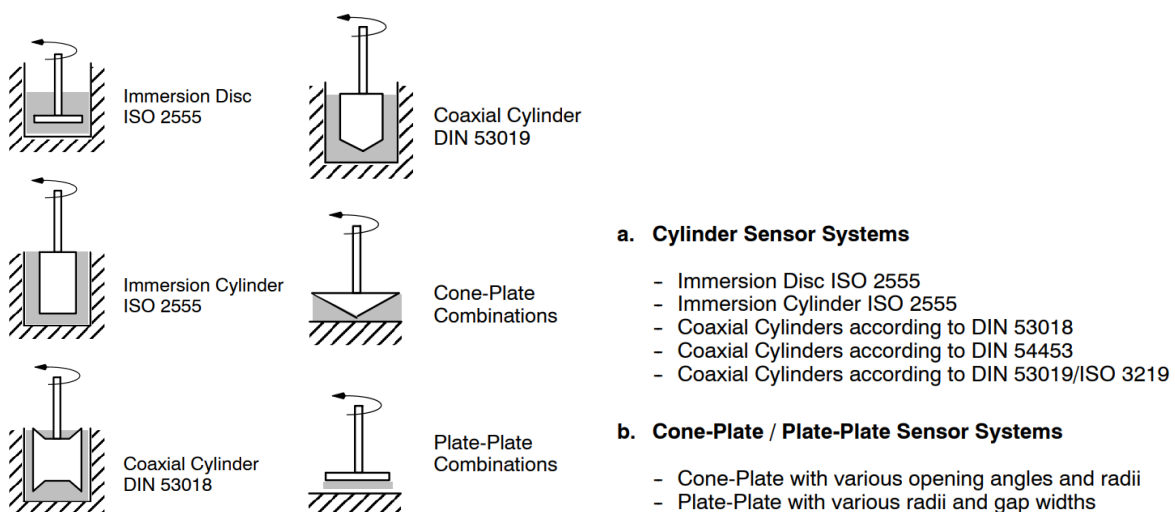


Figura 2.8: principali geometrie del sistema di misurazione utilizzabile con un reometro (Thermo scientific, 2010)

## 2.4.2 Test oscillatorio

Se si vuole, ad esempio, investigare il comportamento viscoelastico e la caratterizzazione della struttura molecolare di un campione a riposo, il test rotazionale non è utile.

Nel test oscillatorio si impone una oscillazione sinusoidale del sistema di misurazione (le geometrie dei vari sistemi di misurazione sono le medesime descritte in figura 2.8) e quindi del campione. Il reometro determina l'angolo di deflessione del sistema di misurazione e il momento torcente richiesto. Siccome la sostanza ha, in questo caso, proprietà viscoelastiche, l'onda causata dal responso del campione risulta temporalmente in ritardo rispetto all'oscillazione settata: questo shift temporale è chiamato phase shift ( $\delta$ ). I valori misurati dal reometro (angolo di deflessione, momento torcente e phase shift) insieme ai fattori di conversione del sistema di misurazione utilizzato, permettono di poter calcolare i parametri reologici di interesse, quali modulo elastico ( $G'$ ) e modulo viscoso ( $G''$ ).

## 2.4.3 Altri parametri misurabili

Nei reometri moderni è possibile operare anche un controllo della temperatura; l'esercitare un controllo della temperatura è fondamentale in quanto le proprietà reologiche di un materiale variano fortemente al variare della temperatura di esercizio. Per poter operare un controllo della temperatura è necessario essere in possesso di un reometro con questa proprietà e un bagno termostato da utilizzare come sistema di riscaldamento e raffreddamento; tramite software è inoltre possibile impostare scale di temperatura (sia lineari che a gradini) settando un range di misura in cui determinare i parametri reologici di interesse.

Nel presente lavoro di tesi è stato utilizzato un reometro Anton Paar Physica MCR301 con un cilindro ad immersione come misuratore; sono state effettuate analisi di tipo rotazionale su soluzioni di gomma di xantano a diverse concentrazioni e a diverse temperature.

## 2.5 Gomma di xantano

Nel presente paragrafo, sono descritte le proprietà di questo polimero, in modo da poter ottenere una caratterizzazione il più possibile esaustiva. La descrizione è basata su *Gomma di xantano Book 8th edition*, CPKelco. Si è deciso di utilizzare questo polimero per le prove sperimentali tra i numerosi disponibili, basandosi sullo studio effettuato da Kolano et al (2021) in cui, viene analizzato il flusso all'interno di un reattore modello tramite tecnica PIV utilizzando un fluido modello viscoelastico non-Newtoniano ottenuto per preparazione di soluzioni acquose di

gomma di xantano a diverse concentrazioni. Si è deciso di utilizzare questo lavoro come guida in quanto simile al set-up sperimentale utilizzato nel presente elaborato.

### 2.5.1 Produzione della gomma di xantano

La gomma di xantano è un polisaccaride esocellulare prodotta attraverso uno specifico processo di fermentazione. Il batterio responsabile, *Xanthomonas campestris*, produce questa gomma sulla propria superficie cellulare durante il suo normale ciclo di vita grazie ad un complesso processo enzimatico. La composizione e la struttura della gomma di xantano prodotto per fermentazione commerciale è identica a quella del polisaccaride prodotto naturalmente; industrialmente viene sintetizzato con un processo di fermentazione; il mezzo di fermentazione contiene carboidrati, una fonte di azoto e altri elementi nutritivi.

### 2.5.2 Struttura

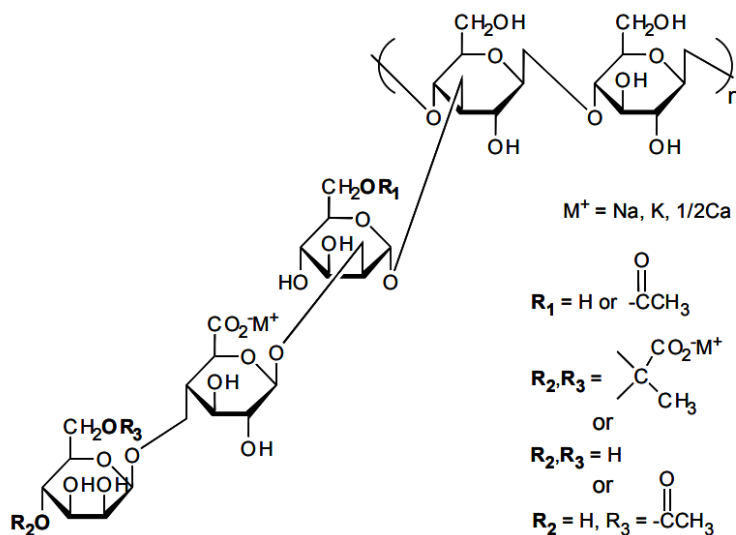


Figura 2.9: struttura della gomma di xantano (CP Kelco, 2008)

Come mostrato in figura 2.9, la gomma di xantano è un polimero in cui, ogni monomero, è composto da cinque residui di zuccheri: due molecole di glucosio, due di mannosio e un acido glucuronico. Lo scheletro del polimero consiste di legami 1,4β-D-glucosidici e ha quindi una struttura identica a quella della cellulosa. Le catene laterali di trisaccaridi alternate all'unità di glucosio anidro distinguono questo polimero dalla cellulosa.

Numerosi studi indicano che il peso molecolare della gomma di xantano sia indicativamente pari a due milioni di dalton, che corrisponde a circa duecento unità ripetitive per catena di polimero.

I legami intermolecolari tra le catene polimeriche portano alla formazione di una complessa rete di molecole vincolate tramite legami deboli (ponti a idrogeno e interazioni elettrostatiche); questi aggregati tendono a districarsi progressivamente sotto l'azione di uno sforzo applicato in una direzione precisa.

Il polimero mostra una temperatura di fusione di 55°C e, riscaldare una soluzione di gomma di xantano al di sopra di questa temperatura, porta alla distruzione della struttura ordinata descritta; la struttura torna al proprio stato ordinato mediante raffreddamento, in maniera dipendente dalla presenza di sali e dalla concentrazione di gomma di xantano presente.

### 2.5.3 Proprietà

Le soluzioni di gomma di xantano in acqua sono fortemente pseudoplastiche: se si applica uno sforzo di taglio che viene incrementato nel tempo, si assiste ad un calo della viscosità della soluzione. Non appena lo sforzo di taglio viene ridotto, la viscosità iniziale è recuperata nell'arco di qualche secondo. La pseudoplasticità è dovuta all'elevato peso molecolare del polimero che causa la formazione di un complesso aggregato molecolare grazie a legami a idrogeno ed entanglements delle catene polimeriche. Questo complesso network di molecole rigide e fortemente ordinate, rende la viscosità elevata anche per bassi sforzi di taglio e spiega le impressionanti capacità di sospensione di questa gomma.

Il calo di viscosità causato dall'aumento dell'intensità dello sforzo di taglio applicato è dovuto alla disgregazione delle catene polimeriche che si orientano nella direzione dello sforzo applicato, ordinandosi quindi in quella direzione e provocando la distruzione dell'aggregato molecolare rigido; quando lo sforzo smette di essere esercitato, le catene molecolari tornano rapidamente a formare aggregati riportando la viscosità al valore iniziale.

In figura 2.10 è riportata una rappresentazione schematica del comportamento appena descritto.

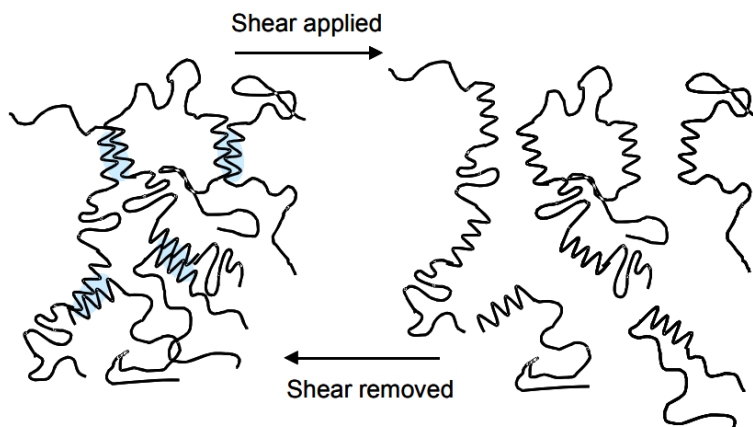


Figura 2.10: cambio della conformazione delle catene macromolecolari di gomma di xantano sotto l'azione di uno sforzo di taglio (CP Kelko, 2008)

La struttura polimerica ordinata è stabilizzata dai legami ad idrogeno che si instaurano tra le catene vicine, ma viene al contempo destabilizzata dalla repulsione tra i gruppi carichi negativamente, presenti sulle catene laterali; una bassa concentrazione di elettrolita permette di stabilizzare ulteriormente la conformazione riducendo la repulsione elettrostatica tra gli ioni carbossilato. Questa stabilizzazione resiste anche alla variazione di temperatura: la viscosità

della gomma di xantano è infatti poco sensibile alle variazioni di temperatura al di sotto della temperatura di fusione.

Grazie alla rigidità della catena macromolecolare, la gomma di xantano risulta abbastanza insensibile anche alle variazioni di pH e forza ionica.

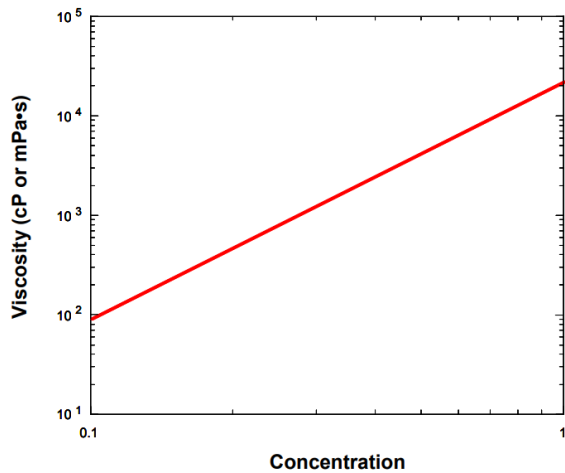


Figura 2.11: andamento della viscosità di una soluzione acquosa di gomma di xantano in funzione della concentrazione (CP Kelco,2008)

La figura 2.11 mostra la relazione tra concentrazione e viscosità per una soluzione di gomma di xantano: a basse concentrazioni, la viscosità risulta elevata grazie all'alto comportamento pseudoplastico del polimero.

In figura 2.12 è riportato il comportamento reologico della gomma di xantano: dal grafico della viscosità in funzione dello shear rate per diverse concentrazioni di polimero, è possibile notare l'alto grado di pseudoplasticità di questo polimero.

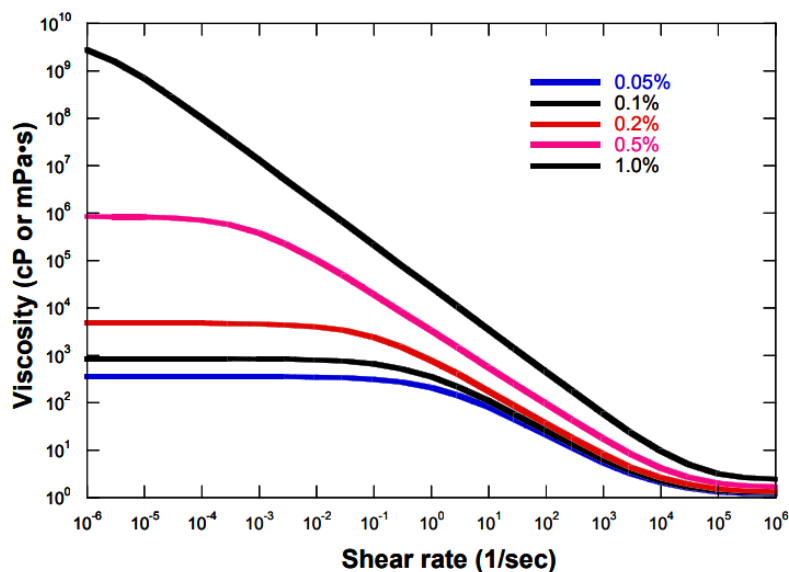


Figura 2.12: viscosità vs shear rate per soluzioni di gomma di xantano a diverse concentrazioni in peso (CP Kelco, 2008)

Dal grafico riportato in figura 2.12, si nota chiaramente che sia a basso che ad alto sforzo di taglio, la viscosità tende ad essere livellata, tranne che per concentrazioni di gomma di xantano molto elevate. Queste regioni in cui la viscosità tende ad essere costante nonostante l'aumento dello sforzo di taglio, sono note come alta e bassa regione Newtoniana, in cui il comportamento della soluzione è quindi approssimabile ad un fluido Newtoniano; per sforzi di taglio intermedi invece, la pseudoplasticità della soluzione diventa significativa e il fluido ha comportamento non-Newtoniano.

La presenza di sali può modificare la viscosità di una soluzione di gomma di xantano; l'effetto può essere più o meno marcato in base alla concentrazione di sale introdotta.

Ad una concentrazione di 0,25% di gomma di xantano presente, sali monovalenti come NaCl causano un debole calo della viscosità; a concentrazioni più elevate, la viscosità aumenta con la quantità di sale introdotta. Alla concentrazione di NaCl pari a 0,1%, si raggiunge un plateau di viscosità per cui addizioni ulteriori di sale non hanno effetto; questo andamento è mostrato in figura 2.13

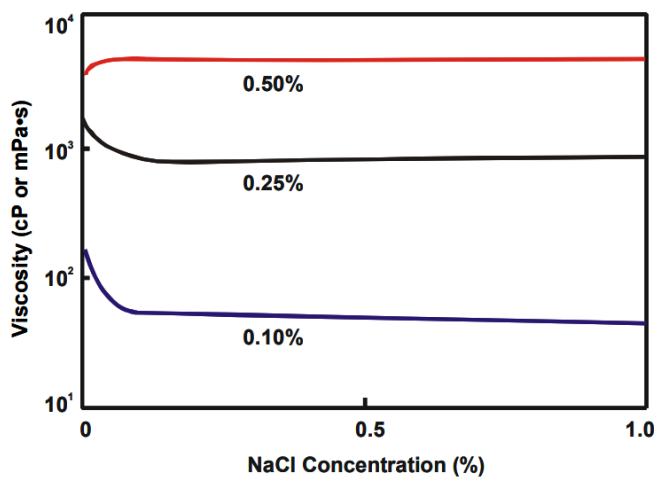


Figura 2.13: andamento della viscosità in funzione del quantitativo di NaCl aggiunto per soluzioni di Gomma di xantano alle concentrazioni di 0,1%, 0,25% e 0,5% (CP Kelco, 2008)

Per poter ottenere proprietà reologiche desiderate da una soluzione di gomma di xantano, si dovrebbe aggiungere qualche tipo di sale; di solito, i sali già presenti nell'acqua potabile, sono sufficienti per avere questi effetti.

Le soluzioni di gomma di xantano risultano poco influenzate dal pH: in un range di pH tra 2-12, non si hanno variazioni di viscosità significative; alcune differenze di viscosità sono però visibile in caso di soluzioni a bassa concentrazione; in figura 1.6 è riportato l'andamento della viscosità in funzione del pH per soluzioni di gomma di xantano a due diverse concentrazioni: è possibile notare che ad alti valori di pH, la viscosità tenda a diminuire leggermente e questa diminuzione è più pronunciata per la soluzione a concentrazione 0,2% rispetto a quella 0,5%.



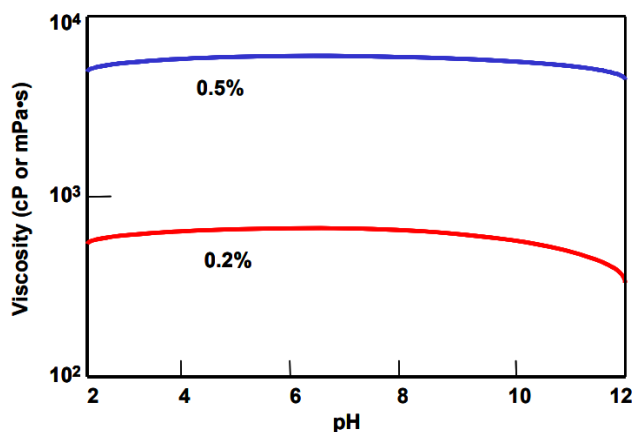


Figura 2.14: andamento della viscosità in funzione del pH per soluzioni di Gomma di xantano a concentrazione 0,2% e 0,5% (CP Kelko, 2008)

Le soluzioni di Gomma di xantano mostrano però una ottima stabilità a basso pH anche per lunghi intervalli temporali: a temperatura ambiente, la viscosità rimane stabile in presenza di acidi deboli, come mostrato in figura 2.15.

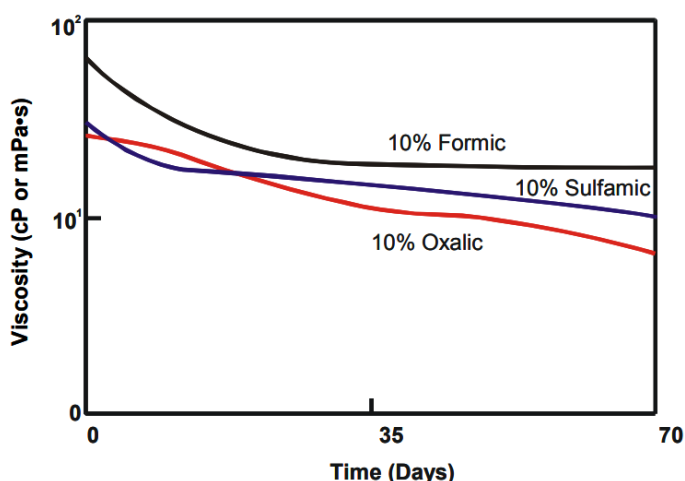


Figura 2.15: andamento della viscosità di una soluzione 1% di gomma di xantano in funzione del tempo in presenza di acidi deboli (CP Kelko, 2008)

Le soluzioni di gomma di xantano presentano un comportamento unico, in quanto sono in grado di mantenere inalterata la propria viscosità fino al raggiungimento della temperatura di fusione ( $T_m$ ). A questa temperatura, la viscosità cala rapidamente a causa di una transizione conformazionale reversibile: le catene macromolecolari passano, alla temperatura di fusione, da una forma ordinata ad una disordinata in cui il sistema perde la rigidità che gli conferiva l'alta viscosità. Una rappresentazione schematica di questa transizione è riportata in figura 1.8. La transizione risulta reversibile perché, raffreddando il sistema al di sotto della temperatura di fusione, le catene tornano a disporsi nella struttura ordinata caratteristica.

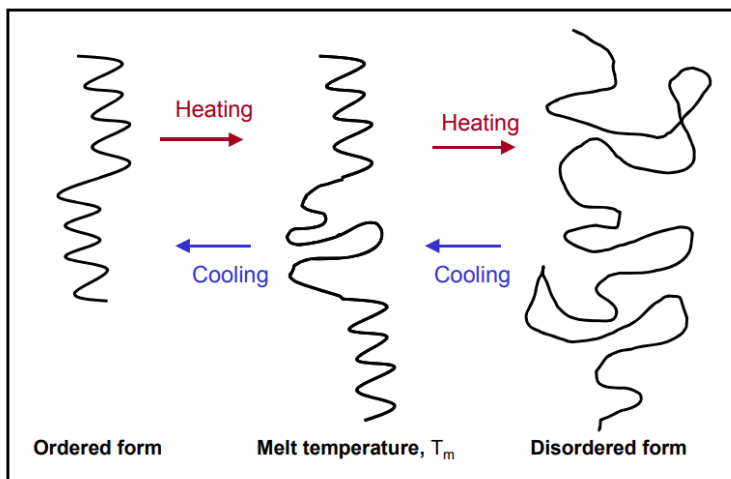


Figura 2.16: rappresentazione schematica della transizione conformazionale delle catene di Gomma di xantano alla temperatura di fusione (CP Kelco, 2008)

La presenza di sali all'interno della soluzione ha un importante effetto in questo frangente; aumentando la quantità di sale introdotto, sia un aumento della temperatura di fusione della soluzione: dalla figura 2.17 è possibile osservare che, anche se la viscosità di partenza risulta la medesima nonostante il diverso quantitativo di sale introdotto, la stabilità termica della soluzione è influenzata fortemente dall'aggiunta del sale; il crollo della viscosità avviene con pendenza meno ripida e a temperatura superiore per le soluzioni a maggior contenuto di NaCl.

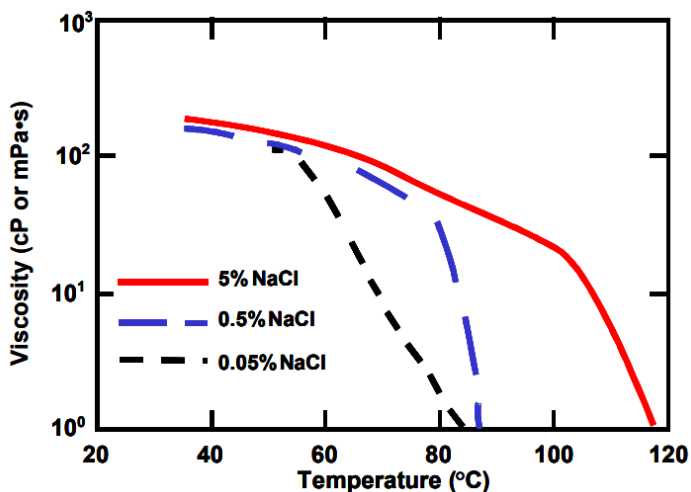


Figura 2.17: andamento della viscosità in funzione della temperatura per soluzioni di gomma di xantano a diverso contenuto di sale

#### 2.5.4 Proprietà reologiche delle soluzioni di gomma di xantano

Avendo un comportamento pseudoplastico di tipo “shear thinning” (la viscosità di una soluzione di gomma di xantano diminuisce in relazione allo sforzo di taglio applicato), è possibile considerare una soluzione di Gomma di xantano come un fluido non-Newtoniano; la

diminuzione di viscosità dipende sia dallo sforzo applicato che dalla concentrazione di polimero.

La gomma di xantano non mostra, nella maggioranza delle condizioni, un calo della viscosità sotto l'azione di uno sforzo costante e per questo possiamo concludere che non mostri comportamento trixotropico.

