

# Alma Mater Studiorum - Università di Bologna

---

**FACOLTÀ DI CHIMICA INDUSTRIALE**

Corso di Laurea Magistrale in Chimica Industriale  
Classe LM - 71 - Scienze e Tecnologie della Chimica Industriale

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA CHIMICA, MINERARIA E DELLE TECNOLOGIE AMBIENTALI  
(DICMA)

## **APPLICAZIONE DI UN TOMOGRAFO A RESISTENZA ELETTRICA ALLO STUDIO DELLA MISCELAZIONE IN REATTORI BIFASE AGITATI MECCANICAMENTE**

Tesi di Laurea di:

**LUIGI DA VIÀ**

Relatore:

**PROF. ALESSANDRO PAGLIANTI**

Sessione II

---

Anno Accademico 2010/2011

Università di Bologna.

La tesi è scritta in L<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X 2<sub>ε</sub>, le immagini sono in EPS e la stampa è in PS.

# Indice

<b>1</b>	<b>Introduzione</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Miscelazione</b>	<b>5</b>
2.1	Problemi nella miscelazione . . . . .	5
<b>3</b>	<b>Miscelazione in reattori agitati meccanicamente</b>	<b>9</b>
3.1	Potenza richiesta . . . . .	9
3.1.1	Fluidi Newtoniani . . . . .	9
3.2	Flow Patterns . . . . .	14
<b>4</b>	<b>Miscelazione di sistemi gas-liquido</b>	<b>17</b>
4.1	Tipi e configurazione di reattori a miscelazione turbolenta . . . . .	20
4.2	Potenza richiesta . . . . .	23
<b>5</b>	<b>Tomografia di Processo</b>	<b>31</b>
5.1	Struttura del sistema ERT . . . . .	32
5.2	Sensori . . . . .	33
5.3	Il Data Acquisition System (DAS) . . . . .	36
5.4	Strategie di campionamento . . . . .	38
5.5	Image Processing . . . . .	42
5.6	Metodi non iterativi di Image Reconstruction . . . . .	42
5.6.1	Forward Problem . . . . .	42
5.6.2	Inverse Problem . . . . .	44

5.7	L'algoritmo Linear Back Projection . . . . .	44
<b>6</b>	<b>Materiale e Metodi</b>	<b>47</b>
6.1	Reattore e giranti . . . . .	47
6.2	Elettrodi . . . . .	48
6.3	Data Acquisition System . . . . .	49
6.4	Image Reconstruction . . . . .	52
6.5	Impianto distribuzione aria . . . . .	53
<b>7</b>	<b>Parametri Sperimentali</b>	<b>55</b>
7.1	Frequenza corrente iniettata . . . . .	56
7.2	Numero di cicli di delay . . . . .	60
7.3	Valori di conducibilità . . . . .	61
7.4	Influenza della temperatura . . . . .	62
<b>8</b>	<b>Analisi Transizioni di Regime per il Sistema Gas-Liquido</b>	<b>65</b>
8.1	Parametri base per la miscelazione con turbine Rushton di sistemi aerati . . . . .	66
8.2	Dati sperimentali . . . . .	69
8.3	Analisi tomogrammi Rushton . . . . .	72
8.3.1	Risultati ottenuti . . . . .	76
8.4	Analisi tomogrammi PBT_UP . . . . .	83
8.5	Analisi tomogrammi A310 . . . . .	91
8.6	Analisi tomogrammi PBT_DOWN . . . . .	100
<b>9</b>	<b>Analisi Tempi di Miscelazione di un Sistema Monofase</b>	<b>107</b>
9.1	Scelta dei parametri strumentali . . . . .	108
9.2	Configurazione reattore . . . . .	109
9.3	Dati Sperimentali del Sistema Monofase . . . . .	109
9.4	Analisi Risultati Sperimentali del Sistema Monofase . . . . .	117
<b>10</b>	<b>Analisi Tempi di Miscelazione per un Sistema Bifase Gas-Liquido</b>	<b>121</b>