Le soluzioni di Gomma di xantano mostrano inoltre un comportamento di tipo viscoelastico. Quando un solido puramente elastico viene sottoposto ad uno stress, esso si deforma ma la deformazione risulta completamente reversibile quando lo stress viene rimosso. Un materiale viscoso invece fluisce sotto l'azione di un determinato stress, ma questa deformazione non può essere recuperata quando lo stress viene rimosso; la velocità con cui il liquido scorre esprime la velocità di deformazione. Un materiale viscoelastico ha un comportamento intermedio tra questi due estremi, ed è proprio il comportamento mostrato dalla gomma di xantano.

Per quantificare le proprietà viscoelastiche, è possibile misurare un modulo elastico ( $G'$ ) e un modulo viscoso ( $G''$ ).

In figura 2.18 è riportato il modulo elastico e viscoso per due fluidi con la stessa viscosità misurata.

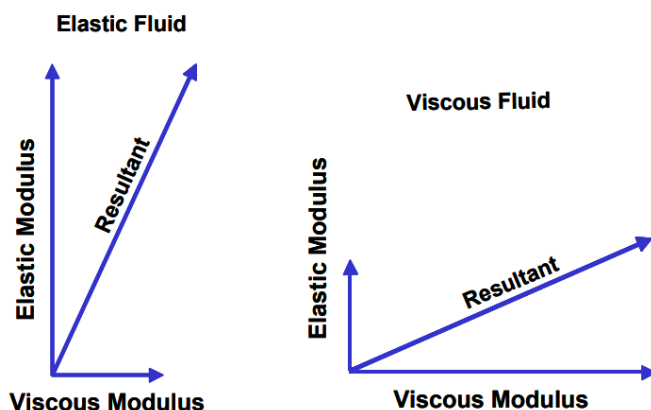


Figura 2.18: rappresentazione vettoriale del modulo elastico (sinistra) e viscoso (destra) (CP Kelco, 2008)

Analizzando questi due fluidi con un viscosimetro a sforzo di taglio costante, non è possibile distinguere tra modulo elastico e modulo viscoso in quanto il vettore risultante ha la stessa intensità: per questo motivo è possibile misurare solo la viscosità apparente e non quella reale. Eseguendo vere misure viscoelastiche è possibile constatare che i due fluidi si comportano in modo diverso: la viscosità apparente del fluido elastico deriva in massima parte dal suo modulo elastico e, viceversa, la viscosità apparente del fluido viscoso deriva in massima parte dal suo modulo viscoso.

La capacità di sospendere particelle insolubili e di stabilizzare un'emulsione deriva principalmente dal modulo elastico; in figura 2.19 è possibile osservare l'andamento del

modulo elastico al variare della frequenza di misurazione: grazie ad esso, la gomma di xantano risulta più efficiente rispetto ad altri polimeri commerciali nel sospendere particelle in soluzione.

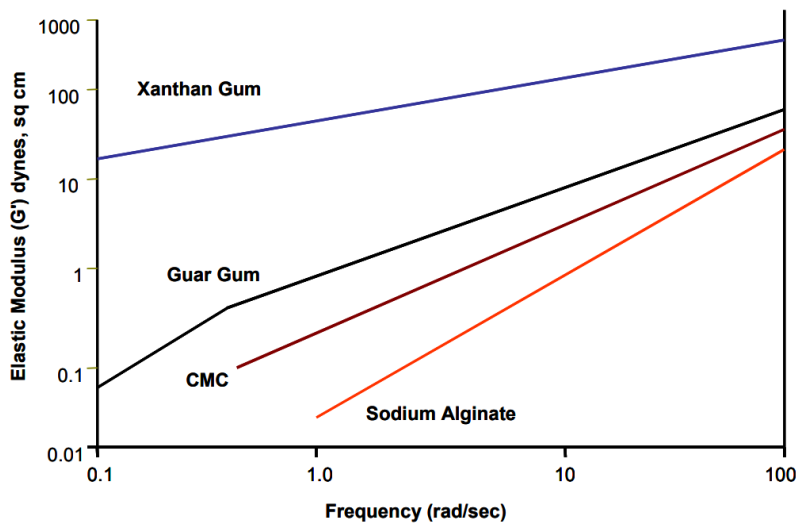


Figura 2.19: modulo elastico della gomma di xantano comparato a quello di altri polimeri al variare della frequenza di misurazione (CP Kelco, 2008)

È possibile quindi riassumere che, le soluzioni di gomma di xantano preparate per dissoluzione del polimero in acqua ad una temperatura moderata, tendono ad esibire un comportamento pseudoplastico con viscosità elevate anche a concentrazioni relativamente basse; occorre però considerare che la concentrazione ha un effetto considerevole sulle proprietà reologiche della soluzione, al contrario di pH e temperatura.

Per soluzioni di gomma di xantano abbastanza concentrate, la relazione che lega lo sforzo di taglio con la viscosità apparente, è espressa dalla Power-law o legge di Ostwald, con la seguente equazione:

$$\eta(\gamma) = K\gamma^{n-1} \quad (2.11)$$

Dove:

$\eta(\gamma)$  = viscosità dipendente dallo sforzo di taglio (viscosità apparente)

$\gamma$  = sforzo di taglio

K = indice di consistenza (costante)

n = indice di comportamento del flusso (costante)

se n tende ad 1, il comportamento “shear thinning” della soluzione risulta meno significativo in quanto per n=1 si considera che il fluido abbia comportamento Newtoniano.

Questa equazione verrà utilizzata durante la discussione delle prove sperimentali per determinare la viscosità del fluido di processo alle condizioni di analisi.

### **3. CONFIGURAZIONI INDAGATE E METODOLOGIA DI ACQUISIZIONE DEI DATI**

In questo capitolo sarà descritta la configurazione geometrica del reattore indagato e saranno fornite informazioni specifiche sull'acquisizione dei dati nelle tecniche PIV, PLIF e anche nelle prove rotazionali al reometro.

#### **3.1 Configurazione del reattore**

Il reattore utilizzato per effettuare le misurazioni è stato realizzato come reattore modello seguendo i criteri di scale down del digestore anaerobico industriale riportati nel capitolo 1.2. Il reattore presenta una geometria cilindrica a fondo piatto, costituito interamente in plexiglass in modo da essere trasparente (requisito fondamentale affinché la lamina laser possa penetrare e la telecamera possa acquisire le immagini); sul coperchio, sempre in plexiglass, sono presenti sia i fori per l'ingresso degli alberi dei tre agitatori, che un foro ulteriore per poter garantire l'accesso all'interno del reattore da parte dell'operatore.

I tre agitatori sono considerati geometricamente identici: ognuno presenta un albero con 6 pale poste ad una medesima distanza l'una dall'altra; le pale sono inclinate di  $45^\circ$  e, le tre pale inferiori sono orientate verso l'alto in modo da generare un movimento up-pumping mentre le tre pale superiori sono orientate verso il basso in modo da generare un movimento down-pumping; questa configurazione è la medesima di quella di brevetto del reattore industriale da cui il nostro reattore è derivato: il fine, sarebbe quello di garantire la sospensione del substrato solido in tutto il vessel.

Allo scopo di minimizzare gli effetti di rifrazione, a cui sarebbe stato soggetto il fascio di luce laser nell'attraversamento dell'interno del reattore, dovuti alla curvatura del serbatoio cilindrico, il reattore è stato inserito in un altro contenitore a forma di parallelepipedo, molto più grande e anch'esso in plexiglass, riempito con lo stesso fluido del reattore, ossia, acqua demineralizzata. Di seguito, in figura 3.1 è riportata una immagine del reattore utilizzato e in tabella 3.1 sono presenti le specifiche geometriche del sistema.

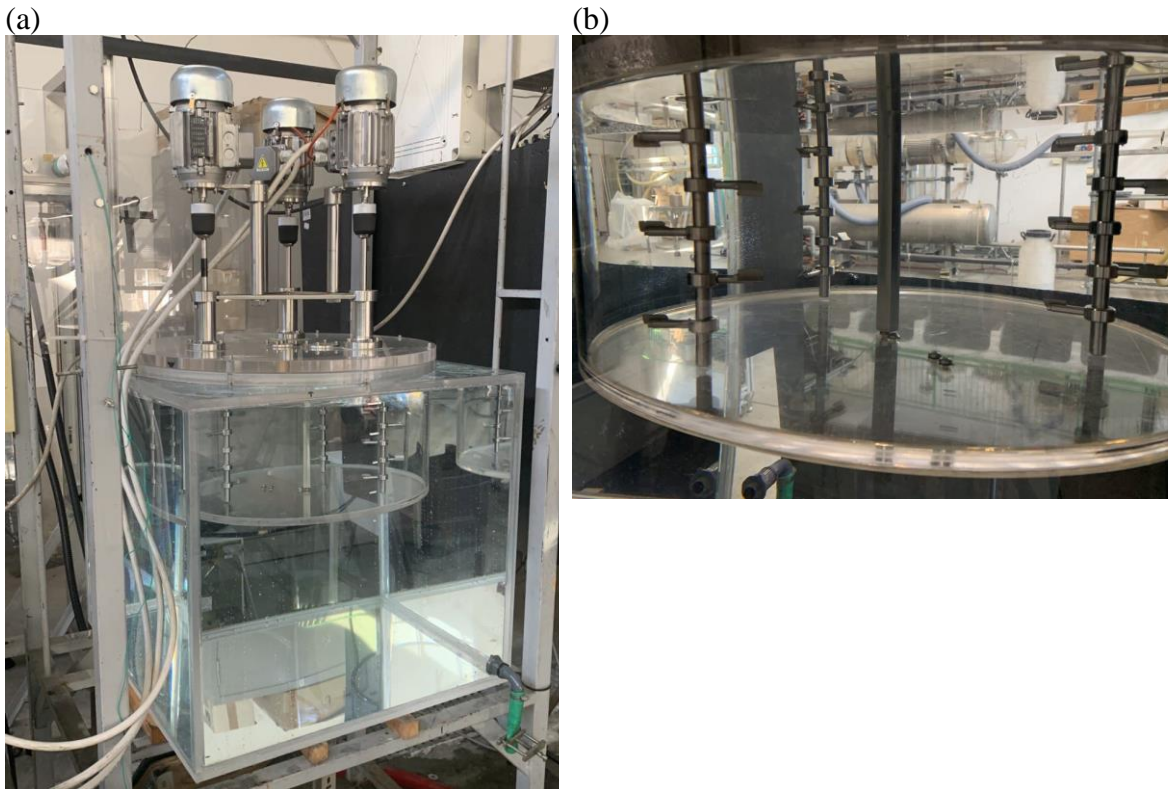


Figura 3.1: reattore utilizzato nelle prove (a) e configurazione delle pale nelle tre giranti presenti (b)

#### Dimensioni caratteristiche del reattore

|   |        |
|---|--------|
| H (altezza)                                     | 0,25m  |
| T (diametro)                                    | 0,49m  |
| D (diametro) girante                            | 0,09m  |
| Distanza tra le pale                            | 0,031m |
| Numero pale per albero                          | 6      |
| D (diametro) albero                             | 0,013m |
| Distanza tra una girante e il centro del vessel | 0,195m |
| H (altezza) liquido                             | 0,19m  |

Tabella 3.1: dimensioni caratteristiche del reattore investigato

La configurazione descritta è stata utilizzata sia per effettuare le prove con acqua demineralizzata che con la soluzione di 1g/kg di Gomma di xantano come fluido di processo

## 3.2 Acquisizione dei dati sperimentali

Di seguito, verranno indicate le metodiche di acquisizione dei dati sperimentali nelle tecniche precedentemente descritte.

### 3.2.1 Acquisizione con tecnica PIV

Le misure con la tecnica PIV devono essere eseguite considerando che:

- È opportuno eseguire le misure in un luogo oscurato, in modo da minimizzare il disturbo dovuto alla luce dell'ambiente e di massimizzare il rapporto segnale/rumore. Tale

condizione è stata realizzata operando in una stanza completamente buia e schermato il reattore con un telo nero posizionato sul coperchio e con cartoni neri disposti intorno ai lati.

- È necessario effettuare preliminarmente la determinazione del fattore di scala, vale a dire il rapporto fra le dimensioni reali dell'oggetto investigato e le dimensioni in pixel dell'immagine impressa nel CCD della telecamera. Tale determinazione viene effettuata, all'inizio di ogni acquisizione, mediante il software commerciale "Dynamic Studio" (Dantec Dynamics) che permette, mediante dei puntatori, di definire nell'immagine acquisita sul PC gli estremi di un oggetto di riferimento all'interno del reattore: assegnando all'immagine del riferimento le dimensioni reali, in tal modo si risale al fattore di scala.

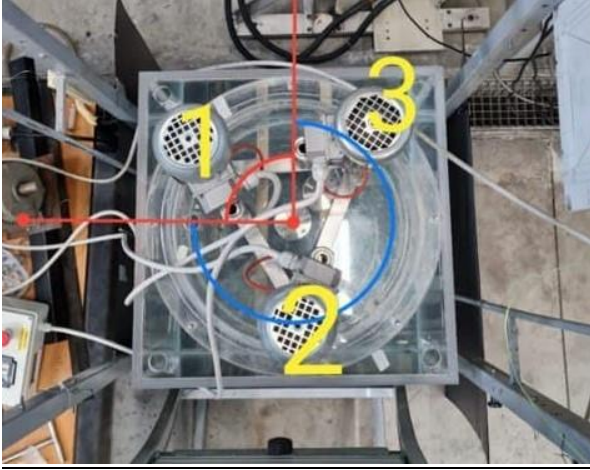
### **3.2.1.1 Acquisizione su piani orizzontali**

In queste misurazioni si vogliono determinare le componenti radiali e tangenziali del campo di velocità all'interno del reattore agitato, e la conseguente componente risultante: il fascio di luce laser deve quindi essere orizzontale. A causa del posizionamento del sistema, non è stato possibile introdurre verticalmente una telecamera in modo ortogonale rispetto al piano di luce laser che seziona il reattore orizzontalmente. Questo problema è stato risolto mediante l'utilizzo di uno specchio inclinato di  $45^\circ$ , posizionato sotto il reattore: sfruttando la riflessione della luce, l'immagine del fondo del reattore veniva riflessa dallo specchio in direzione della telecamera la quale, al fine di una buona misurazione, doveva essere opportunamente orientata in modo da ricevere la luce perpendicolarmente e senza distorsioni. Per quanto riguarda i piani orizzontali indagati, sono state scelte diverse posizioni a fissata distanza dal fondo del reattore. La telecamera è quindi stata posta su un treppiede davanti al reattore e in direzione perpendicolare rispetto al fascio di luce laser.

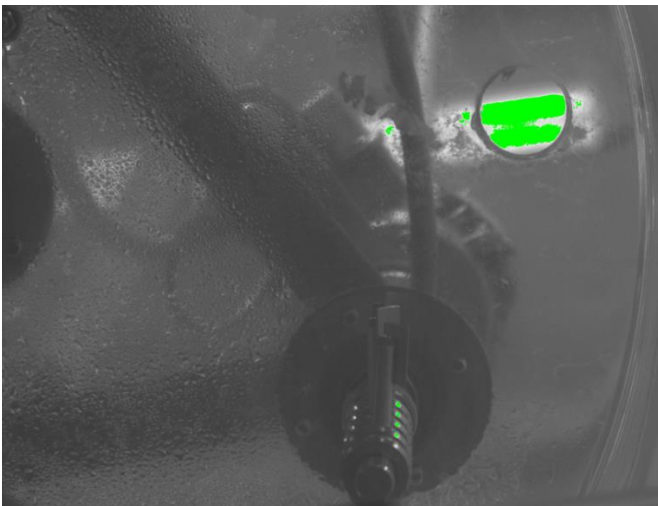
Per le acquisizioni sul piano orizzontale, al fine di poter osservare una estensione maggiore del piano investigato rispetto alla piccola porzione riflessa grazie allo specchio, si è deciso di operare una rotazione in senso orario del coperchio del reattore, causando quindi uno spostamento delle giranti: considerando però le giranti geometricamente identiche, è in questo modo possibile visualizzare diverse sezioni del reattore.

Sono state identificate tre posizioni, denominate Posizione 1, Posizione 2 e Posizione 3.

Nella figura 3.2, che rappresenta la Posizione 1, è possibile osservare il reattore visto dall'alto: le giranti sono state denominate come 1,2 e 3. Nell'immagine 3.3 è riportata la visuale ottenibile grazie alla telecamera di questa posizione.



*Figura 3.2: Posizione 1 del coperchio del vessel e numerazione delle giranti*

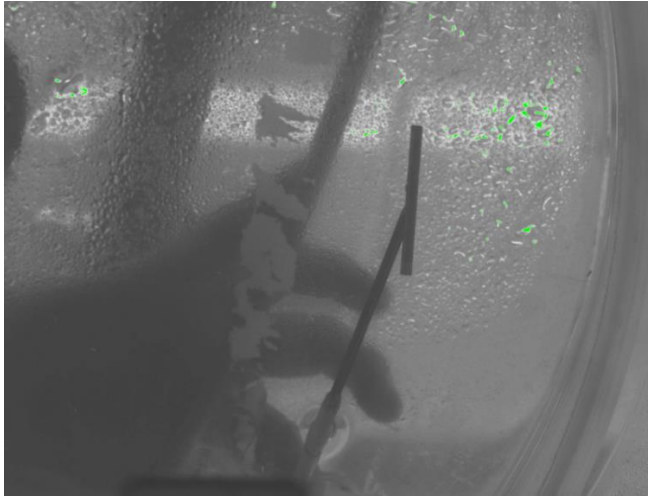


*Figura 3.3: visuale catturata dalla telecamera con il sistema in Posizione 1*

Come è possibile osservare dalla figura 3.3, nella Posizione 1 si osserva chiaramente la girante 3 il cui albero e pale sono visibili nel fondo sinistro dell'immagine.

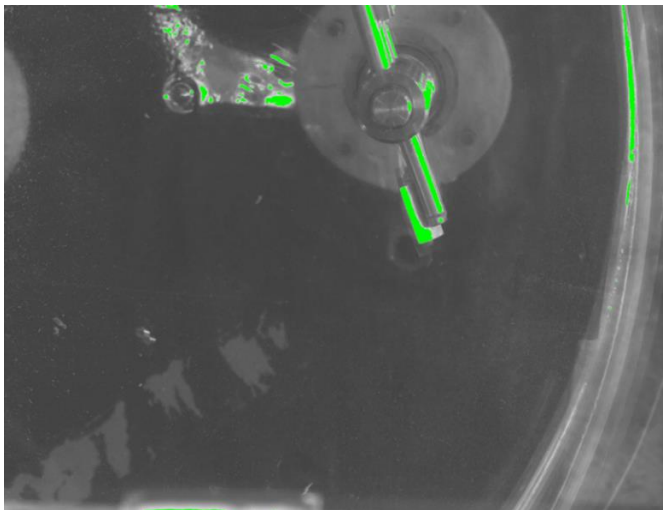
La Posizione 2 si ottiene per rotazione di  $45^\circ$  in senso orario della Posizione 1: in questo modo non è possibile osservare direttamente nessuna delle tre giranti, ma si investiga lo spazio intermedio tra le giranti 1 e 2. In figura 3.4 è riportata la visuale catturata dalla telecamera in questa posizione; nell'immagine è presente anche un oggetto estraneo al reattore, che è stato inserito manualmente al fine di poter effettuare le operazioni di calibrazione.





*Figura 3.4: visuale catturata dalla telecamera con il sistema in Posizione 2*

Ruotando ulteriormente il coperchio di altri  $45^\circ$  sempre in senso orario rispetto alla Posizione 2, si ottiene la Posizione 3 in cui è possibile osservare la girante 2 di cui l'albero e le pale sono visibili in alto a sinistra nell'immagine riportata in figura 3.5

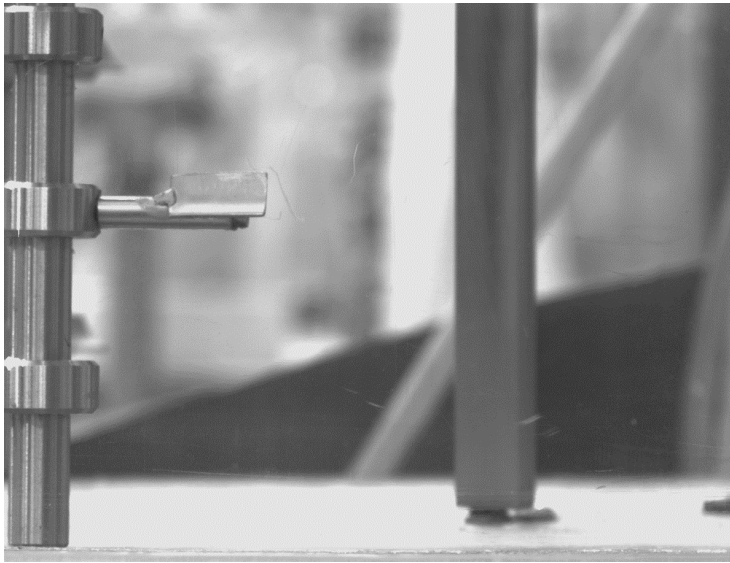


*Figura 3.5: visuale catturata dalla telecamera con il sistema in Posizione 3*

### **3.2.1.2 Acquisizione su piani verticali**

Lo scopo di questo tipo di prove è quello di misurare le componenti radiali e assiali della velocità all'interno del reattore. Il laser è fissato su di una slitta, ancorata ad un piano di appoggio posizionato di fronte al reattore, che permette movimenti orizzontali e verticali del laser stesso. La telecamera era posta su di un piedistallo davanti al reattore perpendicolarmente al fascio laser che seziona verticalmente il reattore. Il piano verticale investigato è quello relativo alla Posizione 3 con il laser centrato sull'asse dell'albero della girante

In figura 3.6 è riportata l'immagine che viene catturata dalla telecamera in queste condizioni



*Figura 3.6: visuale catturata dalla telecamera per le analisi sul piano verticale*

Sono stati indagati gli stessi piani sia per le prove con acqua demineralizzata che con la soluzione di Gomma di xantano.

### **3.2.1.3 Concentrazione ottimale di particelle di tracciante**

Prima di effettuare le misure vere e proprie, è necessario determinare la giusta quantità di particelle traccianti da inserire nel sistema (operazione di seeding). La procedura empirica messa a punto in questo lavoro consente di determinare rapidamente la concentrazione ottimale anche se risulta comunque fondamentale l'esperienza dell'operatore nel valutare la bontà dell'inseminazione. In sintesi, la procedura è la seguente:

1. Riempire il reattore con il fluido di processo fino al raggiungimento dell'altezza decisa per la prova
2. Prelevare con una spatola una piccola quantità di particelle di tracciante dal contenitore, e trasferirle sulla superficie del liquido nel reattore
3. Agitare il sistema grazie alle giranti per omogeneizzare le particelle nel fluido
4. Indirizzare un fascio laser sul piano di analisi e grazie al software di elaborazione dati, osservare la densità e la dispersione delle particelle di tracciante nel fluido: utilizzando lo zoom e introducendo una griglia di dimensioni pari a quella dell'area di interrogazione.

L'operazione deve essere ripetuta ogni volta che si svuota il reattore.

Prima di iniziare una acquisizione è necessario movimentare per qualche minuto il fluido per favorire la sospensione delle particelle, specialmente se il sistema è rimasto fermo per diversi giorni (potrebbero infatti essersi depositate particelle sul fondo del tank).

#### **3.2.1.4 Numero di immagini da acquisire**

Il numero di immagini da acquisire per determinare in maniera corretta la componente di velocità media, deve essere abbastanza elevato da garantire l'indipendenza statistica delle misure. La coppia di immagini acquisite, viene suddivisa in piccole porzioni denominate "aree di interrogazione" che divengono l'elemento unitario di base nel calcolo.

Ogni area di interrogazione della prima immagine si correla a quella corrispondente della seconda immagine in modo da stimare un vettore di spostamento delle particelle presenti nell'area considerata. Questa analisi permette infatti di calcolare la posizione più probabile in cui le particelle si posizioneranno all'interno di ciascuna area di interrogazione.

In questo lavoro, l'elaborazione delle immagini è stata eseguita col software Dynamic Studio e considerando un'area di interrogazione di 32x32 pixel con una sovrapposizione del 50% tra due aree di interrogazione adiacenti al fine di ottimizzare l'uso delle informazioni presenti nell'immagine (Gòmez, 2010).

Nel presente lavoro sono state acquisite 1000 immagini nelle prove effettuate con acqua e 2000 in quelle effettuate con la soluzione di gomma di xantano.

#### **3.2.1.5 Determinazione dell'intervallo temporale tra due impulsi laser**

Una delle problematiche principali nell'ottenere misure di velocità adeguate in un sistema ampio come quello investigato, sta proprio nella selezione del tempo di intervallo tra due impulsi laser (e quindi tra due fotogrammi catturati dalla telecamera).

Dato che il  $\Delta t$  dipende dalle velocità locali nel sistema, occorre poterne dare una definizione al fine di poter discriminare tra vettori validi e non all'interno dell'immagine acquisita.

Un metodo efficace per catturare il numero massimo di coppie di particelle è quello di definire lo spostamento della particella come un quarto dell'area di interrogazione ( $L_{IA}$ )

Il tempo di separazione  $\Delta t$  è determinato come funzione del fattore di scala dell'oggetto dell'immagine ( $S$ ), di  $L_{IA}$  e della massima velocità raggiungibile all'interno del sistema, la velocità di bordo pala dell'impeller  $V_{tip}$ :

$$\Delta t = \frac{0,25L_{IAS}}{Vtip} \quad (3.1)$$

Tuttavia, essendo il campo di velocità nel reattore fortemente tridimensionale, il movimento delle particelle attraverso il piano influisce sulla precisione della misurazione, per questo,  $\Delta t$  e lo spessore del fascio laser ( $z_l$ ), devono essere scelti in relazione alla velocità perpendicolare al piano di misura ( $U_z$ ), in modo che anche la seguente relazione venga soddisfatta (C.Gòmez, 2010):

$$\frac{U_z \Delta t}{z_l} \leq 0,25 \quad (3.2)$$

Nel presente lavoro di tesi, la stima dell'intervallo temporale sarà basata su questi criteri.

### **3.2.2 Acquisizione con tecnica PLIF**

Analogamente alla tecnica PIV, le prove PLIF devono essere eseguite in un luogo oscurato, in modo da minimizzare il disturbo dovuto alla luce dell'ambiente e da massimizzare il rapporto segnale/rumore. La disposizione delle apparecchiature è identica a quella descritta per le prove PIV-2D sul piano verticale. La differenza sostanziale rispetto alle misure PIV, in termini di componenti del sistema, è l'inserimento nel reattore del tracciante fluorescente (Rhodamina-6G). Dopo aver riempito il reattore con il fluido prescelto, le prime operazioni da effettuare sono (come nella tecnica PIV), la messa a fuoco e la determinazione dell'apertura dell'obiettivo della telecamera. L'utilizzo della Rhodamina-6G, che emette nello spettro giallo/arancione, rende necessaria l'applicazione di un filtro arancione alla telecamera. Per introdurre il colorante si utilizza una siringa di vetro che viene riempita con 10ml di soluzione di Rodamina, facendo attenzione a non avere bolle d'aria all'interno della siringa. Ci si avvicina poi al reattore e si introduce la siringa nel tank grazie al foro che è posto sul coperchio: una volta che la siringa raggiunge la posizione desiderata si abbassa lo stantuffo rapidamente (l'iniezione deve essere il più possibile istantanea). Durante l'iniezione il sistema laser e le giranti devono essere attivi, in quanto il calcolo del tempo di miscelazione parte non appena l'introduzione del colorante è conclusa.

### **3.2.3 Preparazione delle soluzioni acquose di gomma di xantano**

La gomma di xantano è solubile sia in acqua calda che fredda, e, come la maggior parte degli idrocolloidi, necessita di una forte agitazione quando viene introdotta in acqua per evitare la formazione di fiocchi (Song, 2006).

Nel presente lavoro, per le prove al reometro, soluzioni a concentrazione 1,0, 2,5 e 5,0 g/kg di gomma di xantano sono state preparate aggiungendo il corretto quantitativo di polimero all'interno di becker contenenti 60ml di acqua demineralizzata; la soluzione è stata mantenuta in forte agitazione con un agitatore magnetico a temperatura ambiente, al fine di evitare la formazione di fiocchi. La miscelazione è stata perpetrata per un'ora, fino a che la soluzione risultava omogenea. Per eliminare le bolle d'aria solubilizzate nel bulk della fase durante la miscelazione, i preparati sono stati fatti riposare per 2 ore prima di eseguire le analisi al reometro.

Per le prove PIV è stata invece preparata, all'interno del vessel riempito fino ad un'altezza di 19cm di acqua demineralizzata, una soluzione di gomma di xantano a concentrazione 1,0g/kg introducendo piccole aliquote di polimero ad intervalli temporali di 30 minuti e mantenendo la soluzione in agitazione costante a 200rpm. Terminata l'aggiunta, la soluzione è rimasta in agitazione fino ad ottenere una completa dissoluzione del polimero senza la presenza di fiocchi evidenti. Per completare l'idratazione del polimero e favorire la rimozione di qualsiasi bolla d'aria eventualmente rimasta intrappolata, la soluzione preparata è stata tenuta a riposo per più di 12 ore prima di effettuare le analisi.

### **3.2.4 Acquisizioni con reometro**

Per poter analizzare campioni tramite reometro occorre innanzitutto preparare le soluzioni che si vogliono analizzare ed assicurarsi che all'interno non siano presenti bolle d'aria o particelle contaminanti. Le operazioni da eseguire per l'analisi al reometro sono le seguenti:

1. Accendere il computer con il software di controllo del reometro e procedere all'accensione dello strumento
2. Accendere il bagno termostato che permette il controllo della temperatura durante l'esecuzione delle prove
3. Scegliere e avvitare nell'apposito rotore, lo strumento di misurazione per il campione che si vuole analizzare; nel presente lavoro è stato utilizzato un cilindro ad immersione con fondo piano

4. Introdurre all'interno del cilindro di contenimento il campione e procedere a fissarlo in modo da non avere movimenti imprevisti durante l'acquisizione
5. Introdurre sul software i parametri di misura (shear rate, temperatura, numero di misurazioni) e far abbassare lo strumento di misura con l'apposito comando fino al raggiungimento del  $\text{gap}=0$  tra il campione e la testa di misura. In questo caso specifico, per tutti i campioni è stata effettuata un'analisi imponendo un intervallo di shear rate di  $0,1-100 \text{ s}^{-1}$  e sono state effettuate prove, per ognuna delle concentrazioni investigate alle temperature di  $20, 25$  e  $30^\circ\text{C}$  al fine di osservare eventuali variazioni della viscosità. Le temperature investigate sono quelle registrate durante le acquisizioni PIV).
6. Dare il via all'analisi e attendere fino al completamento; una volta completata la misura occorre svitare e pulire sia la testa di misurazione che il cilindro che contiene il campione prima di poter eseguire una nuova prova. Per pulire utilizzare un pezzo di carta e sciacquare facendo però attenzione ad asciugare il tutto perfettamente.



*Figura 3.7: reometro Anton-Paar utilizzato nelle prove sperimentali con testa di misurazione ad immersione*

Per ogni concentrazione, sono state acquisite tre misurazioni per ogni temperatura, al fine di calcolare media e deviazione standard sui valori di viscosità apparente.

## **4. PROCEDURA PER L'ELABORAZIONE DEI DATI ACQUISITI**

Di seguito sono riportate le operazioni eseguite per elaborare i dati grezzi ed ottenere i risultati finali.

### **4.1 Elaborazione delle immagini PIV**

Viene riportata la procedura seguita sul software Dynamic Studio, sia per piani verticali che orizzontali, al fine di ottenere dalle immagini raccolte in partenza, il campo di moto medio del fluido sottoposto ad agitazione.

La procedura è quella seguente:

1. Image Mean: è un metodo numerico che calcola l'intensità media di tutti i pixel che compongono l'immagine;
2. Image Arithmetic: l'immagine media viene sottratta da tutte le immagini in modo da attenuare il rumore associato al segnale;
3. Cross-Correlation: genera un vettore velocità medio, dato dal picco principale della funzione cross-correlazione, che fornisce il vettore spostamento medio per ogni area di interrogazione (IA); diviso per il tempo tra le immagini fornisce il vettore velocità. La dimensione delle IA adoperata è pari a  $32 \times 32$  px.
4. Peak Validation: valuta la qualità del vettore medio restituito dalla funzione cross-correlation attraverso il confronto del picco principale con il secondo picco: se il rapporto tra i due picchi, è minore di un valore preimpostato, allora la correlazione è di tipo casuale: quindi, il vettore verrà scartato. In caso contrario, esiste correlazione ed il vettore viene accettato. Nel presente lavoro, si è adottato un rapporto tra i picchi pari a 1.2.
5. Range Validation: utile ad eliminare i vettori che non rispettano i requisiti del modulo della grandezza misurata. Occorre precisare che la massima velocità del fluido nel reattore è pari alla velocità periferica della girante. Quindi, per ogni velocità di agitazione considerata, vengono eliminati tutti vettori con modulo maggiore o uguale a  $V_{tip}$  (nel presente lavoro le  $V_{tip}$  da considerare sono tre avendo tre diverse velocità di agitazione).
6. Vector Statistics: restituisce la mappa vettoriale risultante dalla media delle mappe istantanee scaturite dalla "Range Validation"

I risultati di questa serie di operazioni sono trasferiti in un foglio di calcolo excel riassuntivo, dove per ogni vettore presente nella mappa sono riportati: posizione rispetto all'origine del sistema di riferimento, componenti e modulo della velocità media, fluttuazioni di velocità, status del vettore (0 = vettore valido; 1 = vettore rigettato, generato da disturbi) e il numero N di vettori istantanei validi su cui viene fatta la media in una determinata posizione. Si è operato un cambiamento di coordinate rispetto a quelle utilizzate dal programma di elaborazione delle immagini a supporto della PIV. In particolare, mentre il programma usa un sistema di riferimento cartesiano, centrato sul vertice in basso a sinistra dell'immagine acquisita, i risultati sono trasformati, nel caso di misure sul piano orizzontale, in un sistema di coordinate cartesiane in cui il centro degli assi è posizionato sul centro dell'albero della girante visibile nell'immagine di calibrazione, e poi in un sistema di coordinate cilindriche  $r, \theta$ , centrato nel centro del reattore, con  $r$  quale coordinata radiale,  $\theta$  circonferenziale. Nel caso di misure sul piano verticale si è considerato un sistema di coordinate cartesiane con il centro degli assi posizionato al centro del setto di giunzione che connette la penultima pala all'albero della girante.

La simbologia adottata è quella di uso comune; si indica con:

- U la componente assiale del vettore di velocità medio
- V la componente radiale del vettore di velocità medio
- Length il modulo del vettore di velocità medio sul piano
- W la componente tangenziale del vettore di velocità medio
- V, U e W risultano positivi quando concordi col proprio asse di riferimento

Per ottenere una mappa vettoriale significativa i dati con bassa validazione (N minore di 250) sono stati eliminati.

Attraverso il programma Matlab è stata poi ricostruita la mappa vettoriale.

## **4.2 Sistema di riferimento adottato nelle immagini PIV**

Per poter analizzare e confrontare i risultati ottenuti, è necessario identificare un sistema di riferimento coerente e costante in tutte le prove acquisite.

### **4.2.1 Sistema di riferimento sul piano orizzontale**

In figura 4.1 sono riportate le immagini che si ottengono sul piano orizzontale posto ad altezza  $z=3,2\text{cm}$  dal fondo del reattore, per le diverse Posizioni del coperchio del reattore identificate precedentemente; per la Posizione 1 e 3 il centro del sistema è stato posto all'interno della circonferenza dell'albero della girante visibile nell'immagine. Per la Posizione 2 non è invece



stato identificato un centro di riferimento per mancanza di oggetti visibili all'interno dell'immagine: è stato introdotto un oggetto esterno nel sistema su cui poter operare la calibrazione, ma questo non è stato poi mantenuto all'interno del reattore.

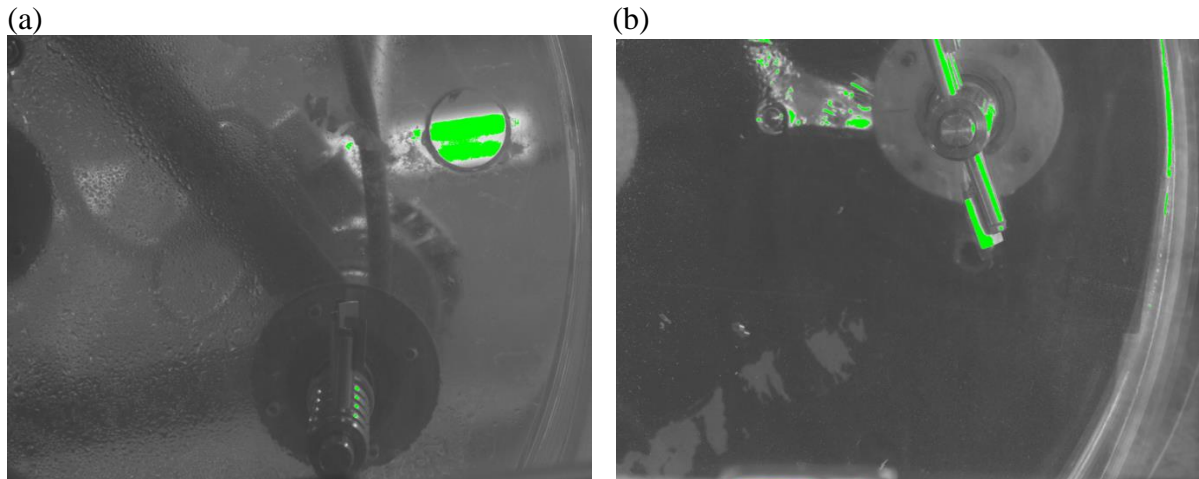


Figura 4.1: visualizzazione del sistema di riferimento per le Posizioni 1 (a) e 3 (b) del piano orizzontale

In tabella 4.1 e 4.2 sono riportate le coordinate dei punti presi come centro del piano cartesiano

#### Posizione 1

|        |       |
|--------|-------|
| x (mm) | 111,2 |
| y (mm) | 17,21 |

Tabella 4.1: coordinate centro degli assi Posizione 1

#### Posizione 3

|        |       |
|--------|-------|
| x (mm) | 123,1 |
| y (mm) | 128,3 |

Tabella 4.2: coordinate centro degli assi Posizione 3

### 4.2.2 Sistema di riferimento sul piano verticale

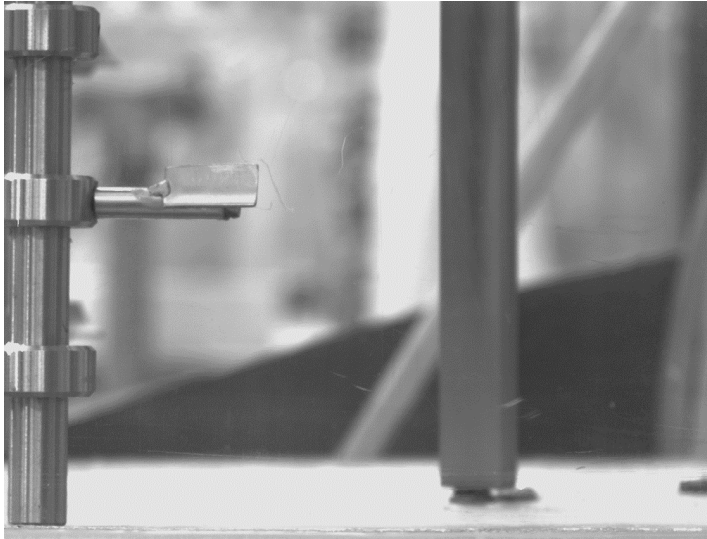
In figura 4.2 è riportata l'immagine che si ottiene sul piano verticale posto sull'asse della girante 2 con il coperchio del reattore in Posizione 3; queste sono le condizioni in cui sono state svolte tutte le analisi di piano verticale, sia per acqua demineralizzata che per la soluzione di acqua e Gomma di xantano.

Le coordinate del centro del sistema cartesiano utilizzato, che corrisponde al centro del bullone di giunzione che connette l'albero della girante con la penultima pala dal fondo del reattore, sono riportate in Tabella 4.3

#### Piano verticale

|        |       |
|--------|-------|
| x (mm) | 8,8   |
| y (mm) | 68,33 |

Tabella 4.3: coordinate del centro degli assi piano verticale



*Figura 4.2: visualizzazione del sistema di riferimento per il piano verticale*

### **4.3 Elaborazione delle immagini PLIF**

La procedura da applicare ad ogni serie di immagini acquisite con la tecnica PLIF, al fine di ricavare il tempo di miscelazione del sistema analizzato è la seguente:

1. Si oscurano le zone esterne al campo di moto attraverso la funzione “Masking Image”. La “maschera” da applicare ad ogni immagine viene definita attraverso la funzione “Define Mask”. Con questo metodo si oscurano tutte le zone dell’immagine non interessate dal moto del fluido (ad esempio albero e giranti). Una precisa realizzazione di questa procedura è di fondamentale importanza affinché il calcolo del tempo di miscelazione non sia falsato dall’analisi di zone in cui non vi è moto del fluido.
2. Si genera l’immagine media dei fotogrammi “iniziali” (precedenti all’iniezione del tracciante), utilizzando la funzione “Mean Image”.
3. Si sottrae l’immagine media “iniziale” da tutte le immagini acquisite “mascherate” tramite la funzione “Substract Image”. In tal modo si ottengono nuove immagini prive del “rumore di fondo” contenuto nell’immagine media iniziale.
4. Si sottrae l’immagine media “iniziale” dall’immagine media “finale” per mezzo della funzione “Substract Image”, per l’eliminazione del “rumore di fondo”.
5. Si dividono le immagini mascherate depurate dal rumore di fondo per l’immagine media finale, depurata anch’essa dal rumore di fondo tramite la funzione “Divide by image”. In questo modo si opera una “normalizzazione” delle immagini, che vengono divise per l’intensità media dell’immagine a completa miscelazione.

6. Si moltiplicano aritmeticamente le immagini ottenute al punto precedente per un valore compreso tra 500 e 2000 attraverso la funzione “Multiply by”. Questa operazione viene eseguita per aumentare l’intensità dei pixel in modo da permettere una buona visualizzazione delle immagini. Il fattore di moltiplicazione è funzione del tipo e della quantità di tracciante iniettato: l’intervallo indicato (500-2000) è quello ottimale per l’utilizzo di Rhodamina-6G. Nel presente lavoro, il fattore moltiplicativo utilizzato è 1000.

Dopo aver completato l’elaborazione delle immagini, è possibile determinare il tempo di miscelazione del sistema, ossia il tempo necessario per ottenere un determinato grado di omogeneità del sistema in seguito all’aggiunzione del colorante fluorescente.

Questa determinazione è fatta mediante l’analisi del coefficiente di variazione (CoV) delle immagini acquisite.

Il CoV di una immagine è definito come segue:

$$CoV = \frac{Ci - \bar{C}}{\bar{C}} \quad (4.1)$$

Dove:

$Ci$  = concentrazione del tracciante nel pixel  $i$ -esimo dell’immagine

$\bar{C}$  = concentrazione media del tracciante in tutta l’immagine

Dal valore di CoV si ricava il CoV adimensionale che è definito come:

$$CoV_{adim} = \frac{CoVi - C\bar{O}Vfin}{CoViniz - C\bar{O}Vfin} \quad (4.2)$$

Dove:

$CoVi$  = CoV dell’immagine  $i$ -esima

$C\bar{O}Vfin$  = CoV medio finale (delle ultime 50 immagini acquisite)

$CoViniz$  = CoV medio iniziale (delle prime 50 immagini acquisite, prima che fosse introdotto il tracciante).

Per calcolare il CoV delle immagini è stato utilizzato Matlab, con un programma specifico in grado di riportare i dati di CoV su file .txt. Il calcolo del CoVadim è stato poi eseguito su foglio excel.

#### 4.4 Elaborazione dei dati ottenuti dal reometro

Dal reometro, grazie al software di elaborazione dati, è possibile ottenere direttamente sia il grafico che riporta l'andamento di shear stress e viscosità in funzione dello shear rate, ma anche già l'equazione della legge reologica che descrive l'andamento dello shear stress in funzione dello shear rate secondo il modello che maggiormente segue l'andamento sperimentale; nel nostro caso, con soluzioni di Gomma di xantano alla concentrazione di 1,0g/kg; 2,5g/kg e 5,0g/kg, il modello più adatto è quello di Ostwald, rappresentato da un'equazione del tipo:

$$y = ax^b \quad (4.3)$$

Dove:

y= shear stress

x= shear rate

a=consistency index

b=power number

Conoscendo l'equazione della curva è quindi poi possibile calcolare la viscosità apparente della soluzione. I dati, che vengono direttamente interpolati dal programma Rheoplus di Anton-Paar, sono poi esportabili come file excel formato .csv per poter eseguire ulteriori analisi.

Nel presente elaborato i dati esportati sono stati riportati in grafico su excel come viscosità in funzione dello shear rate, per poter confrontare la variazione di viscosità al variare della concentrazione e della temperatura. I risultati sperimentali sono poi riportati nella sezione 5.3

## 5. RISULTATI SPERIMENTALI

### 5.1 Misure preliminari e identificazione dei parametri di misura

Prima di effettuare le misure sperimentali per la caratterizzazione fluidodinamica del reattore considerato, occorre eseguire prove preliminari per poter quantificare l'errore associato alla misura, e conoscere attraverso quali parametri sia possibile minimizzare questi errori.

Per poter effettuare queste misure è stato considerato il reattore con il coperchio in Posizione 1 (precedentemente identificata) con un piano di misura orizzontale posto a 1,5cm dal fondo del reattore.

#### 5.1.1 Determinazione del tempo tra gli impulsi laser

Il tempo che intercorre tra due impulsi laser consecutivi ha effetto sulla qualità delle immagini acquisite; per identificare l'entità di questo effetto, sono state eseguite prove ai seguenti valori di  $\Delta t$ : 300, 600, 900, 1200, 2000, 3000 e 4000 $\mu$ s. Sono state acquisite 1000 immagini per ogni prova con una velocità di rotazione degli alberi di 133rpm con rotazione in senso antiorario.

Nella figura 5.1, è riportata la mappa vettoriale del campo di moto medio ottenuto nell'acquisizione con  $\Delta t$  pari a 1200 $\mu$ s. La scala dei colori indica il modulo della velocità sul piano in [m/s].

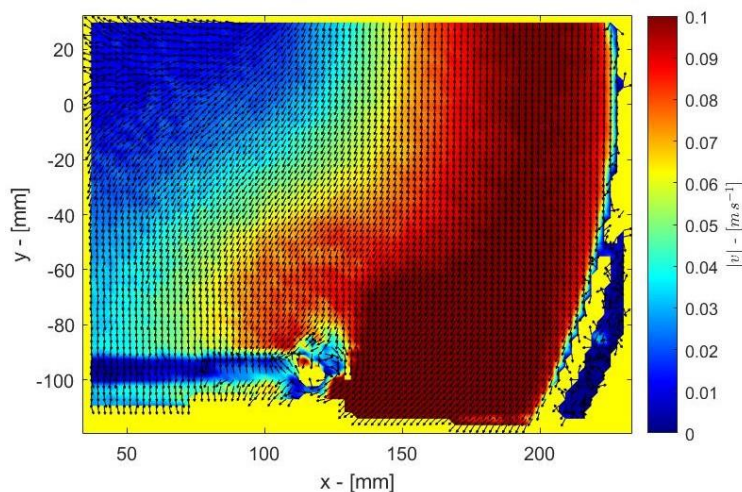


Figura 5.1: Campo di moto a  $\Delta t=1200\mu$ s

Nella mappa mostrata è stato considerato come punto di riferimento, il centro dell'albero di una delle tre giranti presenti nel reattore, visibile nell'immagine. È possibile notare un getto discendente deciso a destra della girante investigata, il quale è in uscita dall'altra girante presente, non visibile in figura. Il getto in uscita dalla seconda girante risulta infatti entrante

nella girante investigata la quale, essendo orientata verso l'alto (modalità "up-pumping") spinge verso l'alto il flusso in uscita: il flusso in uscita da questa girante si va però a scontrare col flusso in uscita dalla terza girante, creando quindi sulla sinistra una zona stagnante a bassa velocità.

In figura 5.2, è riportato in grafico, l'andamento del profilo di velocità ad una ottenuti al variare del  $\Delta t$ , considerando un angolo  $\vartheta=30^\circ$ . La velocità (Lenght/ $\sqrt{t}$ ) è stata normalizzata per  $V_{tip}$  e la coordinata radiale ( $r$ ) è stata normalizzata per il diametro del reattore ( $T$ ).