---

<b>11</b>	<b>Analisi di un Sistema Solido-Liquido</b>	<b>129</b>
11.1	Parametri Sperimentali Analisi Sistema Solido-Liquido . . . . .	130
11.2	Analisi tomogrammi A310 . . . . .	132
11.3	Analisi tomogrammi PBT_DOWN . . . . .	139
<b>12</b>	<b>Analisi Tempi di Miscelazione per un Sistema Bifase Solido-Liquido</b>	<b>145</b>
12.1	Analisi Risultati Tempi di Miscelazione A310 . . . . .	147
12.2	Analisi Risultati Tempi di Miscelazione PBT_DOWN . . . . .	152
<b>13</b>	<b>Conclusioni</b>	<b>157</b>
	<b>Bibliografia</b>	<b>160</b>



# Elenco delle tabelle

4.1	Valori di $P_0$ per diverse giranti . . . . .	23
7.1	Parametri frequenze . . . . .	58
7.2	Durata analisi in funzione della frequenza . . . . .	58
7.3	Durata analisi frequenza 20 cicli . . . . .	60
7.4	Coefficienti angolari linee di tendenza . . . . .	62
8.1	Portate aria . . . . .	70
8.2	Parametri gas-liquido . . . . .	71
8.3	Numeri di flusso calcolati . . . . .	71
8.4	Tabella parametri Nienow . . . . .	71
9.1	Parametri analisi sale . . . . .	108
9.2	Tempi di miscelazione per la prima iniezione . . . . .	112
9.3	Tempi di miscelazione per la seconda iniezione . . . . .	112
9.4	Parametri delle giranti utilizzate . . . . .	117
9.5	Tempi di miscelazione con Ruszkowski (1994) . . . . .	117
9.6	Tempi di miscelazione sperimentali . . . . .	118
10.1	Parametri analisi sale . . . . .	122
10.2	Tempi di miscelazione in funzione di $Q_G$ . . . . .	124
11.1	Pesate particelle di solido . . . . .	131
11.2	Parametri analisi sistema solido-liquido . . . . .	131

12.1 Parametri analisi sistema solido-liquido . . . . .	146
12.2 Tempi di miscelazione solido-liquido . . . . .	146

# Elenco delle figure

3.1	Esempio di un reattore agitato meccanicamente . . . . .	11
3.2	Curva di potenza per un sistema monofase . . . . .	12
3.3	Curva di potenza per diverse giranti . . . . .	14
3.4	Campi di moto assiale (A) e radiale (B) . . . . .	15
4.1	Apparecchiature per il trattamento sistemi gas-liquido . . . . .	19
4.2	Giranti per gas-liquido . . . . .	21
4.3	Potenza richiesta in sistemi bifasici . . . . .	24
4.4	Cavità in turbine a disco . . . . .	25
4.5	Effetto della posizione dello sparger . . . . .	26
4.6	Instabilità per PBT down-pumping . . . . .	26
4.7	Cavità in PBT . . . . .	27
4.8	Power curve per giranti a 6 palette . . . . .	28
4.9	Correlazione tra numero di flusso e potenza . . . . .	29
5.1	Configurazione strumentazione ERT . . . . .	33
5.2	Configurazione elettrodi, Hua (1993) e Paulson (1992) . . . . .	35
5.3	Componenti tipici per il DAS . . . . .	37
5.4	Strategie campionamento . . . . .	41
5.5	Flowchart della ricostruzione dei tomogrammi . . . . .	46
6.1	Fotografia del reattore utilizzato in questo lavoro di tesi. . . . .	48
6.2	Matrice delle misure per ogni frame . . . . .	50