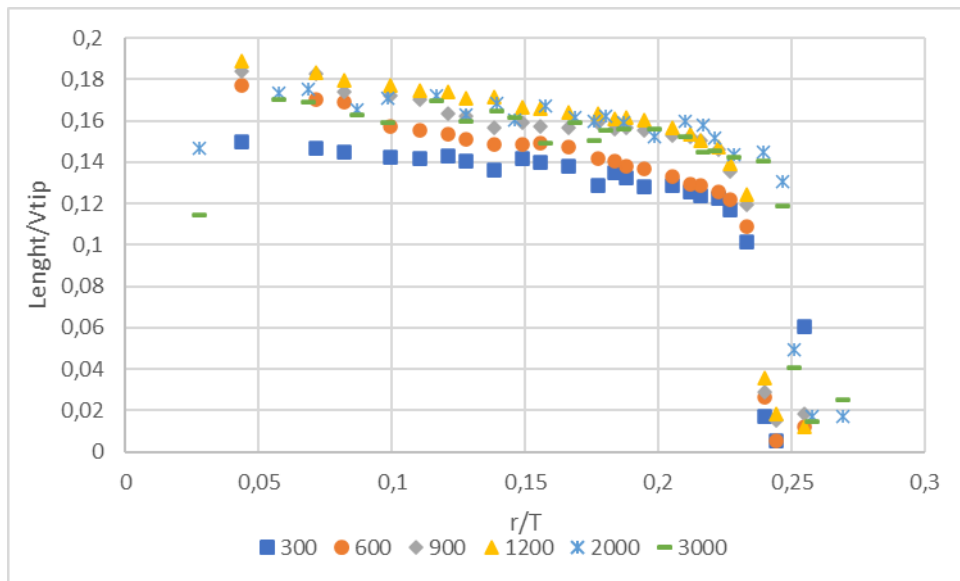
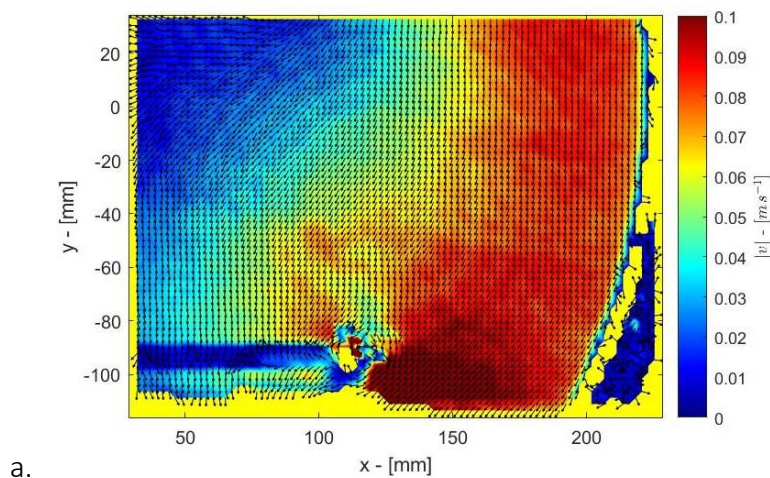


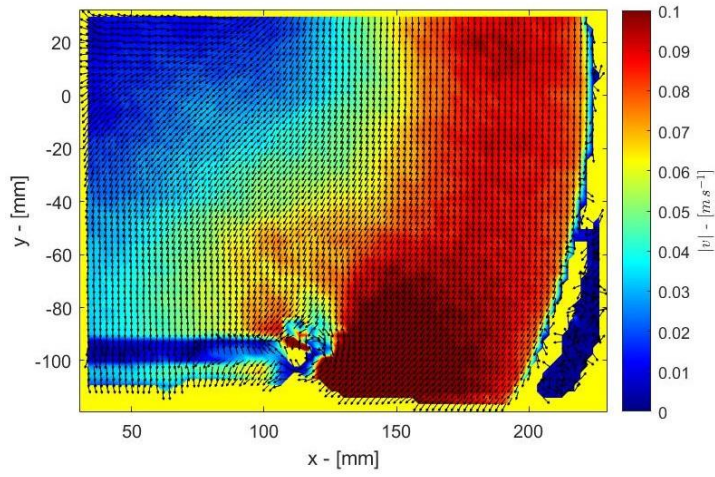
Figura 5.2: profili di velocità al variare del  $\Delta t$

Come si può vedere dal grafico, l'andamento della velocità risulta coerente per i diversi intervalli temporali investigati, ma si osserva una dipendenza del modulo della velocità misurata dal  $\Delta t$  considerato, come è mostrato anche nelle mappe vettoriali riportate seguito.

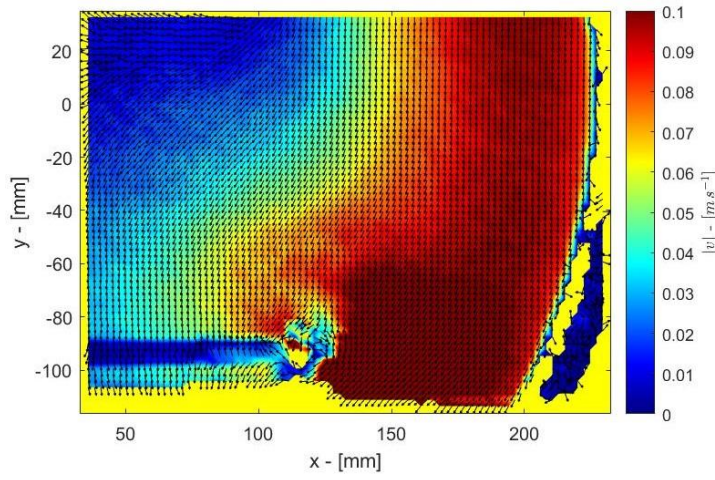


a.

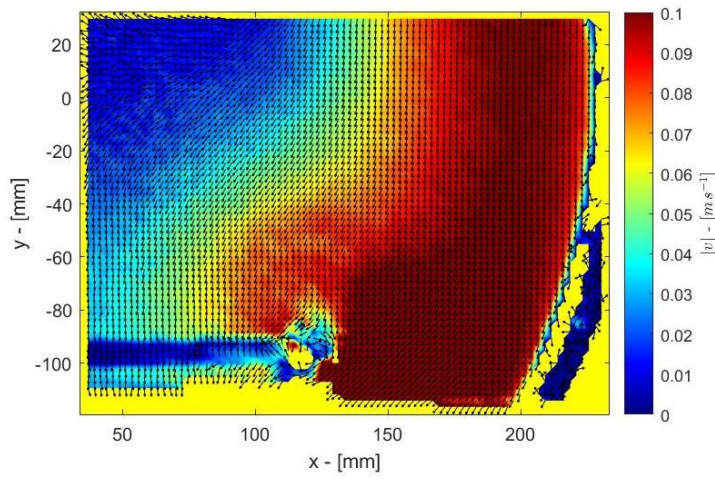




b.



c.



d.

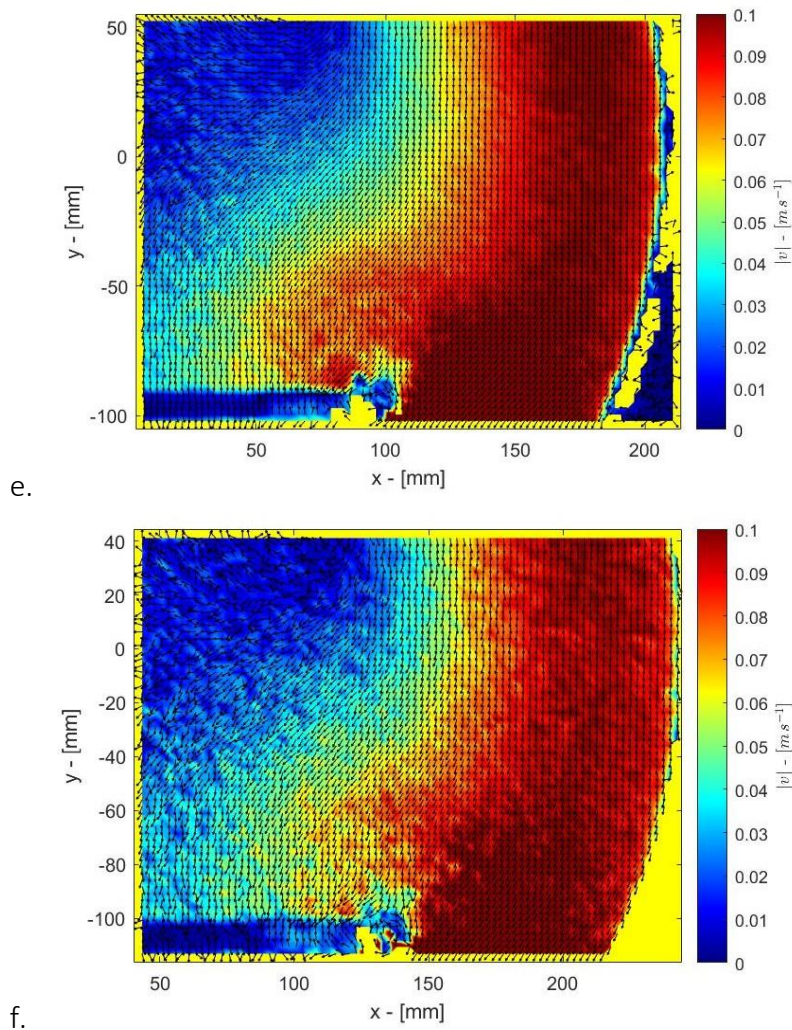


Figura 5.3: campo di moto a 300 (a), 600 (b), 900 (c), 1200 (d), 2000 (e), 3000 (f)  $\mu\text{s}$

È possibile notare dalle mappe riportate, che l'effetto della variazione di  $\Delta t$  è significativo: si osserva chiaramente una diminuzione di qualità dell'immagine nel caso in cui l'intervallo temporale sia troppo basso ( $300\mu\text{s}$ ) o troppo alto ( $3000\mu\text{s}$ ); anche il valore del modulo della velocità varia al variare del  $\Delta t$ , come è chiaramente visibile osservando il getto entrante nella girante investigata: aumentando il  $\Delta t$  è possibile osservare un netto aumento del modulo della velocità, specialmente passando dall'immagine (a) a quella (d).

Per poter identificare il valore di  $\Delta t$  ottimale, occorre cercare di stimare la variazione del profilo di velocità investigato all'interno del reattore; in linea di principio non sarebbe possibile identificare un valore di  $\Delta t$  che ottimizzi l'accuratezza della misura in tutto il volume del reattore, essendo le variazioni spaziali del campo di velocità molto significative, ma è possibile stimarlo, calcolando la deviazione quadratica della velocità media (root-mean square, rms) utilizzando la formula che segue:



$$rms = \frac{[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (v_{\Delta t1} - v_{\Delta t2})^{1/2}]}{[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} (v_{\Delta t2})]^{1/2}} \quad (5.1)$$

In figura 5.4 sono riportati in grafico i valori di rms per gli intervalli temporali investigati.

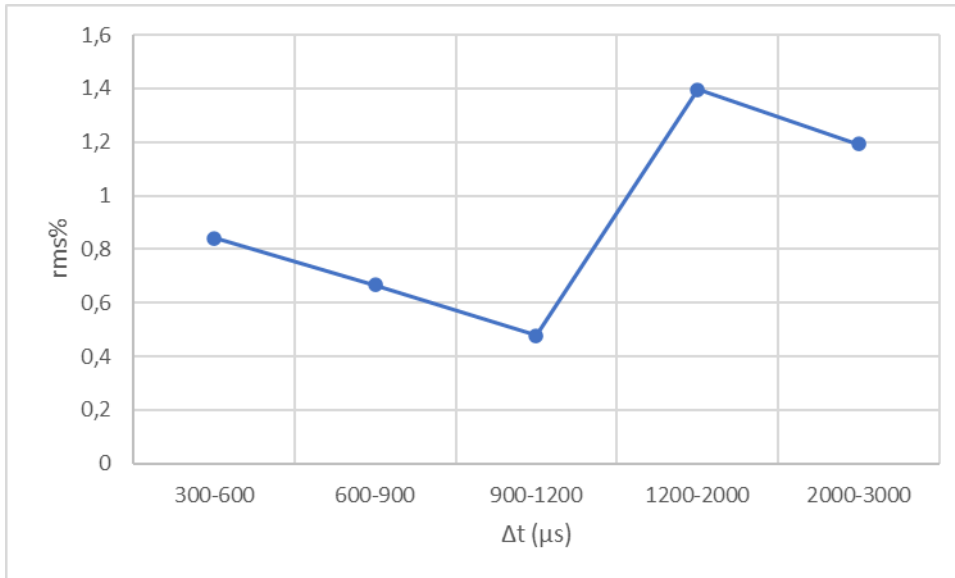


Figura 5.4: grafico rms in funzione del Δt utilizzato

Dal grafico, si nota che la curva che interpola i dati presenta un punto di minimo in corrispondenza di 1200μs, che viene quindi considerato come valore di Δt ottimale ed utilizzato nelle prove sperimentali seguenti.

Per le altre velocità di rotazione investigate, il Δt è stato scalato sulla base di quello identificato a 133rpm.

I valori utilizzati sono riportati in Tabella 5.1:

| Velocità di rotazione (rpm) | Δt (μs) |
|-----------------------------|---------|
| 67                          | 1900    |
| 133                         | 1200    |
| 217                         | 800     |

Tabella 5.1: valori di Δt utilizzato nelle prove sperimentali in funzione della velocità di rotazione

### 5.1.2 Determinazione del numero di immagini ottimale

Dopo aver determinato il Δt ottimale per le velocità di rotazione investigate, è necessario identificare anche il numero di immagini minimo da acquisire per raggiungere l'invariabilità statistica del campo di moto medio; questo è stato fatto eseguendo prove sullo stesso piano

orizzontale identificato nella determinazione del  $\Delta t$ , conducendo prove con acquisizione di 1000,2000 e 3000 immagini alla velocità di rotazione delle giranti di 133rpm con  $\Delta t$  di 1200 $\mu$ s.

Nella figura 5.6, sono riportate le mappe vettoriali risultanti.

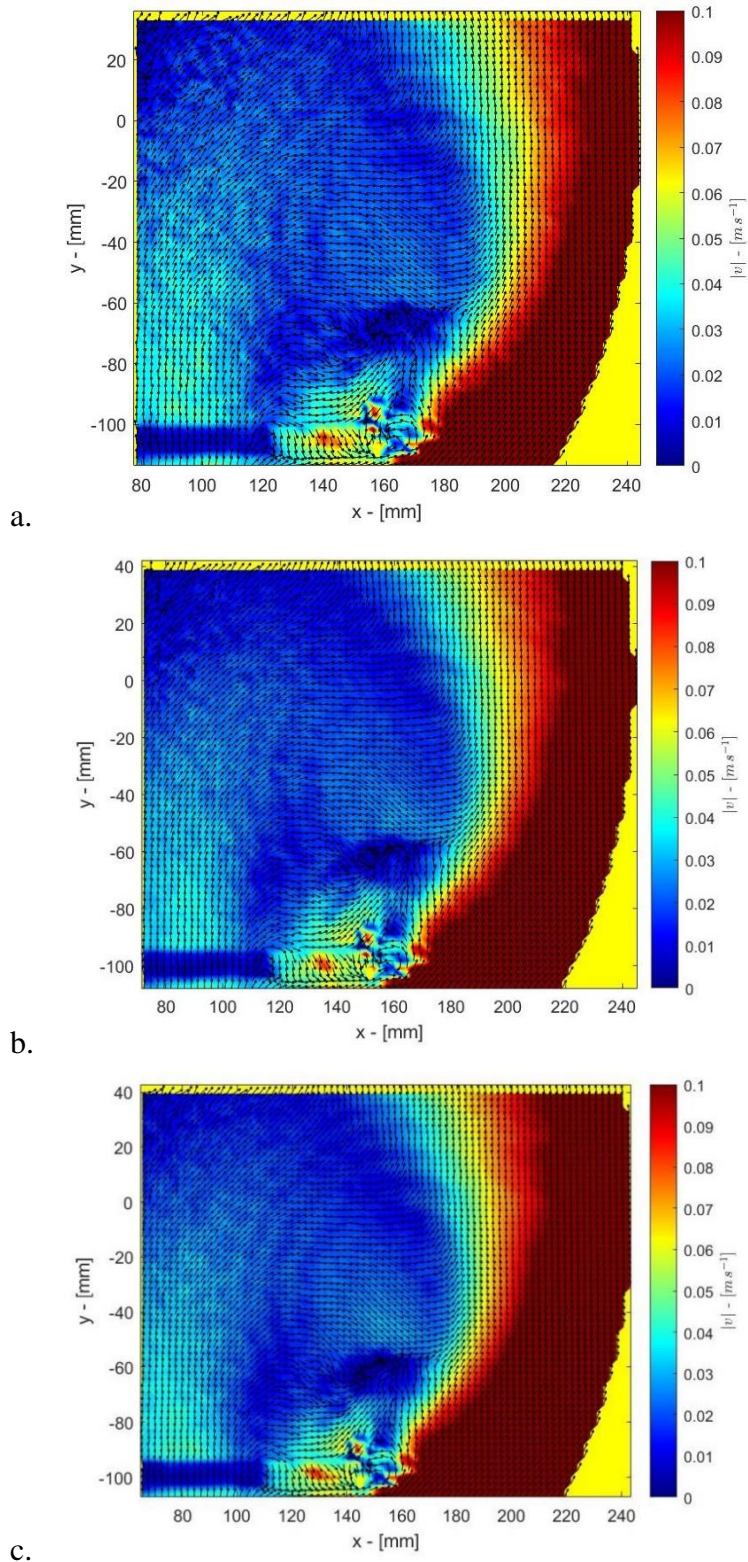


Figura 5.6: mappe vettoriali con numero di immagini 1000 (a), 2000 (b) e 3000 (c)

Già da queste immagini si nota che il campo di moto medio non risulta avere variazioni significative al variare del numero di immagini.

Per confermare ciò, sono state preparate delle mappe scalari eseguendo la sottrazione delle componenti assiali e tangenziali di velocità di ciascun vettore rappresentato, al fine di osservare se la differenza tra le componenti risultasse significativa o meno.

Le mappe scalari differenza sono riportate in figura 5.7 e 5.8.

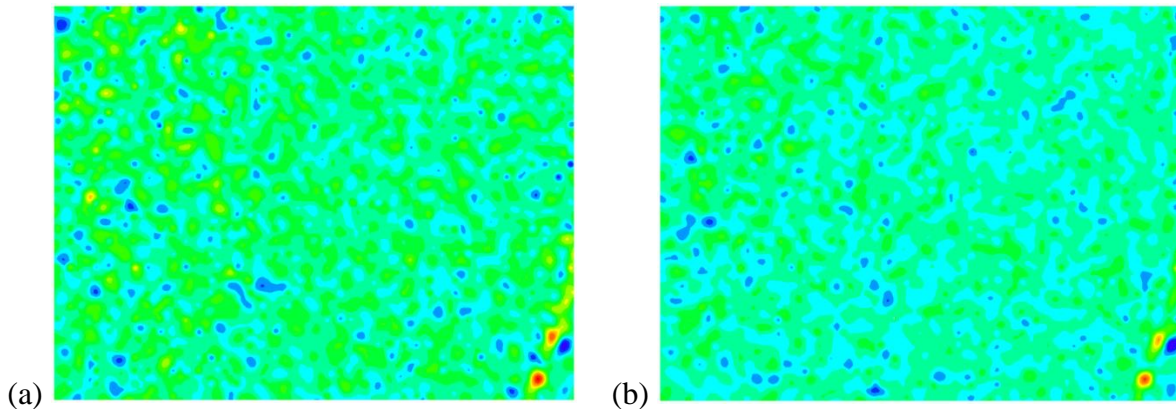


Figura 5.7: differenza mappa scalare n2000-1000 di U (a) e V (b)

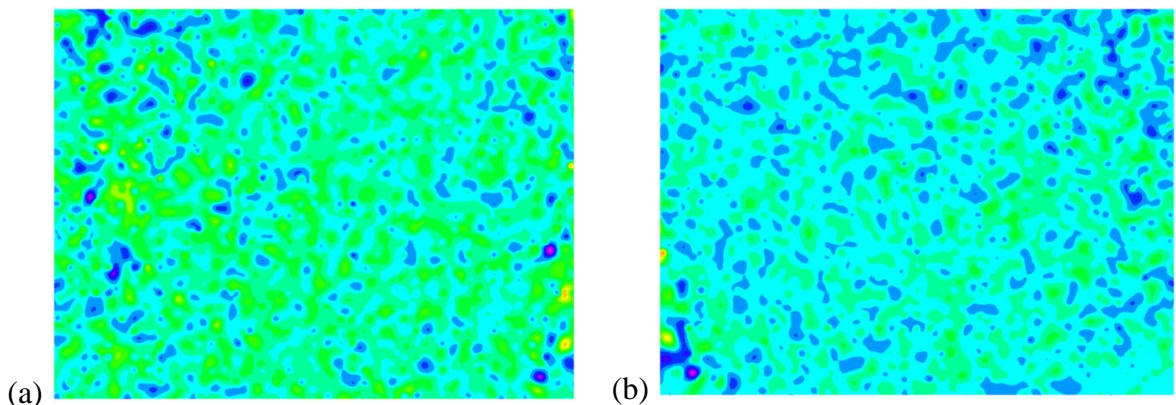


Figura 5.8: differenza n3000-2000 di U (a) e V (b)

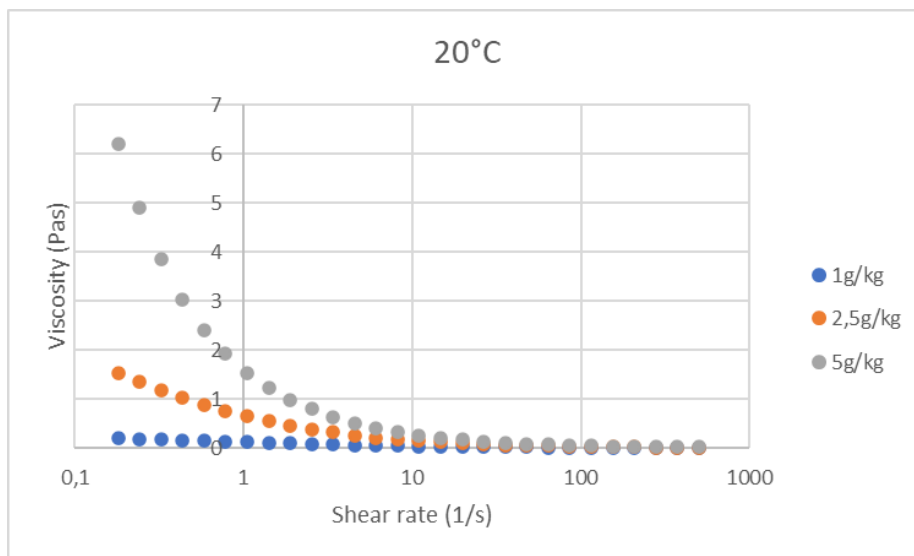
Dalle immagini emerge che la differenza del modulo di velocità risulta, già con 1000 immagini, indipendente dal numero di immagini acquisite; per questo motivo per le prove successive sono state acquisite 1000 immagini per prova, valore che permette un'acquisizione sperimentale ed elaborazione dei dati più rapida.

## 5.2 Determinazione dei parametri reologici della soluzione acquosa di gomma di xantano

Nel reattore industriale, la problematica descritta è legata alla presenza di solidi sospesi che causano la sedimentazione di cumuli sul fondo del reattore al di sotto della tramoggia di alimentazione, e che indicano quindi una miscelazione non ottimale del sistema, riducendo la produzione di biogas del reattore.

Al fine di poter studiare meglio questa problematica, sono state eseguite sia prove sperimentali con acqua demineralizzata che con una soluzione di gomma di xantano a concentrazione nota, al fine di aumentare la viscosità della soluzione per rendere l'indagine più rappresentativa del sistema reale. Sono state studiate le proprietà reologiche di soluzioni di gomma di xantano alle concentrazioni di 1,0g/kg, 2,5g/kg e 5,0g/kg in acqua demineralizzata, per poter determinare la variazione di viscosità apparente al variare della concentrazione e della temperatura.

In figura 5.9, è riportato in grafico, il comportamento di soluzioni di gomma di xantano alle tre concentrazioni indicate, al variare della temperatura (le temperature studiate sono 20°C, 25°C e 30°C perché rendono conto della variazione di temperatura che è stata osservata all'interno del laboratorio durante il periodo di esecuzione delle prove).



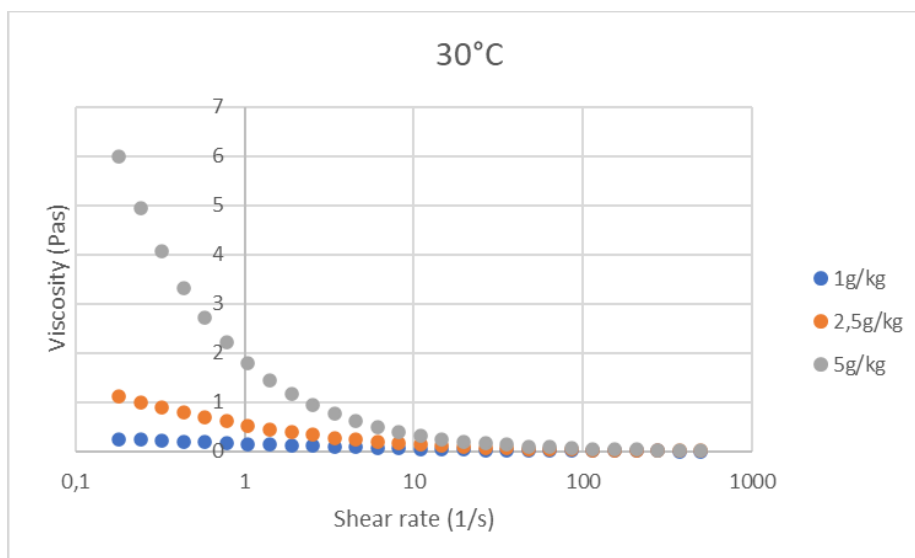
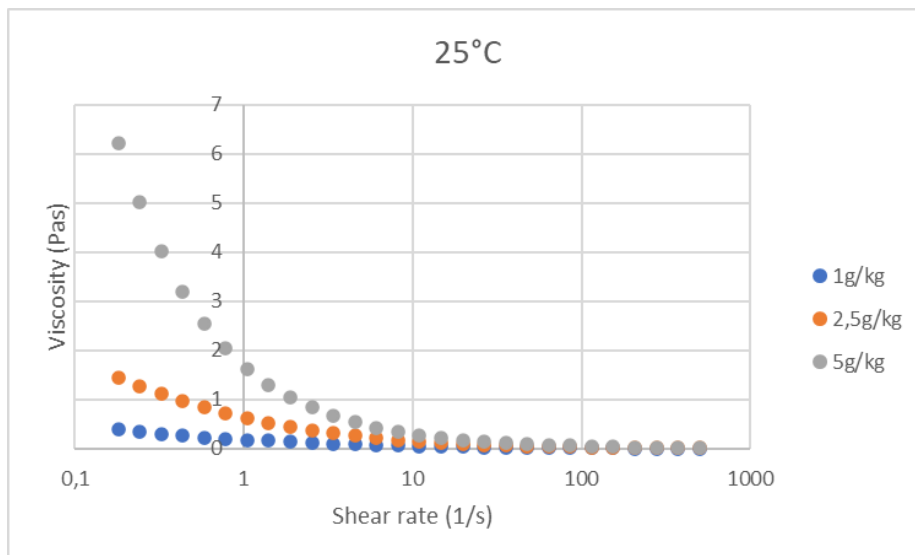


Figura 5.9: grafici viscosità vs shear rate al variare della concentrazione di gomma di xantano a tre diverse temperature

Dai grafici riportati, come atteso, si nota che le soluzioni di gomma di xantano sono fortemente pseudoplastiche: quando si aumenta lo sforzo di taglio (shear rate) si ha una diminuzione di viscosità della soluzione; se lo sforzo di taglio viene rimosso, si ha un recupero della viscosità iniziale nel giro di pochi secondi. La pseudoplasticità della gomma di xantano è dovuta al suo alto peso molecolare che causa la formazione di complessi aggregati grazie a ponti ad idrogeno e ad entanglements tra le catene macromolecolari: la diminuzione di viscosità all'aumentare dello sforzo di taglio (shear thinning pseudoplasticity) è dovuta proprio alla disaggregazione di questo network di catene macromolecolari che si ordinano seguendo la direzione dello sforzo applicato. Nella regione di shear rate investigati (0,1-1000 1/s), possiamo considerare la soluzione di gomma di xantano come fluido non-Newtoniano proprio per questa sua proprietà.



Al fine di rendere il sistema il più simile possibile a quello reale, sarebbe stato ottimale utilizzare nelle analisi una soluzione di gomma di xantano con concentrazione 5,0g/kg, in modo da rendere le caratteristiche reologiche più simili a quelle del flusso reale.

Purtroppo ciò non è stato possibile a causa dell'opacità delle soluzioni: già alla concentrazione di 1,0g/kg infatti, la soluzione preparata risulta fortemente opaca, e l'opacità aumenta a concentrazioni superiori. Questo ha imposto di dover utilizzare 1,0g/kg come concentrazione della soluzione investigata, perché a concentrazioni superiori risulta impossibile eseguire analisi PIV o PLIF. Il sistema indagato non presenta quindi caratteristiche assimilabili a quelle del fluido utilizzato nel reattore industriale, ma permette comunque di osservare come varia il campo di moto medio con un fluido a maggior viscosità rispetto all'acqua.

In figura 5.10 è riportata un'immagine che mostra l'opacità della soluzione investigata.



*Figura 5.10: immagine della soluzione di gomma di xantano a concentrazione 1,0g/kg preparata all'interno del reattore*

Per la concentrazione 1,0g/kg è stata poi studiata la legge reologica che descrive l'andamento della viscosità in funzione dello shear rate applicato, in modo da poter calcolare la viscosità apparente della soluzione nelle condizioni di analisi.

Per determinare lo shear rate medio associato alle tre velocità di rotazione studiate, è stata utilizzata la correlazione data dalla legge di Metzner-Otto:

$$\text{shear rate} = kN \quad (5.3)$$

Dove

k= costante in base al tipo di girante (nella presente tesi k=11)

N= velocità di rotazione in rps.

In tabella 5.2 sono riportati i risultati del calcolo di questo shear rate medio:

| Velocità (rpm) | Velocità (rps) | Shear rate medio (1/s) |
|----------------|----------------|------------------------|
| 67             | 1,117          | 12,283                 |
| 133            | 2,217          | 24,383                 |
| 217            | 3,617          | 39,783                 |

Tabella 5.2: valori di shear rate medio associati alla velocità di rotazione delle giranti

Come emerge dal grafico riportato in figura 5.11, per gli shear rate interessati dall'esperimento, la viscosità della soluzione non varia in maniera significativa con la temperatura. L'errore, calcolato mediante deviazione standard, è di circa 0,001. Possiamo quindi ritenere, in queste condizioni, la viscosità praticamente costante con la temperatura.

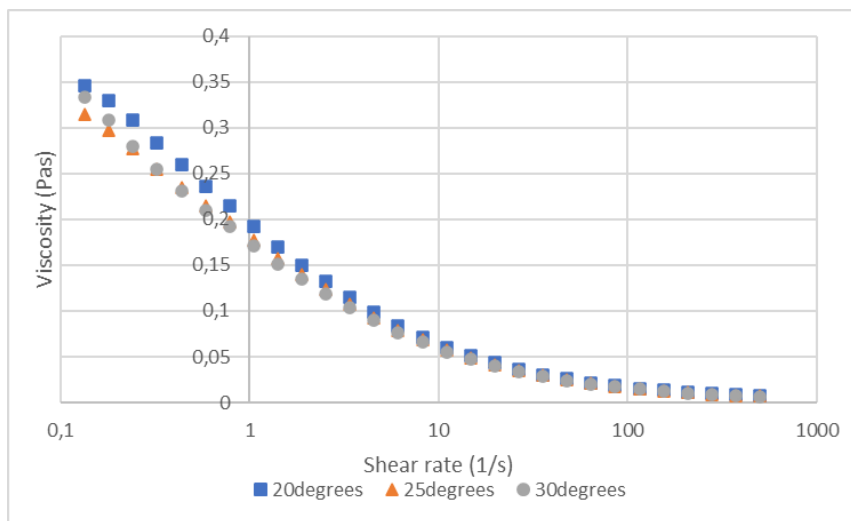


Figura 5.11: andamento della viscosità in funzione della temperatura per una soluzione di gomma di xantano alla concentrazione di 1g/kg

Per poter determinare la viscosità apparente allo shear rate applicato all'interno del reattore, occorre conoscere la legge reologica che descrive l'andamento della viscosità in funzione dello shear rate. La legge reologica considerata è quella di Ostwald, conosciuta anche come Power law, in cui l'andamento della viscosità è legato allo shear rate dalla seguente equazione:

$$\mu = a\gamma^{(b-1)} \quad (5.4)$$

Con a e b coefficienti numerici indicati nell'equazione (2.11).

Dalle misure sperimentali è stata estrapolata la seguente equazione del moto, riportata in figura 5.12.

$$y = 0,164x^{-0,489} \quad (5.5)$$

Tramite questa equazione, possiamo calcolare la viscosità apparente della soluzione all'interno del reattore nelle condizioni operative; i risultati sono riportati nella tabella seguente.

| Shear rate medio (1/s) | Viscosità apparente media (Pas) |
|------------------------|---------------------------------|
| 12,283                 | 0,0482                          |
| 24,383                 | 0,0344                          |
| 39,783                 | 0,0271                          |

Tabella 5.3: calcolo della viscosità apparente della soluzione in funzione dello shear rate medio

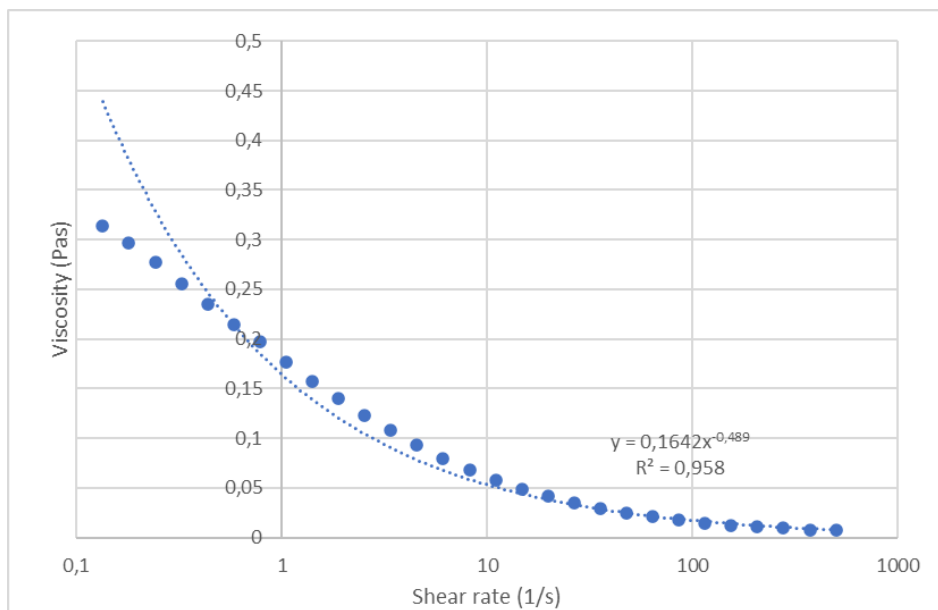


Figura 5.12: equazione reologica della soluzione di xantham gum 1,0g/kg

Dal grafico riportato in figura 5.12 si nota inoltre che, l'andamento della viscosità è descritto dalla legge reologica in maniera puntuale, soltanto per sforzi di taglio abbastanza elevati: questo è dovuto al fatto che la viscosità della soluzione dipende fortemente dalla concentrazione investigata: maggiore è la concentrazione di Gomma di xantano, maggiore sarà il numero di entanglements presenti tra le catene polimeriche e maggiore sarà quindi la viscosità apparente. La legge reologica utilizzata risulta affidabile per soluzioni abbastanza concentrate di Gomma di xantano e si dimostra meno attendibile per soluzioni diluite; per elevati shear rate però questa differenza risulta marginale ed è proprio perché negli shear rate investigati in questo elaborato il fitting della curva sperimentale con la legge reologica risulta elevato, che non si è proceduto ad utilizzare una legge reologica più complessa per calcolare la viscosità apparente della soluzione.



### 5.3 Analisi del campo di velocità nel reattore con acqua come fluido di processo

Le misure per l'analisi del campo di moto sono state effettuate sia su piano orizzontale che su piano verticale; il piano orizzontale studiato è posto a  $z=3,2\text{cm}$  dal fondo del reattore, mentre quello verticale è stato centrato rispetto all'asse della girante 1.

In entrambe le prove sono state studiate tre velocità di agitazione del sistema (67, 133 e 217rpm) e nel caso del piano verticale il moto è stato studiato sia con senso di rotazione orario che antiorario.

Per il piano orizzontale sono state eseguite acquisizioni in tre diverse Posizioni del coperchio, in modo da poter studiare una superficie maggiore del sistema: queste posizioni, identificate nella sezione di "Configurazioni indagate e metodologie di acquisizione dei dati", sono state identificate come Posizione 1, Posizione 2 (rotazione del coperchio di  $45^\circ$  in senso orario rispetto alla posizione 1) e Posizione 3 (rotazione del coperchio di  $45^\circ$  rispetto alla posizione 2).

Per ogni acquisizione sono state catturate 1000 immagini, e i  $\Delta t$  considerati derivano dall'analisi descritta nel punto 5.1

I parametri delle acquisizioni sono riportati nella tabella 5.4. possiamo notare che il moto del fluido è in regime turbolento ( $Re > 10^4$ ) soltanto con la massima velocità di agitazione considerata.

| V rotazione (rpm) | Vtip (m/s) | $\Delta t$ ( $\mu\text{s}$ ) | Numero di Reynolds |
|-------------------|------------|------------------------------|--------------------|
| 67                | 0,31557    | 1900                         | 9,03E+03           |
| 133               | 0,62643    | 1200                         | 1,79E+04           |
| 217               | 1,02207    | 800                          | 2,92E+04           |

Tabella 5.4: parametri di acquisizione PIV per piano verticale ed orizzontale con acqua

Di seguito, sono riportate le mappe relative al campo di moto nelle tre posizioni investigate alle tre velocità di agitazione riportate in tabella 5.4 con rotazione degli alberi delle giranti in senso antiorario, per il piano orizzontale.

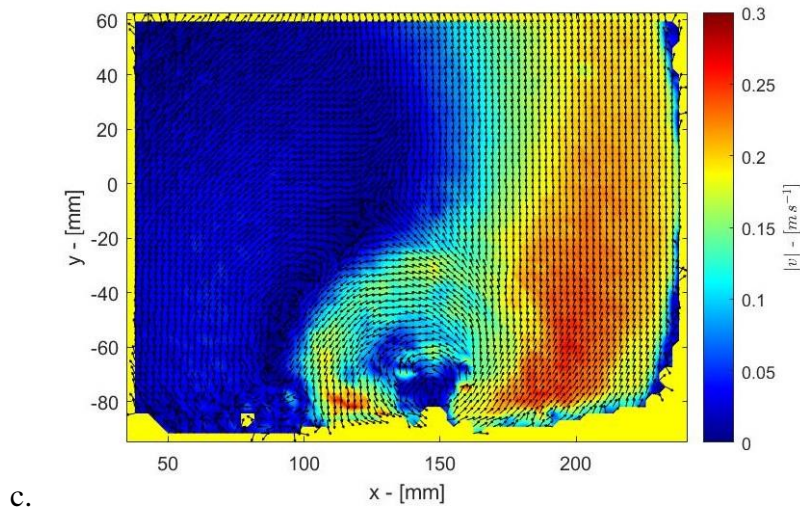
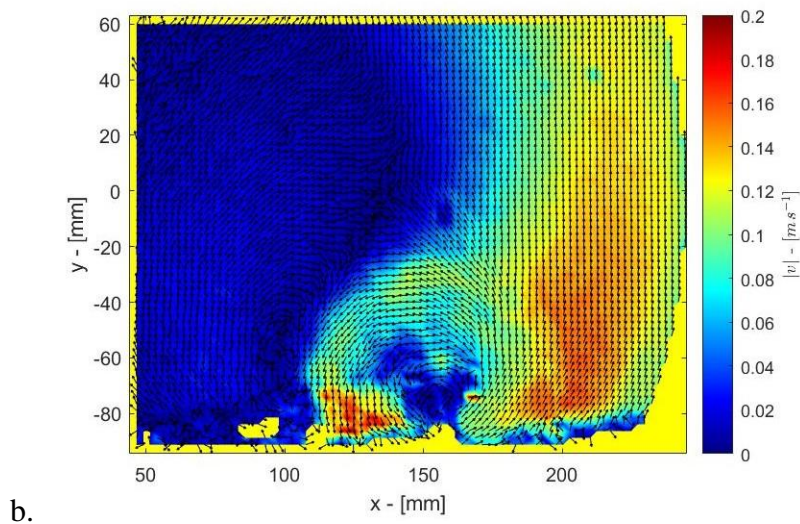
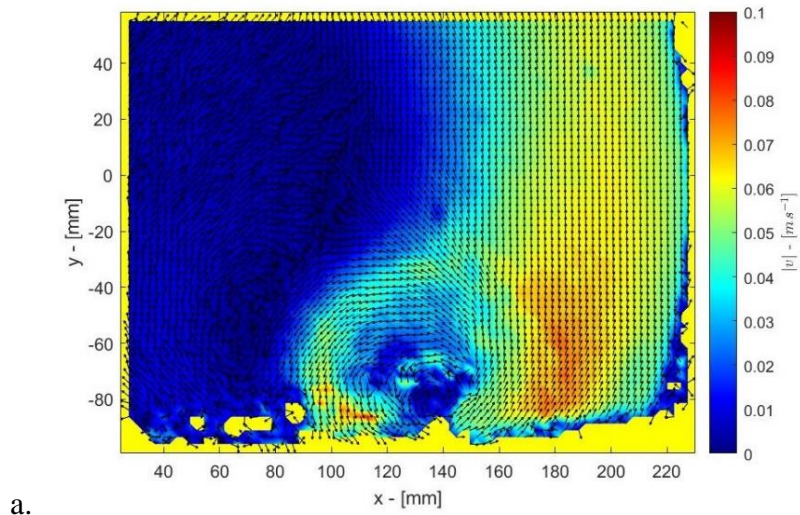


Figura 13: mappe vettoriali piano orizzontale posizione 1 a 67rpm (a), 133rpm (b), 217rpm (c)

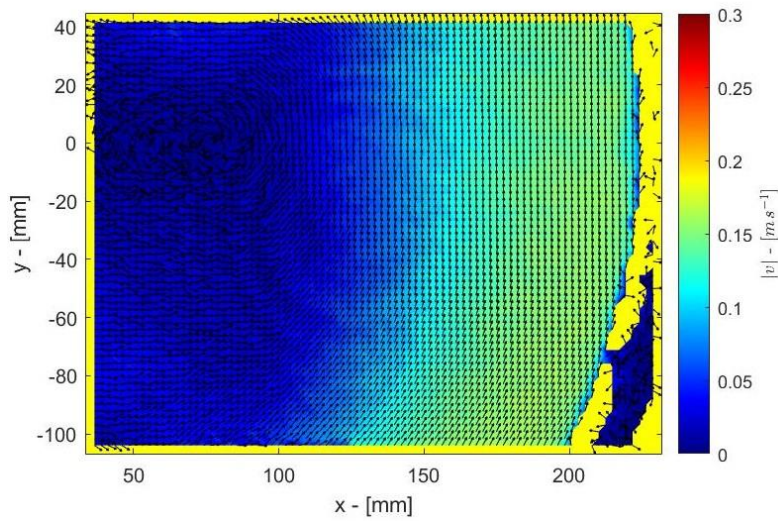
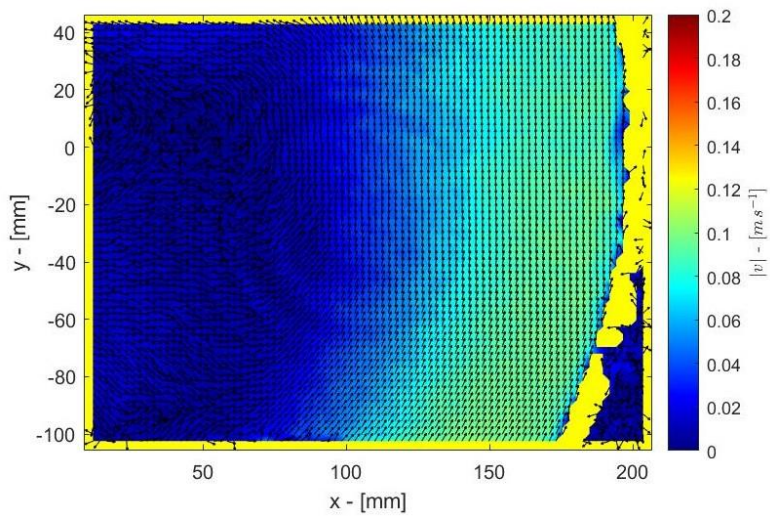
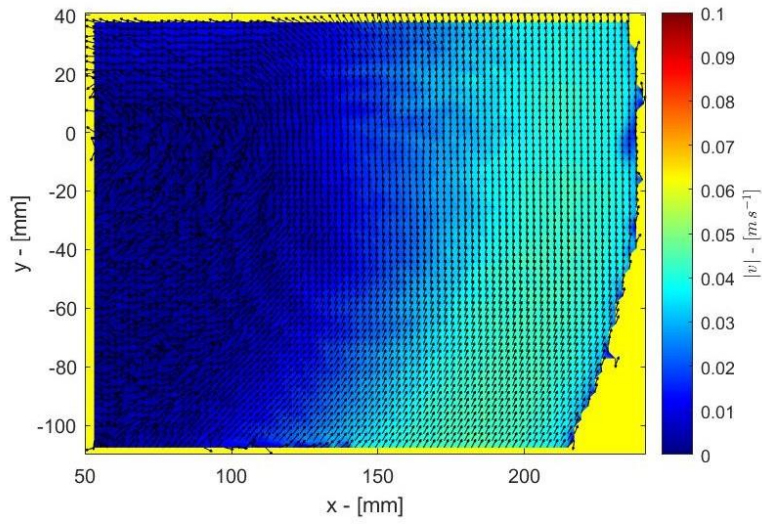


Figura 5.14: mappe vettoriali del campo di moto posizione 2 a 67rpm (a), 133rpm (b), 217rpm (c)