6.3	Griglia di ricostruzione dei tomogrammi . . . . .	52
6.4	Esempio di un tomogramma . . . . .	53
7.1	Comparativo valori frequenze p1 a 100 rpm . . . . .	57
7.2	Comparativo valori frequenze p2 a 100 rpm . . . . .	57
7.3	Comparativo valori frequenze p1 a 500 rpm . . . . .	59
7.4	Comparativo valori frequenze p2 a 500 rpm . . . . .	59
7.5	Comparativo valori delay 4.8 kHz P1 . . . . .	63
7.6	Comparativo valori delay 4.8 kHz P2 . . . . .	63
7.7	Comparativo valori delay 9.6 kHz P1 . . . . .	64
7.8	Comparativo valori delay 9.6 kHz P2 . . . . .	64
8.1	Flow patterns reattore . . . . .	67
8.2	Regimi di flusso con tomogrammi . . . . .	69
8.3	Istogramma e tomogramma flooded . . . . .	73
8.4	Istogramma e tomogramma flooded . . . . .	74
8.5	Istogramma e tomogramma flooded . . . . .	74
8.6	Istogramma e tomogramma flooded . . . . .	75
8.7	Tomogrammi Rusthon 100 rpm . . . . .	78
8.8	Tomogrammi Rusthon 200 rpm . . . . .	79
8.9	Tomogrammi Rusthon 300 rpm . . . . .	80
8.10	Tomogrammi Rusthon 400 rpm . . . . .	81
8.11	Tomogrammi Rusthon 500 rpm . . . . .	82
8.12	Regimi identificabili per la girante PBT_UP . . . . .	83
8.13	Tomogrammi PBT_UP 100 rpm . . . . .	86
8.14	Tomogrammi PBT_UP 200 rpm . . . . .	87
8.15	Tomogrammi PBT_UP 300 rpm . . . . .	88
8.16	Tomogrammi PBT_UP 400 rpm . . . . .	89
8.17	Tomogrammi PBT_UP 500 rpm . . . . .	90
8.18	Regimi di carico per turbine assiali . . . . .	91

---

8.19	Tomogrammi A310 100 rpm . . . . .	95
8.20	Tomogrammi A310 200 rpm . . . . .	96
8.21	Tomogrammi A310 300 rpm . . . . .	97
8.22	Tomogrammi A310 400 rpm . . . . .	98
8.23	Tomogrammi A310 500 rpm . . . . .	99
8.24	Tomogrammi PBT_DOWN 100 rpm . . . . .	102
8.25	Tomogrammi PBT_DOWN 200 rpm . . . . .	103
8.26	Tomogrammi PBT_DOWN 300 rpm . . . . .	104
8.27	Tomogrammi PBT_DOWN 400 rpm . . . . .	105
8.28	Tomogrammi PBT_DOWN 500 rpm . . . . .	106
9.1	Andamento tipico della resistività . . . . .	112
9.2	Andamento tipico della resistività per il Piano 1 (A) ed il Piano 2 (B) . . . . .	113
9.3	Tempi di miscelazione prima prova . . . . .	114
9.4	Tempi di miscelazione seconda prova . . . . .	114
9.5	Iniezione sale 3D . . . . .	116
9.6	Valori tempi di miscelazione giranti . . . . .	119
10.1	Resistività gas liquido p1 . . . . .	123
10.2	Resistività gas liquido p2 . . . . .	123
10.3	Confronto trend aria con dati monofase . . . . .	127
11.1	Tipi di sospensione di particelle solide . . . . .	130
11.2	Tomogrammi solido A310 . . . . .	134
11.3	Tomogrammi solido A310 . . . . .	135
11.4	Tomogrammi solido A310 . . . . .	136
11.5	Profili radiali per il sistema solido liquido A310 . . . . .	138
11.6	Tomogrammi solido PBT_DOWN . . . . .	140
11.7	Tomogrammi solido PBT_DOWN . . . . .	141
11.8	Tomogrammi solido PBT_DOWN . . . . .	143
11.9	Profili radiali per il sistema solido liquido PBT_DOWN . . . . .	144