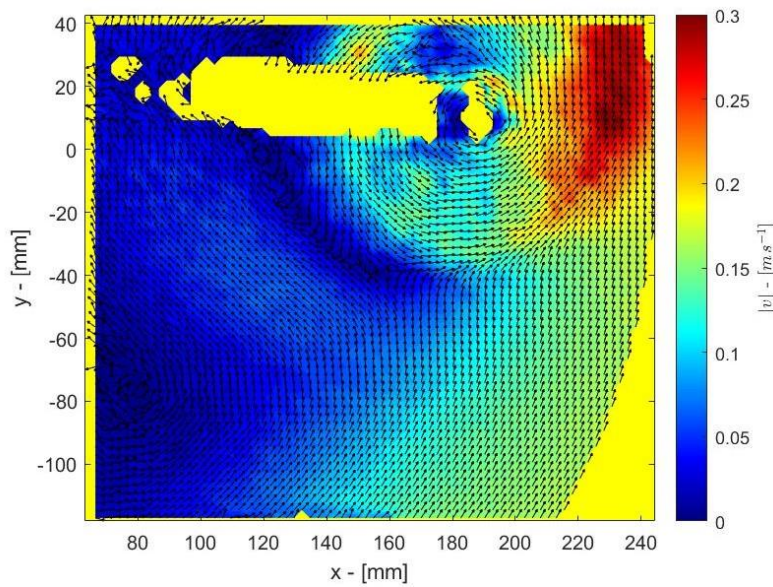
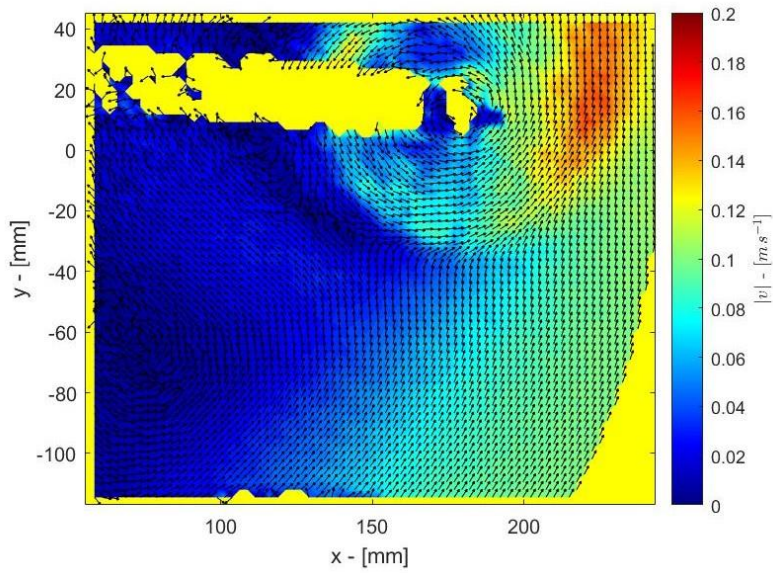
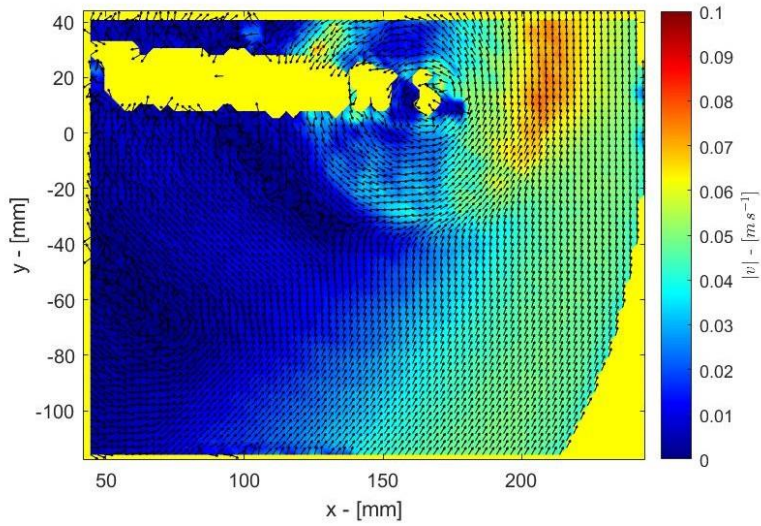
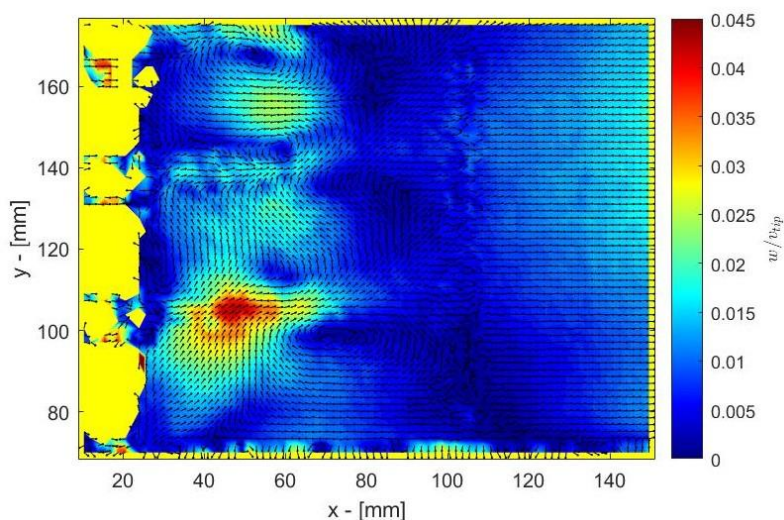


Figura 15: mappe vettoriali del campo di moto in posizione 3 alle velocità di 67rpm (a), 133rpm (b) e 217rpm (c),

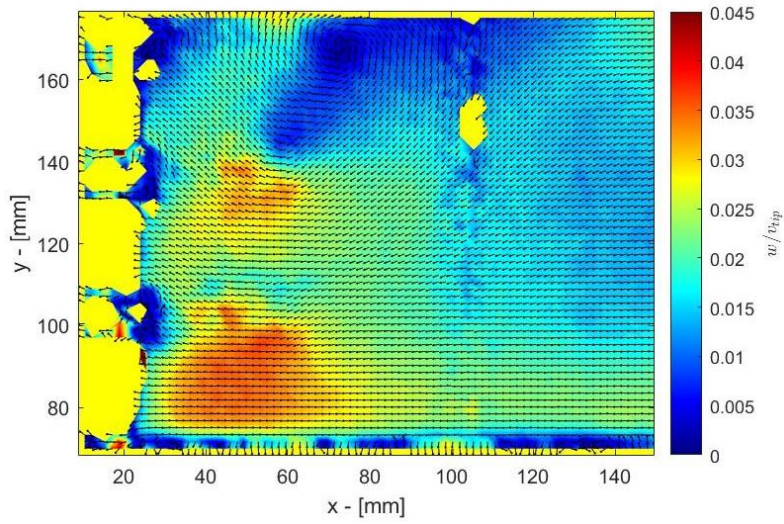
Tutte le mappe vettoriali riportate nelle figure 5.13,5.14 e 5.15 sono state traslate considerando come centro del sistema il centro del vessel.

Si nota che nelle Posizioni 1 e 3 la velocità media è elevata in corrispondenza della girante e diminuisce andando verso il centro del sistema. Nella Posizione 2, si ha una velocità media molto minore rispetto a quella presente nelle altre Posizioni studiate perché si genera una zona stagnante: i getti uscenti dalle giranti mostrate in Posizione 1 e 3, si scontrano infatti nella zona descritta in Posizione 2 causando quindi una diminuzione della velocità di agitazione. Possiamo notare inoltre come il modulo della velocità è, per ogni velocità investigata, molto minore della  $V_{tip}$  calcolata. Nelle mappe riportate in figura 5.13 relative alla Posizione 1, possiamo osservare come dalla girante investigata si origini un debole flusso uscente che si sposta verso l'alto che va a scontrarsi con il getto discendente proveniente da sinistra: questo fa in modo che non ci sia una miscelazione efficiente all'interno del sistema, in quanto la maggior parte del fluido risulta fermo. Sia per la Posizione 1 che per la Posizione 3, l'anello di circolazione si limita alla zona vicina all'impeller, mentre nella Posizione 2 il fluido risulta sostanzialmente fermo; considerando che è stata utilizzata acqua demineralizzata come fluido di processo, possiamo presumere che utilizzando un fluido con reologia più complessa o addirittura un fluido bifasico, il comportamento fluidodinamico possa soltanto aggravarsi.

Per il piano verticale invece, sono stati presi gli stessi parametri di acquisizione del piano orizzontale, ma è stato studiato sia il senso di rotazione orario che antiorario delle giranti, al fine di osservare se sono presenti variazioni significative nel moto al variare del verso di rotazione. Di seguito, sono riportate le mappe vettoriali, per le tre velocità di agitazione investigate, nei due sensi di rotazione orario e antiorario; i moduli delle velocità riportate sono state normalizzate per  $V_{tip}$ .

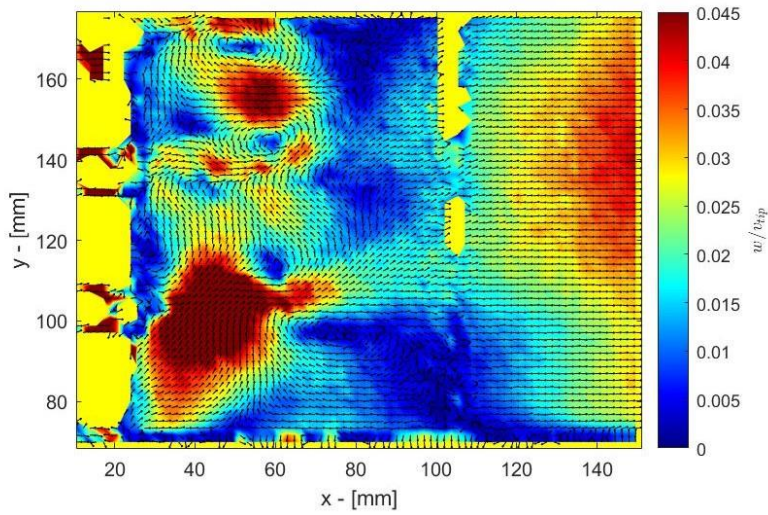




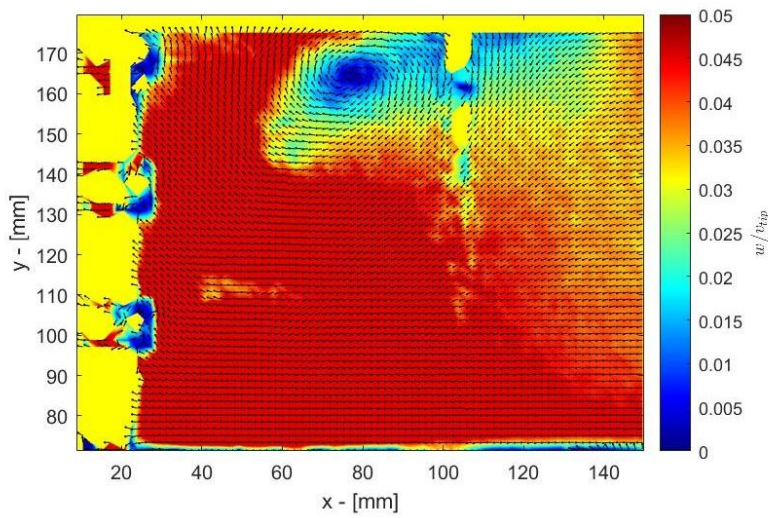


b.

Figura 5.16: mappe vettoriali a 67rpm in senso antiorario (a) e orario (b)

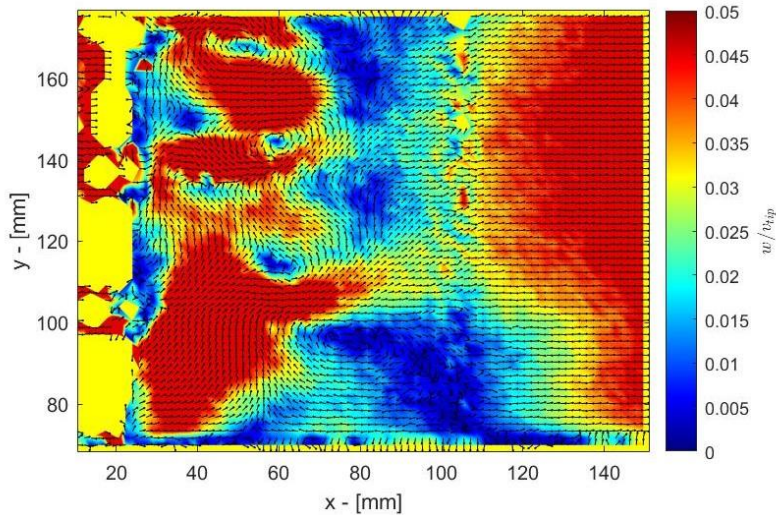


a.

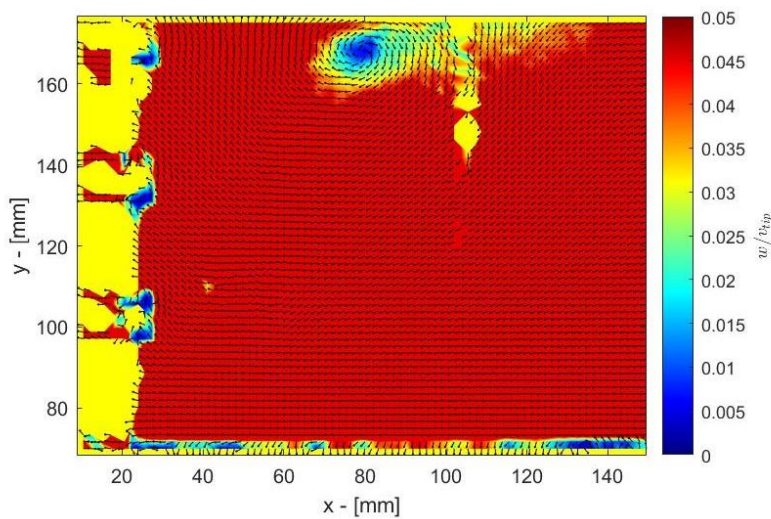


b.

Figura 5.17: mappe vettoriali a 133rpm in senso antiorario (a) e orario (b)



a.



b.

Figura 18: mappe vettoriali 217rpm in senso antiorario (a) e orario (b)

Facendo un confronto tra il piano orizzontale e quello verticale è possibile osservare che, per tutte le velocità di agitazione, il modulo della velocità è maggiore sul piano orizzontale rispetto al piano verticale; questo è dovuto al fatto che il tipo di impeller utilizzato è un paddle excentro, la cui geometria porta ad avere un flusso principalmente di tipo tangenziale e non assiale: la geometria stessa dell'agitatore utilizzato impedisce di avere una miscelazione soddisfacente in quanto, specialmente per fluidi bifasici come quello del reattore industriale, un moto prevalentemente assiale piuttosto che tangenziale permette di avere una migliore sospensione del solido. Sul piano verticale, il senso di rotazione orario e antiorario, mostrano numerose differenze nel movimento del fluido; possiamo innanzitutto osservare che il moto del fluido risulta concorde col senso di rotazione: con una rotazione oraria si nota che il flusso si muove prevalentemente verso sinistra mentre con una rotazione antioraria si muove verso destra. Nel senso di rotazione orario si nota inoltre che, per tutte le velocità di agitazione, si ha un sistema con velocità più omogenee e l'omogeneità del modulo di velocità all'interno del piano aumenta

con la velocità di agitazione. Nel moto antiorario è invece possibile notare tre distinti anelli di circolazione del fluido in corrispondenza delle pale della girante: la velocità risulta massima proprio in corrispondenza delle pale per poi diminuire a mano a mano che ci si sposta verso il centro del reattore.

Nella parte sinistra delle mappe vettoriali in senso antiorario, specialmente alle velocità di 133 e 217rpm, si nota una zona ad alta velocità a causa della presenza della seconda girante, che non è però indicata nel nostro sistema.

Possiamo quindi considerare che per quanto riguarda il piano verticale, il senso di rotazione orario permetta in generale, una maggior omogeneità di velocità del fluido, e quindi di miscelazione, rispetto al senso di rotazione antiorario.

#### **5.4 Analisi del campo di velocità nel reattore con una soluzione di concentrazione 1,0g/kg di gomma di xantano come fluido di processo**

Al fine di poter osservare l'effetto della reologia del fluido sulla viscosità della soluzione, sono state ripetute le prove sul piano orizzontale  $z=3,2\text{cm}$  e verticale centrato sull'asse della girante 1, con una soluzione di gomma di xantano a concentrazione 1,0g/kg preparata all'interno del vessel seguendo la metodica riportata nel paragrafo 3.2.3.

Anche in queste prove sono state effettuate analisi a 67, 133 e 217rpm come velocità di agitazione, ma per compensare la variazione di viscosità e numero di Reynolds, il  $\Delta t$  è stato triplicato. Dato che, come descritto nel paragrafo 5.3, la gomma di xantano è un polimero pseudoplastico, la viscosità della soluzione varia al variare dello sforzo di taglio applicato. Nella seguente tabella sono riportati i valori utilizzati per effettuare le prove sperimentali.

| V<br>(rpm) | rotazione | Vtip (m/s)  | Viscosità (Pa*s) | Numero<br>Reynolds | di $\Delta t$ ( $\mu\text{s}$ ) |
|------------|-----------|-------------|------------------|--------------------|---------------------------------|
| 67         |           | 0,315730062 | 0,0482           | 1,87E+02           | 5700                            |
| 133        |           | 0,62643     | 0,0344           | 5,21E+02           | 3600                            |
| 217        |           | 1,02207     | 0,0271           | 1,08E+03           | 2400                            |

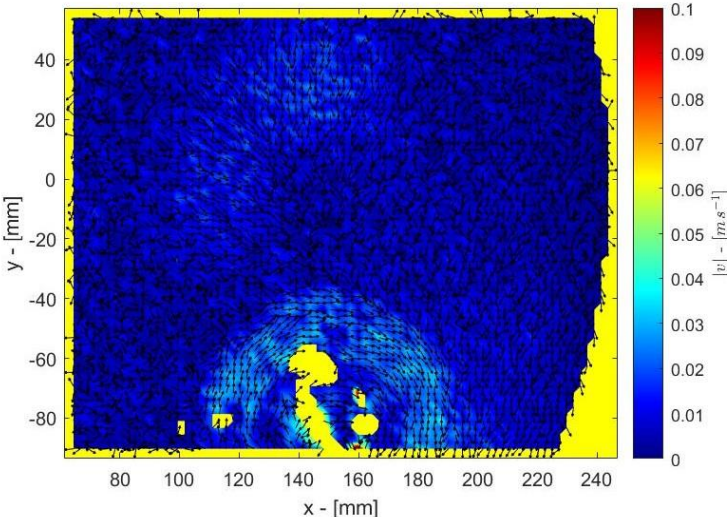
*Tabella 5.5: parametri dell'acquisizione PIV con soluzione 1g/kg di Gomma di xantano*

La densità della soluzione preparata è di  $999\text{kg/m}^3$ , determinata sperimentalmente.

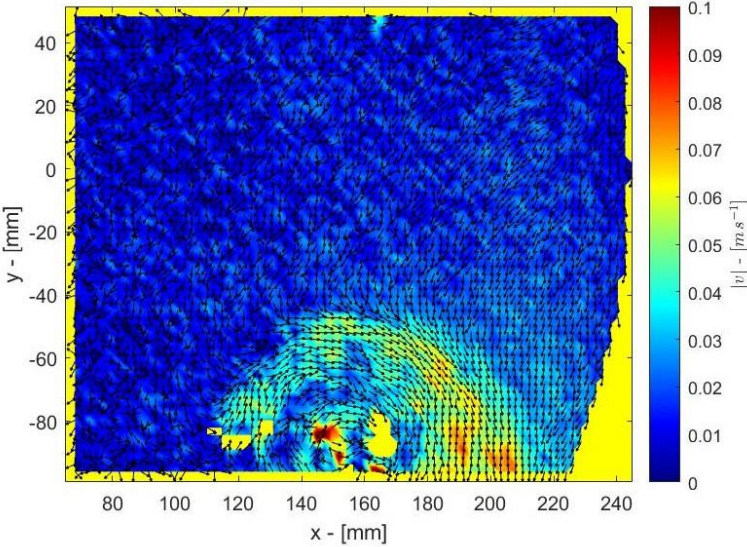
Per ogni acquisizione sono state catturate 2000 immagini invece che 1000 come nelle prove con acqua, proprio perché si è osservato sperimentalmente che 1000 immagini non garantiscono in queste condizioni l'indipendenza statistica della velocità di moto essendo il numero di vettori validi per la determinazione della media inferiore.



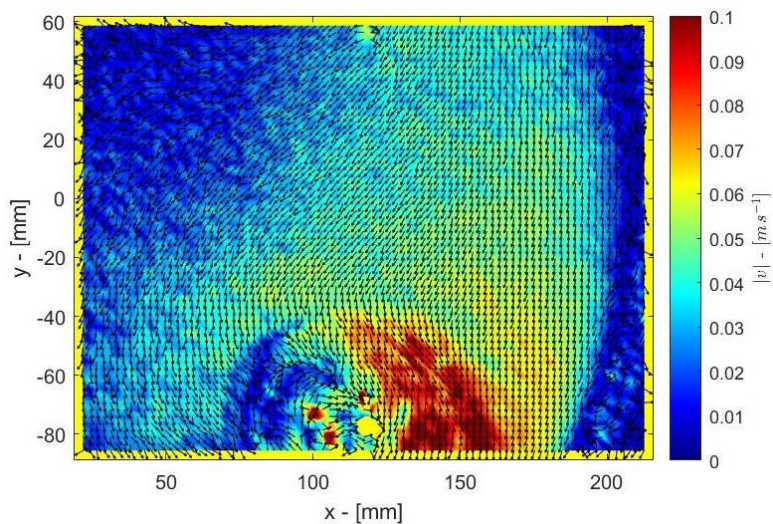
Per osservare il maniera completa il campo di moto anche sul piano orizzontale, non solo sono state effettuate acquisizioni alle tre Posizioni indicate per le prove con l'acqua ma, le analisi sono state ripetute sia con senso di rotazione orario che antiorario. Di seguito, vengono riportate le mappe vettoriali relative all'analisi del piano orizzontale.



a.

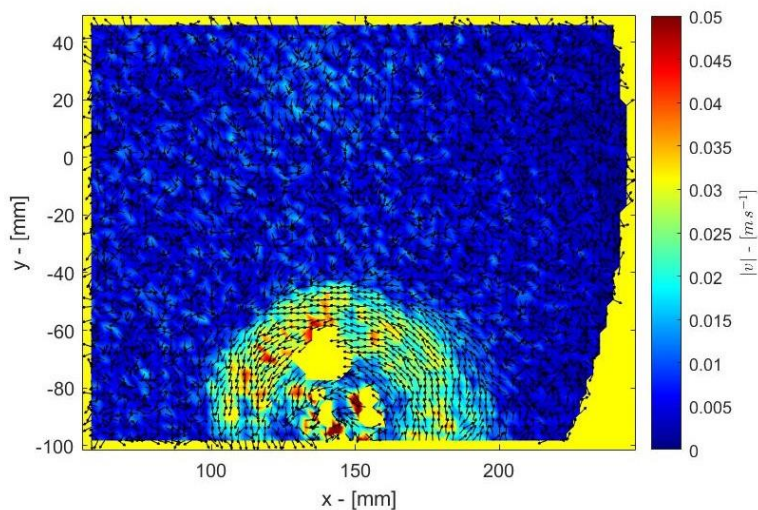


b.

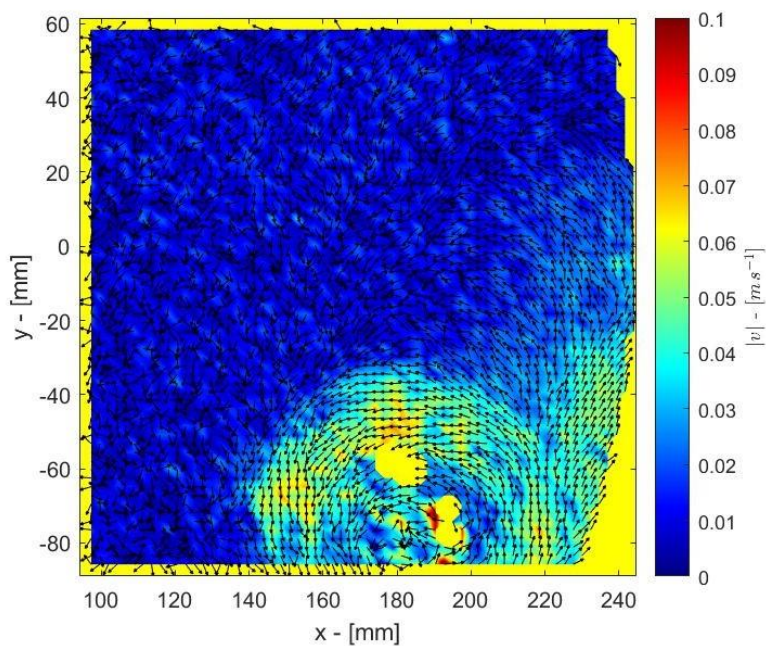


c.

Figura 5.19: mappe vettoriali posizione 1 in senso di rotazione orario alle velocità di 67rpm(a), 133rpm(b) e 217rpm (c) per una soluzione di Gomma di xantano 1,0g/kg

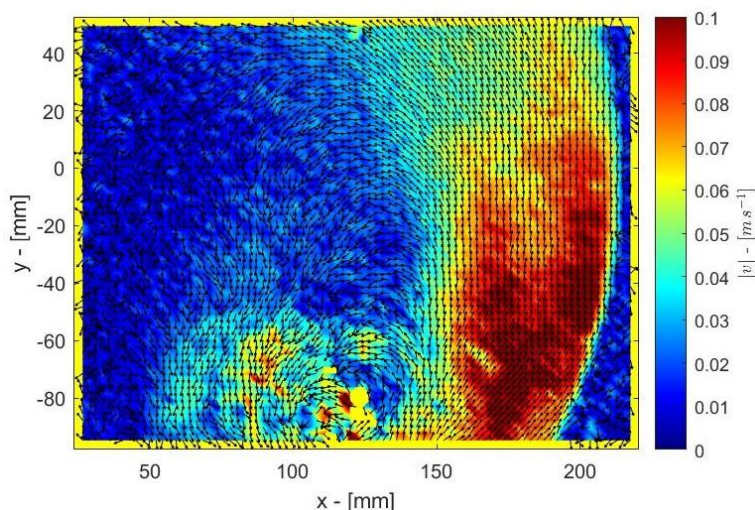


a.



b.