---

12.1	Curve di $R'$ con solido al 10% A310 . . . . .	149
12.2	Curve di $R'$ con solido al 20% A310 . . . . .	150
12.3	Curve di $R'$ con solido al 30% A310 . . . . .	151
12.4	Curve di $R'$ con solido al 10% PBT_DOWN . . . . .	153
12.5	Curve di $R'$ con solido al 20% PBT_DOWN . . . . .	154
12.6	Curve di $R'$ con solido al 30% PBT_DOWN . . . . .	155
12.7	Andamento dati sperimentali PBT_DOWN . . . . .	156
12.8	Andamento dati sperimentali A310 . . . . .	156

*Bologna, 14 Ottobre 2011*

*So many people live within unhappy circumstances and yet will not take the initiative to change their situation because they are conditioned to a life of security, conformity, and conservatism, all of which may appear to give one peace of mind, but in reality nothing is more dangerous to the adventurous spirit within a man than a secure future. The very basic core of a man's living spirit is his passion for adventure. The joy of life comes from our encounters with new experiences, and hence there is no greater joy than to have an endlessly changing horizon, for each day to have a new and different sun. C.M.C.*



# Capitolo 1

## Introduzione

Le operazioni di miscelezioni sono parte costituente della maggior parte dei processi industriali che coinvolgono trasformazioni di materie prime e semilavorati nei prodotti finiti. Nonostante la maggior parte della conoscenza oggi disponibile nel mixing derivi dagli impianti chimici, molti altri settori effettuano operazioni di miscelazione su larga scala.

La miscelazione è un'operazione fondamentale nell'industria alimentare, farmaceutica, della carta, della plastica e della gomma. Capire i meccanismi della miscelazione è di fondamentale importanza nell'industria chimica e non solo. Nei reattori industriali la selettività e la resa si basano su di reazioni ed equazioni cinetiche non lineari in definiti range di concentrazione. A questo proposito, risulta chiaro come l'assunzione del mixing perfetto, a volte invocato nei reattori semi-batch, quasi mai sia applicabile nella realtà, questo è dovuto al fatto che i reattori industriali devono ottenere il prodotto velocemente e su larga scala.

Le reazioni in molti casi sono più veloci dei processi di miscelazione per diminuire i costi d'impianto, di conseguenza, si possono notare campi di concentrazioni che non rispettano la stechiometria della reazioni e, in taluni casi, i reagenti possono sembrare apparentemente separati tra loro. Tutto ciò va ad impattare sulla distribuzione dei prodotti e sui processi separativi a monte del reattore, con un conseguente aumento dei costi d'impianto, i quali possono fare diventare un processo innovativo non conveniente per-

chè non economicamente sostenibile.

Nel corso degli anni sono state sviluppate diverse tecniche d'analisi e di simulazione del moto dei fluidi all'interno delle apparecchiature per investigare e quindi ottimizzare le performance d'impianto e diminuirne i costi di gestione.

Negli ultimi anni sono stati fatti passi da gigante sia in CFD (Computational Fluid Dynamics) che in CFM (Computational Fluid Mixing) grazie all'aumento della capacità di calcolo dei computer, e oggi, è possibile produrre incredibili moli di dati e di modelli tridimensionali per prevedere il comportamento dei fluidi all'interno dei reattori agitati, reattori a letto fluido e reattori a letto fisso. La validazione di queste tecniche molto potenti sta nella possibilità di basare queste simulazioni su misure acquisite con un elevato grado di dettaglio e precisione. Ad esempio, un comune modello 3D di un reattore agitato, può includere al suo interno circa  $10^5$  elementi di volume, e di conseguenza, la validazione dei modelli ottenuti simulando al computer scenari diversi passa attraverso le misure sperimentali.

L'anemometria laser Doppler (LDA) è stata impiegata con successo per convalidare i modelli ottenuti con la CFD, ma questa tecnica per ottenere un numero sufficiente di dati richiede numerose e laboriose acquisizioni nello spazio 3-D del reattore.