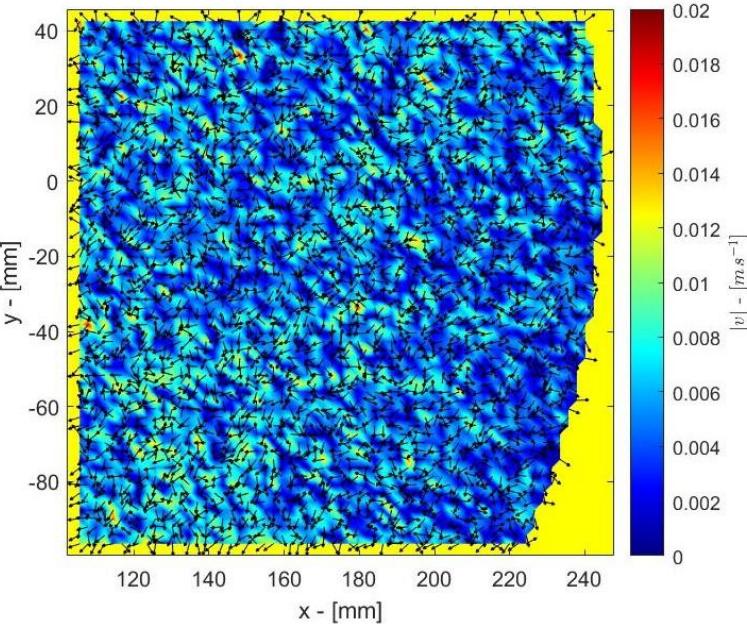
c.

Figura 5.20: mappe vettoriali posizione 1 in senso di rotazione antiorario alle velocità di 67rpm (a), 133rpm(b) e 21rpm (c)

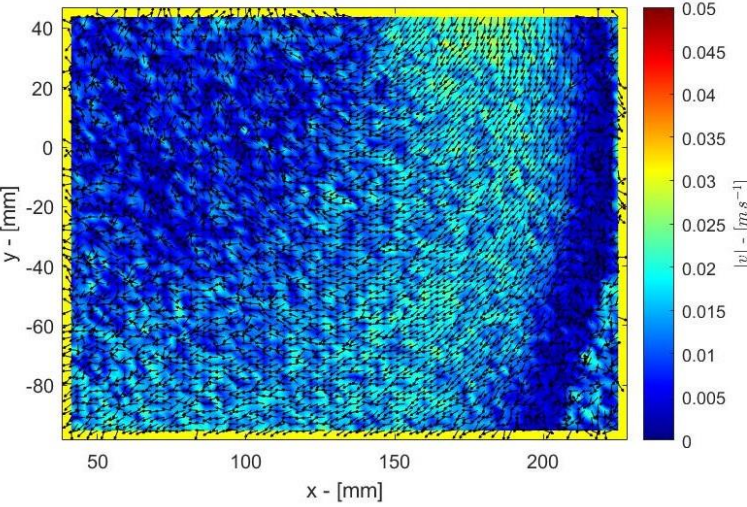
Facendo un confronto tra le mappe riportate nelle figure 5.19 e 5.20, è possibile osservare che, alla velocità di agitazione di 67rpm il campo di moto risulta poco definito in quanto è possibile osservare valori non nulli di velocità solo in prossimità della girante: in quell'area si crea una zona di circolazione chiamata "caverna" proprio a causa della forma circolare; essa sembra essere la sola zona con particelle in movimento in quanto sul resto del piano sono visibili velocità prossime allo zero. Questo comportamento è caratteristico dei fluidi pseudoplastici non-Newtoniani ed è dovuto ad una variazione della viscosità locale del fluido causata dal movimento della girante: la rotazione della girante impone infatti uno shear rate sul fluido circostante, il cui calcolo è riportato in Tabella 5.2; avendo la soluzione di Xanthan gum un comportamento pseudoplastico, si ha una diminuzione della viscosità del fluido in prossimità della girante rispetto alla viscosità osservabile nel bulk della fase. La differenza di viscosità rende ancora più difficoltosa la miscelazione, causando quindi la formazione di una zona stagnante che comprende la maggiorparte della zona investigata. Questo effetto è visibile sia per il senso di rotazione orario che antiorario alle velocità di 67rpm e, anche se in misura inferiore, a 133rpm.

È possibile concludere secondo queste evidenze che, a causa dell'aumento di viscosità della soluzione di gomma di xantano rispetto al caso precedente in cui era stata usata acqua demineralizzata come fluido di processo, e al comportamento pseudoplastico della soluzione, le velocità di agitazione utilizzate non sono sufficienti a movimentare il fluido creando quindi piccole zone in movimento intorno alla girante, ma lasciando la maggior parte del sistema in quiete. Alla velocità di 217rpm invece, seppur questo effetto sia ancora presente, è possibile osservare un campo di moto più definito con una zona ad alta velocità nei pressi della parete

del reattore per il moto antiorario (dove si ha una corrente entrante nella girante) e sul vortice intorno alla girante per il moto orario.

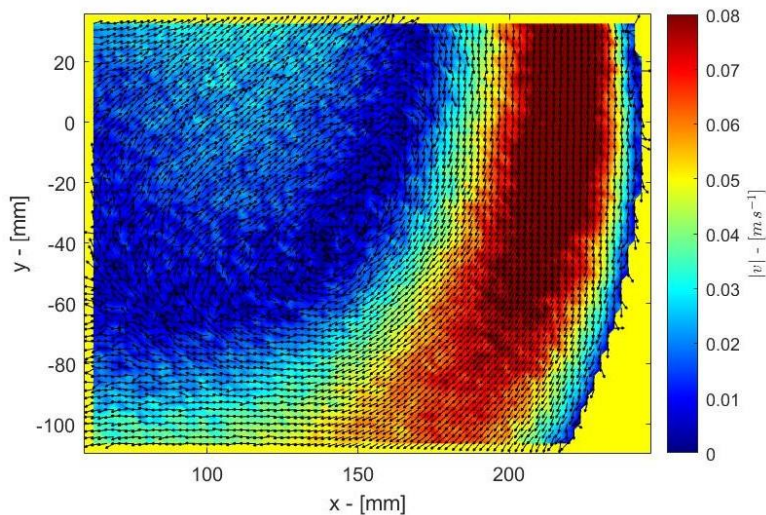


a.



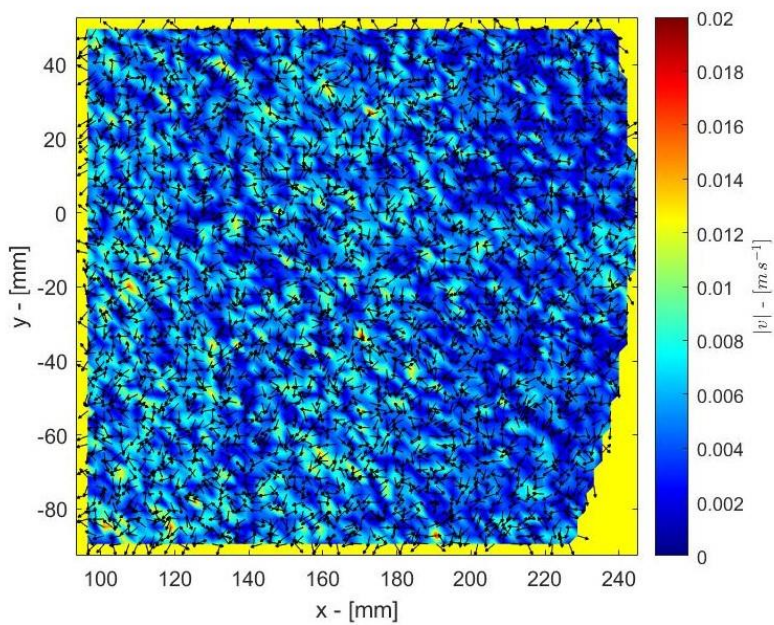
b.



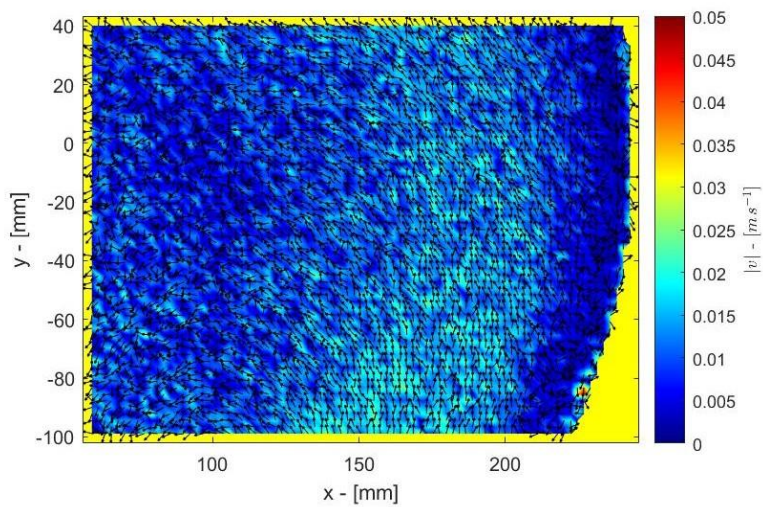


c.

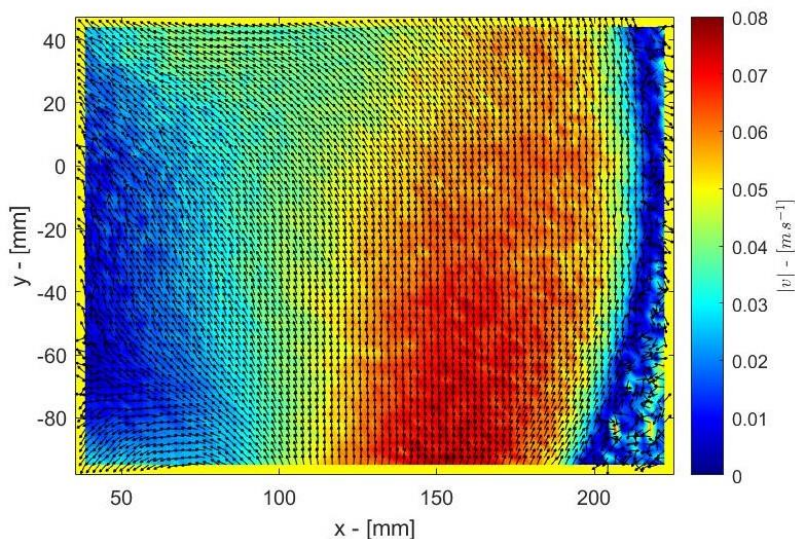
Figura 5.21: mappe vettoriali Posizione 2 in senso orario alle velocità di 67rpm (a), 133rpm (b) e 217rpm (c)



a.



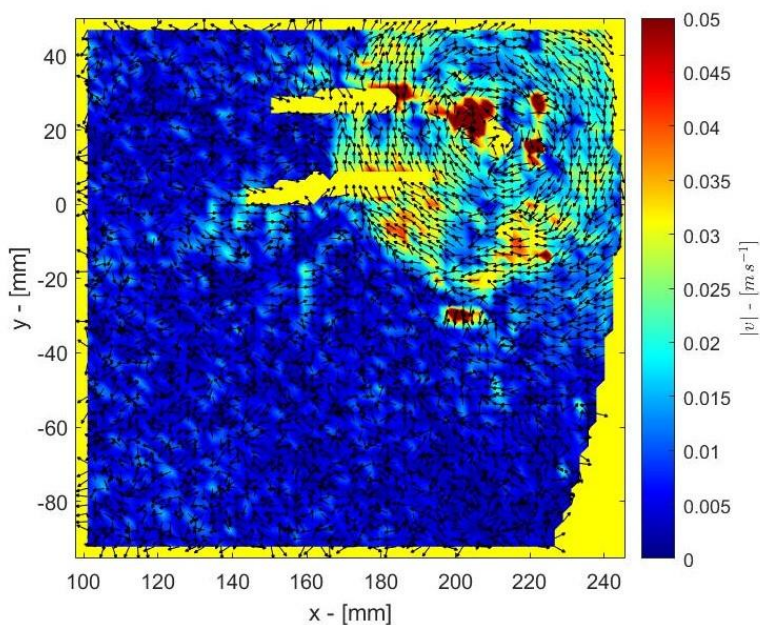
b.



c.

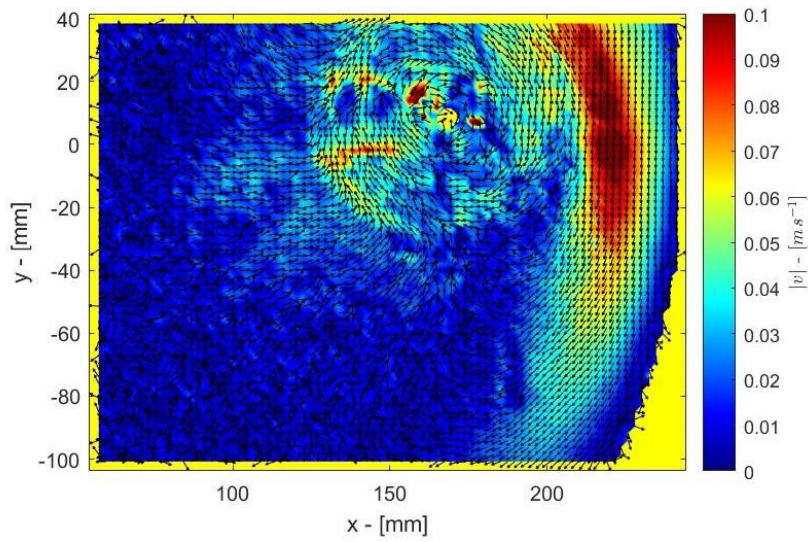
Figura 5.22: mappe vettoriali Posizione 2 senso antiorario alle velocità di 67rpm (a), 133rpm (b) e 217rpm (c)

Dalle mappe vettoriali ottenute per la posizione 2, possiamo notare che, sia in senso di rotazione orario che antiorario, per le velocità di 67rpm e 133rpm, il moto del fluido risulti non definito e con velocità molto basse: possiamo considerare che in questa zona, a quelle velocità di agitazione, il fluido sia sostanzialmente fermo: questo è dovuto sia alla mancanza di giranti nella zona investigata in grado di imprimere movimento al fluido che alla contrapposizione di due correnti uscenti dalle giranti (zona che si trova tra due giranti). Alla velocità di 217rpm possiamo invece osservare un movimento più marcato del fluido, sia per il senso di rotazione orario che antiorario: il verso risulta opposto, ma in entrambi i casi si hanno velocità maggiori in corrispondenza della parete del reattore.

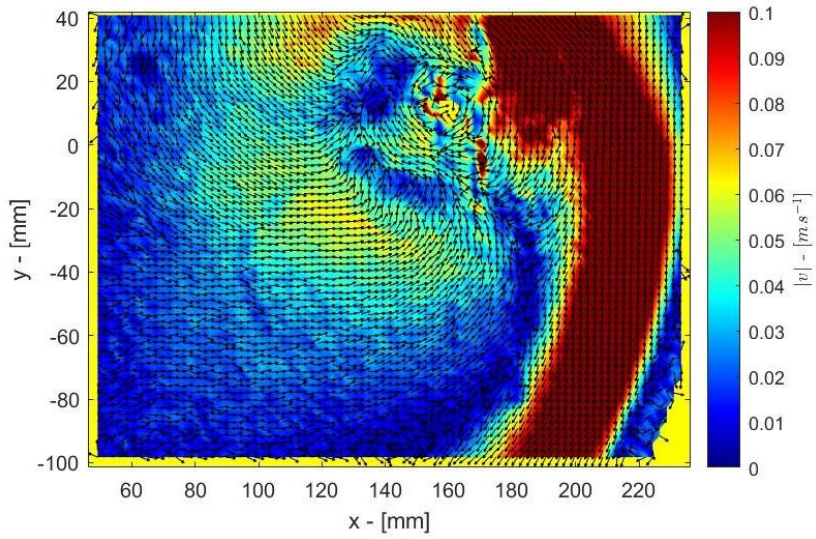


a.



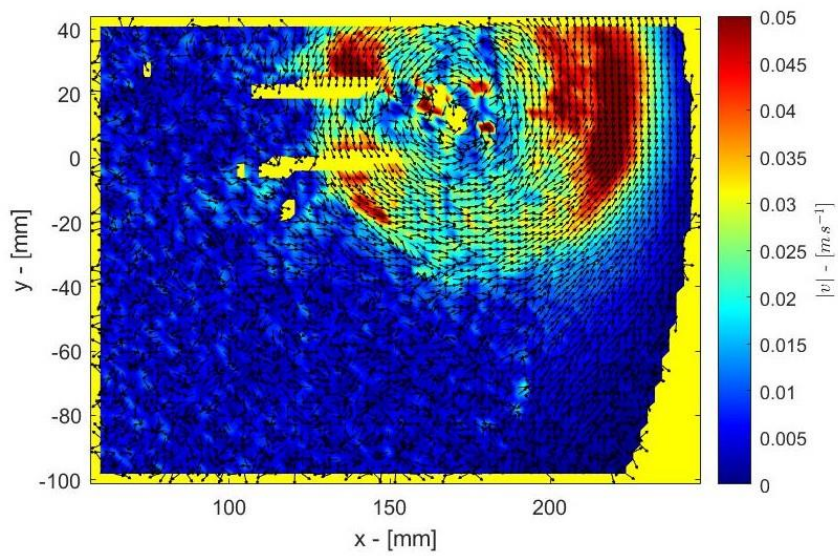


b.

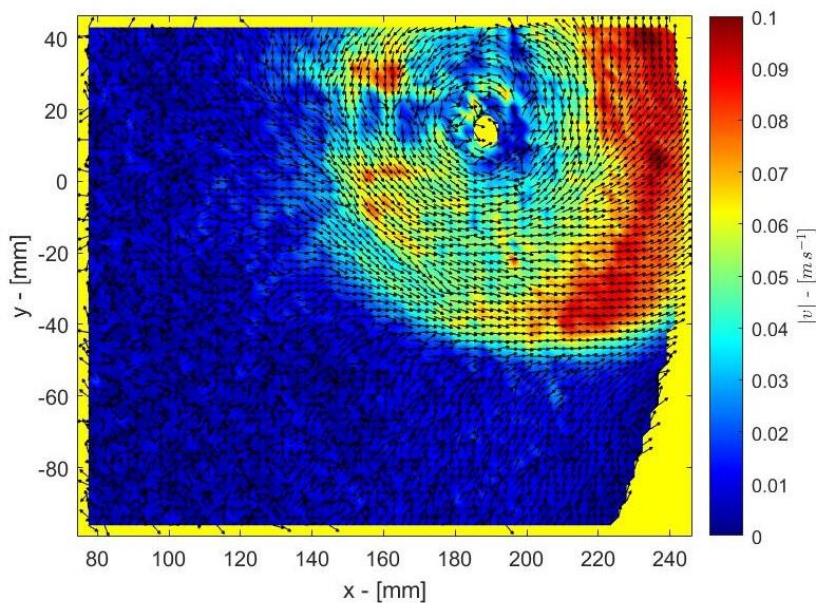


c.

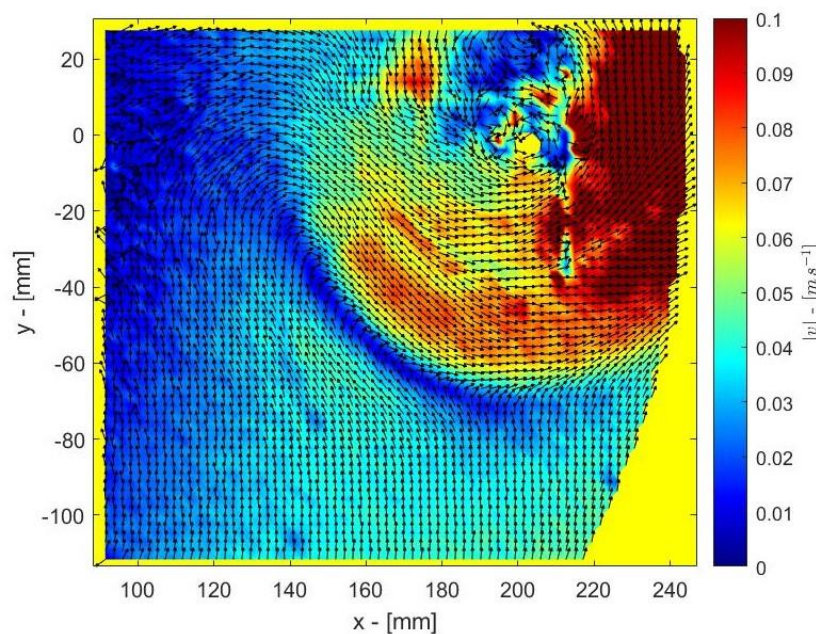
Figura 5.23: mappe vettoriali Posizione 3 in senso orario alle velocità di 67rpm (a), 133rpm (b), 217rpm (c).



a.



b.



c.

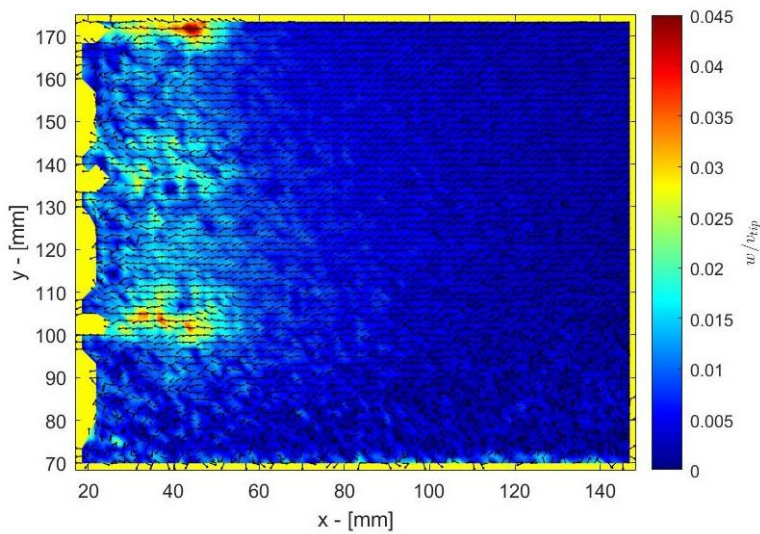
Figura 5.24: mappe vettoriali Posizione 3 senso antiorario alle velocità di 67rpm (a), 133rpm (b) e 217rpm (c).

Anche nelle mappe vettoriali riferite alla Posizione 3 possiamo notare che, alle velocità di 67rpm e 133rpm il moto del fluido sembra definito soltanto nella zona prossima alla girante a causa della formazione di “caverne” (come visto anche nella Posizione 1 nelle figure 5.19 e 5.20) mentre alla velocità di 217rpm l’intera porzione di fluido investigata risulta avere velocità maggiori di zero e quindi una miscelazione complessiva superiore, e, anche in questo caso, per le acquisizioni a 133 e 217rpm si osserva che le velocità maggiori si riscontrano in corrispondenza del bordo della parete del reattore sia per il senso di rotazione orario che antiorario.

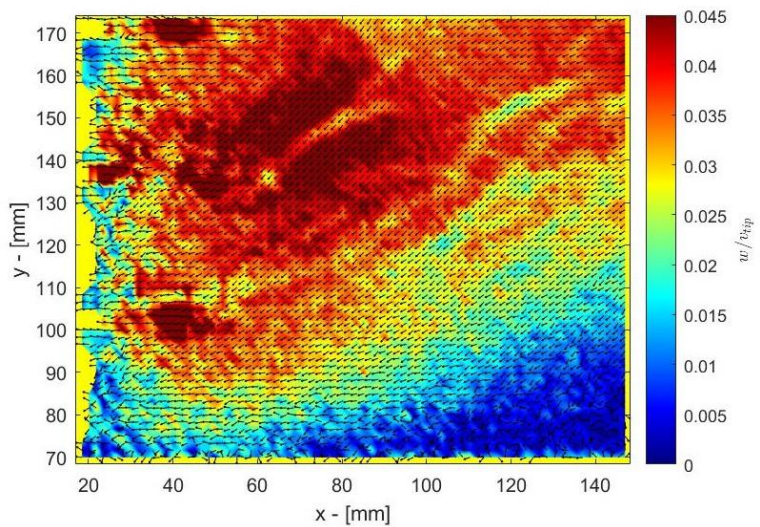


Possiamo notare inoltre come il modulo della velocità sia, nelle prove eseguite con la soluzione di Gomma di xantano, inferiore rispetto al modulo che si osserva nelle prove eseguite con acqua demineralizzata: questo comportamento è imputabile alla maggior viscosità della soluzione di Gomma di xantano che rende più difficile la movimentazione del fluido di processo.

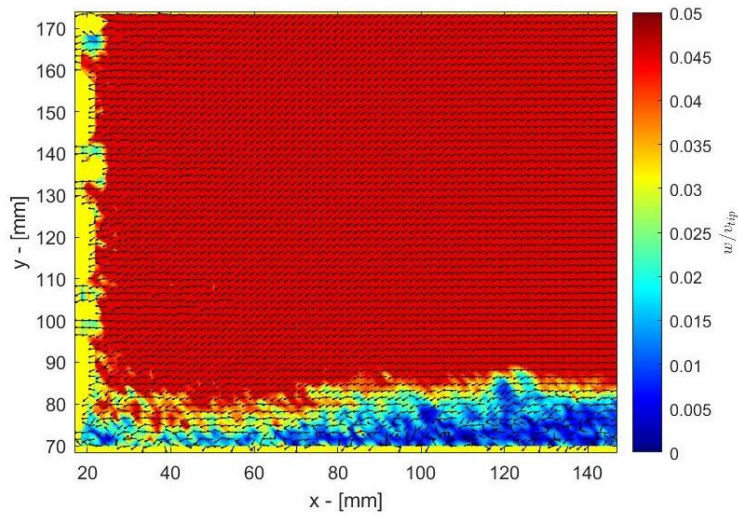
Per quanto riguarda il piano verticale, le acquisizioni sono state eseguite sullo stesso piano investigato con l'acqua demineralizzata, e osservando il campo di moto generato sia con senso di rotazione orario che antiorario. Sono stati acquisite 2000 immagini per ogni prova.



a.

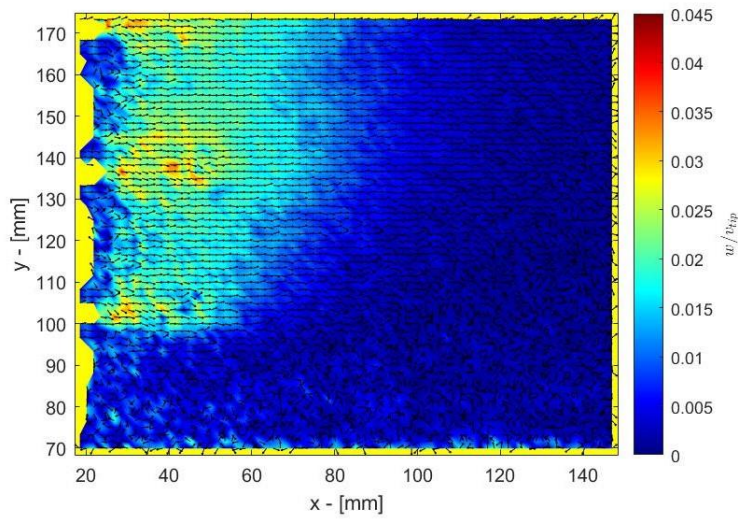


b.

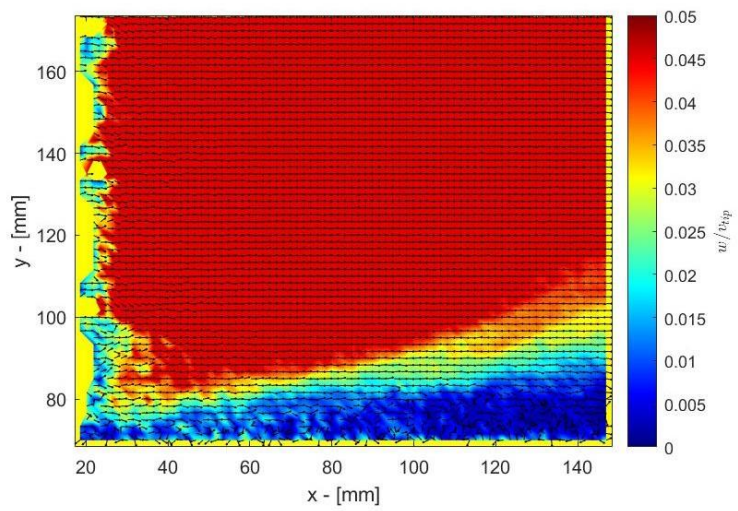


c.

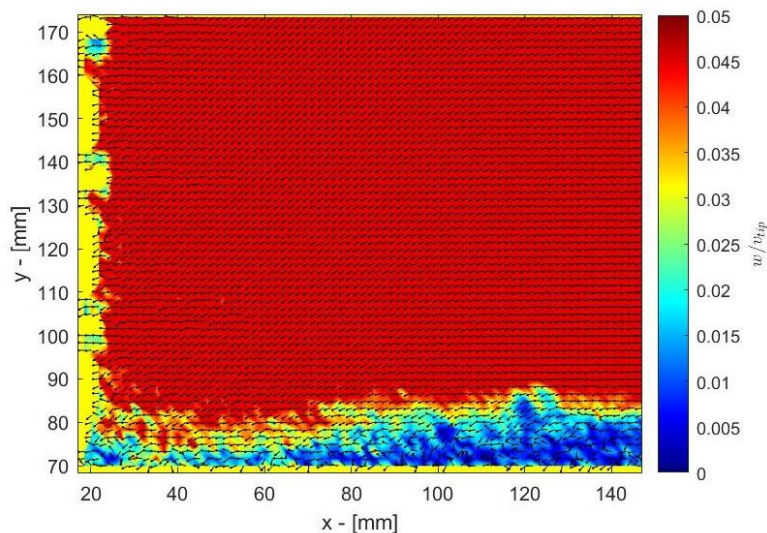
Figura 5.25: mappe vettoriali piano verticale, senso di rotazione orario, alle velocità di 67rpm (a), 133rpm (b) e 217rpm(c)



a.



b.



c.

Figura 5.26: mappe vettoriali piano verticale, senso di rotazione antiorario, alle velocità di 67rpm (a), 133rpm(b) e 217rpm (c).

Come era possibile vedere per le prove con acqua demineralizzata (figure 5.16,5.17,5.18), anche in questo caso si osservano alcune differenze nel moto del fluido passando dal senso di rotazione orario a quello antiorario; alla velocità di 67rpm si nota in entrambi i casi la formazione di tre anelli di circolazione in corrispondenza delle pale della girante, mentre a velocità più elevata (meno a 133rpm e maggiormente a 217rpm), la miscelazione risulta più omogenea in tutto il fluido; specialmente col senso di rotazione antiorario si nota una forte omogeneità del sistema alla velocità di 217rpm e 133rpm (in questo caso la velocità risulta inferiore solo sul fondo del reattore, al di sotto delle pale della girante). Ovviamente, maggiore è la velocità di rotazione delle giranti, maggiore è la velocità media del fluido in movimento e maggiore è l'omogeneità complessiva della miscelazione.

È possibile osservare quindi che, sia per l'acqua demineralizzata che per la soluzione di Gomma di xantano, la miscelazione risulti molto più omogenea sul piano verticale rispetto a quello orizzontale: sul piano orizzontale infatti, la miscelazione risulta disomogenea in quanto causata dalla formazione di anelli di ricircolo intorno alle giranti, che non riescono però a movimentare l'intera porzione di fluido osservata; si hanno infatti (come visto specialmente nelle prove in Posizione 2) zone in cui la velocità delle particelle di tracciante è praticamente nulla. Questo è particolarmente vero nelle prove con la soluzione di Gomma di xantano poiché, alla bassa velocità di movimento causata dalla geometria stessa del reattore e dal posizionamento delle giranti, si aggiunge l'aumento di viscosità del fluido che rende ancora più difficoltosa la movimentazione.



## 5.5 Misure per determinare la qualità della miscelazione

Per caratterizzare il tempo di miscelazione sono state eseguite prove PLIF.

Le prove sono state effettuate sul piano verticale con le giranti in posizione 3; il piano verticale risulta centrato sull'asse della girante ( $x=188,1\text{mm}$ ).

L'analisi è stata eseguita utilizzando acqua demineralizzata e sono state investigate tre velocità di agitazione: 67rpm, 133rpm e 217rpm in senso di rotazione antiorario.

Sono state acquisite 1000 immagini per ciascuna di queste prove, con una frequenza di campionamento di 10Hz.

L'iniezione del tracciante, la Rodamina 6G, effettuata manualmente, è avvenuta qualche secondo dopo l'inizio dell'agitazione al fine di avere alcune immagini prive di tracciante da utilizzare come "fondo" del sistema iniziale.

Come tempo rispetto al quale normalizzare il CoV è stato scelto quello immediatamente successivo all'iniezione del tracciante. Dato che il momento e la posizione dell'iniezione non è facilmente riproducibile, sono state eseguite diverse prove al fine di ottimizzare la tecnica sperimentale.

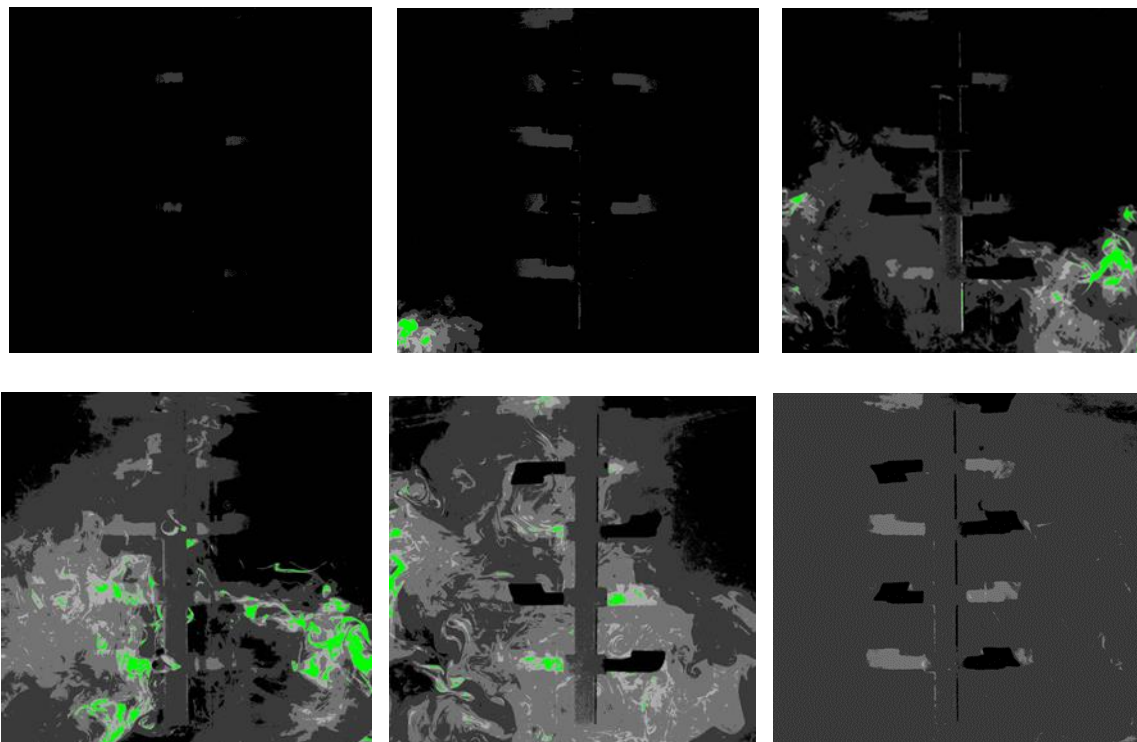
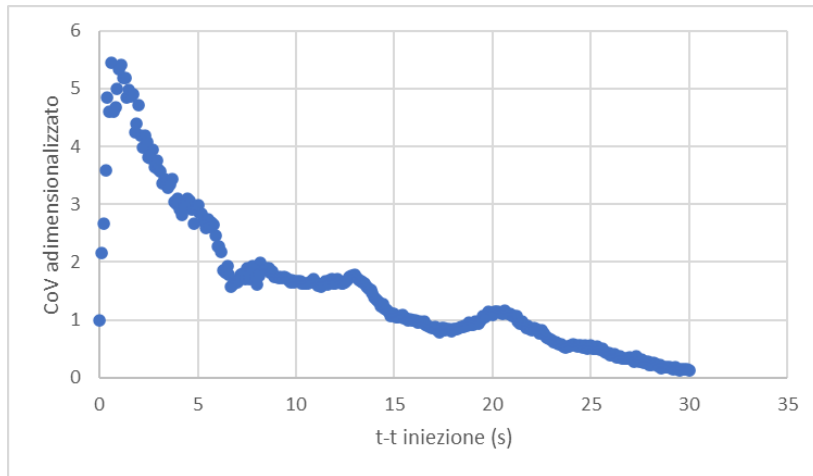


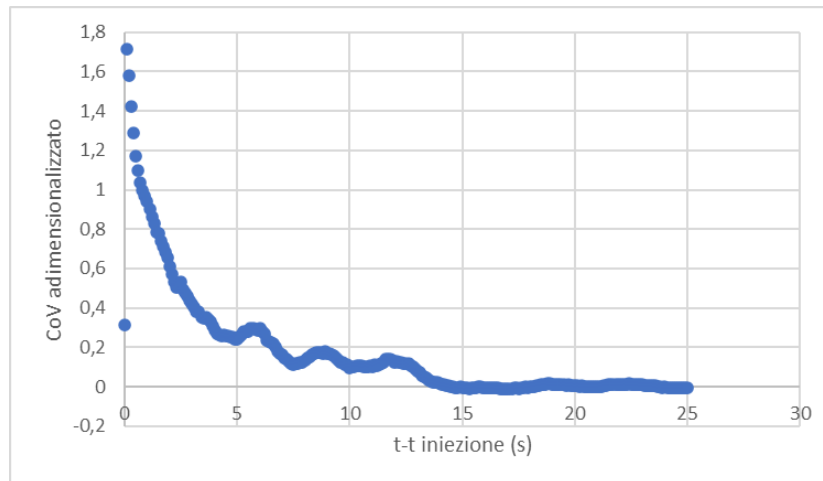
Figura 5.27: evoluzione temporale della dispersione in acqua della soluzione di Rodamina 6G a partire da prima dell'iniezione fino ad arrivare a completa omogeneizzazione del sistema.

In figura 5.28 è mostrato l'andamento del CoV adimensionalizzato secondo l'equazione 4.2 al variare del tempo per le tre velocità di agitazione considerate.

(a)



(b)



(c)

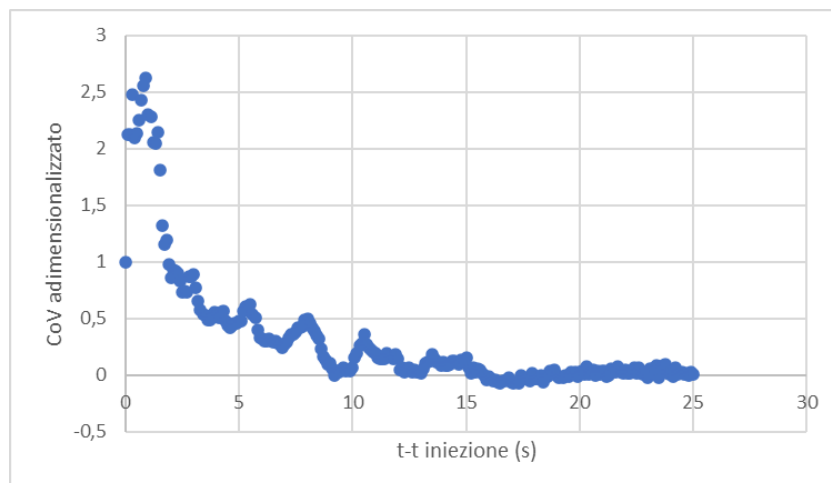


Figura 5.28: andamento del CoV adimensionalizzato in funzione del  $\Delta t (= t-t_{iniezione})$  per le tre velocità di agitazione investigate: 67rpm (a), 133rpm (b) e 217rpm (c)

È possibile notare qualitativamente la diminuzione del tempo di miscelazione all'aumentare della velocità di agitazione; occorre inoltre considerare che le acquisizioni sono state eseguite una di seguito all'altra: l'ultima acquisizione è stata quella a 217rpm in cui, in base al grafico riportato, il tempo di miscelazione sembra risultare simile all'acquisizione a 133rpm; ciò è dovuto in realtà al fatto che, quando è stata eseguita la prova, la soluzione avesse già una concentrazione elevata di tracciante e per questo motivo, il contrasto tra immagine di fondo e immagine finale necessario per determinare il CoV dal programma Matlab, risulta meno marcato rispetto alle prove precedenti.

Nella seguente tabella è riportata la stima dei tempi di miscelazione della soluzione in funzione della velocità di agitazione.

| <i>Velocità di rotazione (rpm)</i> | <i>Tempo di miscelazione (s)</i> |
|------------------------------------|----------------------------------|
| 67                                 | 30                               |
| 133                                | 13                               |
| 217                                | 10                               |

*Tabella 5.7: valori di tempo di miscelazione del colorante in base alla velocità di rotazione*

## 6 CONCLUSIONI

Lo sviluppo delle tecniche PIV e PLIF ha fornito uno strumento potente e non invasivo per effettuare una caratterizzazione fluidodinamica qualitativa e quantitativa di un reattore agitato. In questo lavoro, tali tecniche, sono state utilizzate per investigare il campo di moto medio all'interno di un reattore agitato ottenuto dallo scale-down di un digestore anaerobico industriale, che presentava problematiche di miscelazione causate dalla sedimentazione della sostanza solida presente nel fluido di processo bifase, sul fondo del reattore.

Il campo di moto medio del fluido all'interno del reattore modello è stato studiato su un determinato piano orizzontale e verticale al variare sia della velocità di agitazione che della viscosità del fluido di processo. I risultati sperimentali hanno permesso di identificare sia l'effetto di alcuni parametri di misura sull'accuratezza dei risultati che di determinare le caratteristiche del moto in tutte le configurazioni indagate. Tramite le prove effettuate è stato possibile osservare quanto la configurazione geometrica degli agitatori utilizzati sia inadatta all'ottenimento di una miscelazione omogenea, sia con acqua demineralizzata come fluido di processo che, specialmente, con una soluzione acquosa di gomma di xantano, in quanto le giranti sono soltanto in grado di imprimere movimento netto alla porzione di fluido limitrofa causando la formazione di zone stagnanti in cui la velocità media del fluido è approssimabile a zero. La configurazione indagata risulta quindi essere inadeguata ad avere una efficiente sospensione di sostanza solida, come sarebbe invece auspicabile all'interno di un digestore anaerobico. È stata inoltre osservata la dinamica di omogeneizzazione all'interno del reattore determinando l'evoluzione della dispersione di un tracciante ed il tempo di miscelazione del sistema alle diverse velocità di agitazione considerate.

È quindi possibile concludere che le tecniche di diagnostica ottica utilizzate si sono dimostrate esaustive per la caratterizzazione del sistema indagato, anche se, a causa di problemi di opacità della soluzione di gomma di xantano, non è stato possibile eseguire analisi PIV con un fluido di processo avente una viscosità apparente simile a quella del fluido bifase utilizzato nel reattore industriale. Si consiglia, come possibile sviluppo futuro, l'utilizzo di un polimero alternativo alla gomma di xantano per la preparazione di soluzioni acquose con comportamento non-Newtoniano, al fine di avvicinarsi il più possibile alle condizioni di operatività del digestore anaerobico industriale. Un possibile prodotto polimerico utilizzabile è la carbossimetilcellulosa (CMC), che è in grado di formare soluzioni acquose con comportamento pseudoplastico, trasparenti anche ad alta concentrazione.

## **BIBLIOGRAFIA**

Doran M.Pauline ,Bioprocesses engineering principles, second edition , Academic Press, Elsevier Science (2013)

Paul E.L., Atiemo-Oberg V.A., Kresta S.M., Handbook of industrial mixing. Science and practice. Wiley-Interscience, Wiley editore (2004)

Raffel M., Willer C.E., Scarano F., Kähler C., Wereley S.T., Kompenhans J. “Particle image velocimetry – A practical guide, third edition”, Springer editore (2018)

A.S. Dieter Deublein, Biogas from Waste and Renewable Resources: an Introduction, John Wiley & Sons, 2011.

Bridgeman J., Computational fluid dynamics modelling of sewage sludge mixing in an anaerobic digester, Adv. Eng. Software 44 (1) (2012)

Stafford D.A, The effects of mixing and volatile fatty acid concentrations on anaerobic digester performance, Biomass 2 (1982)

Meroney R.N, Colorado P.E, CFD simulation of mechanical draft tube mixing in anaerobic digester tanks, Water Res. (2009)

Pagilla Kr, Craney K, Kido W.H., Causes and effect of foaming in anaerobic sludge digester, Water Sci. Technol. 36 (1997)

Vesvikar M.S, Varma R.,Karim K. ,Al-Dahhan M. , Flow pattern visualization in a mimic anaerobic digester: experimental and computational studies, Water Sci. Technol. 52 (2005).

Shen, et al., Improving the mixing performances of rice straw anaerobic digestion for higher biogas production by computational fluid dynamics (CFD) simulation, Appl. Biochem. Biotechnol. 171 (2013)



Gemmeke J., Rieger C., Weidland P., Schroder, Biogas-Messprogramm II, 61 € Biogasanlagen im Vergleich, 2009.

Hoffmann R.A., Garcia M.L., Veskivar M., Karim K., Al-Dahhan M.H., Angenent L.T., Effect of shear on performance and microbial ecology of continuously stirred anaerobic digesters treating animal manure, *Biotechnol. Bioeng.* 100 (2007)

Pearce M.E.J., Lin K.C, Effects of mixing on anaerobic treatment of potato-processing wastewater, *Can. J. Civ. Eng.* 18 (1991)

Lebranchu A., et al., Impact of shear stress and impeller design on the production of biogas in anaerobic digesters, *Bioresour. Technol.* 245 (2017)

Scardina P., Edwards M., Fundamentals of bubble formation during coagulation and sedimentation processes, *J. Environ. Eng.* 132 (2006)

Tanguy P.A, Takenaka K., Power and mixing time study involving a maxblend W impeller with viscous newtonian and non-newtonian fluids, *Chem. Eng. Res. Des.* 85 (2005)

Singh B., Szamosi Z., Simènfalvi Z., State of the art on mixing in an anaerobic digester: a review, Institute of Energy and Chemical Machinery, University of Miskolc, Hungary (2019)

Montante G., Paglianti A., Fluid dynamics characterization of a stirred model bio-methanation digester, Institute of Chemical Engineers, published by Elsevier (2014)

Atiemo-Obeng, V.A., Penney, W.R., Armenante, P., 2004. Solid–liquid mixing. In: Paul, E.L., Atiemo-Obeng, V.A., Kresta, S.M. (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Wiley-Interscience, Hoboken, NJ (Chapter 10)

Craig, K.J., Nieuwoudt, M.N., Niemand, L.J., 2013. CFD simulation of anaerobic digester with variable sewage sludge rheology. *Water Res.* 47, 4485–4497.

Sharma, S.K., Mishra, I.M., Sharma, M.P., Saini, J.S., 1988. Effect of particle size on biogas generation from biomass residues. *Biomass* 17, 251–263.

Crimaldi J.P., Planar laser induced fluorescence in aqueous flows, Exp Fluids (2008) (44) 851-863

Song Ki-Wong, Kim Yong-Seok, Chang Gap-Shik, Rheology of concentrated Xanthan gum solutions: steady shear flow behaviour, Fibers and Polymers 2006, Vol.7, No.2, 129-138 (2006)

Anton Paar, fondamenti della reologia, <https://wiki.anton-paar.com/it-it/fondamenti-della-reologia/misura-con-reometro/>

Thermo scientific, Manuale Thermo-HAAK Rotovisco 1, 2010

CP Kelco a Huber Company, Xhantan gum book 8th edition, 2008