La Digital Particle Image Velocimetry (DPIV) è uno sviluppo successivo e richiede minori misurazioni rispetto alla LDA. In ogni caso, entrambe le tecniche, si focalizzano sulle fluttuazioni delle velocità medie locali e non si indirizzano verso la comprensione del grado di miscelazione di un sistema.

D'altro canto la Tomografia a Resistenza Elettrica (ERT) è in grado, in modo non invasivo, di misurare campi di concentrazioni che si evolvono nel tempo e quindi di monitorare indici di miscelazione all'interno dei reattori agitati raggiungendo una risoluzione spaziale di circa  $10^4$  elementi di volume definiti voxels (pixel volumetrici) (Mann *et al.*, 1997). In aggiunta, l'approccio utilizzato dalla tomografia a resistenza elettrica offre una risoluzione temporale dei millisecondi e quindi idealmente può seguire, stimare e validare i modelli ricavati con la CFM.

L'obiettivo primario della tomografia è la comprensione ed il monitoraggio della compo-

---

sizione all'interno di condutture e reattori in genere. L'ERT offre una soluzione a basso costo e non invasiva per determinare l'evoluzione dinamica del processo attraverso misure di impedenza elettrica attraverso dei sensori installati sulle pareti delle apparecchiature. I tomogrammi ottenuti da questi strumenti possono essere utilizzati per comprendere al meglio i processi chimico-fisici e fornire i mezzi necessari per il monitoraggio ed il controllo online del processo in modo da ridurre i consumi energetici d'impianto e di migliorare la resa globale del processo. L'obiettivo di questo lavoro di tesi è quello di investigare con la tecnica della tomografia a resistenza elettrica (ERT) la miscelazione di sistemi mono e bifasici. Inizialmente è stata studiata l'efficienza della dispersione dell'aria all'interno del reattore a seconda della girante installata e del numero di rotazioni per minuto.

Successivamente si è andati ad investigare il mixing time di una soluzione salina saturata andando anche in questo caso a variare sia la girante sia il numero di rotazioni per minuto. Come ultimo step di questo lavoro si è analizzato il mixing di una soluzione bifasica composta da acqua e sfere di silice del diametro di  $300\ \mu\text{m}$ . Tutte le esperienze sopra citate sono state eseguite utilizzando quattro giranti diverse, una Rushton a 6 pale, una Pitch Blade Turbine down-pumping, una Pitch Blade Turbine up-pumping ed una Lightnin A310.



# Capitolo 2

## Miscelazione

Con l'aumento dei costi delle materie prime e la necessità di minimizzare gli scarti da smaltire, la strumentazione dedicata al monitoraggio in real-time dei parametri del mixing sta prendendo piede in impianto anche a causa dell'abbassamento dei costi e dell'introduzione di tecniche non invasive di misura. Nel passato infatti, si prestava scarsa considerazione alla miscelazione come operazione unitaria, ed eventuali lacune teoriche venivano coperte con un overdesign strumentale, il quale però poteva non essere in grado di identificare delle anomalie locali se la qualità del prodotto finito rimaneva pressoché inalterata.

### 2.1 Problemi nella miscelazione

Quasi nella totalità dei casi, le operazioni di miscelazioni sono influenzate da molteplici fattori simultaneamente. Per esempio, quando un processo viene condotto all'interno di un reattore agitato meccanicamente, è richiesto che al suo interno vengano effettuate diverse operazioni, ciascuna delle quali può essere la più critica ed importante. Nei cristallizzatori è quindi necessario considerare la miscelazione nel bulk del fluido di processo per garantire i corretti livelli di super saturazione, il trasferimento di calore associato al controllo di temperatura, la sospensione dei cristalli, la velocità di crescita dei cristalli e

la velocità di enucleazione; nei fermentatori l'impatto della reologia del fluido sull'omogeneizzazione e sul trasferimento di ossigeno in soluzione, il raffreddamento del reattore, la dispersione dell'aria e la stabilità biologica dei batteri. E' fondamentale quindi avere una visione globale di tutti gli aspetti che possono essere influenzati dal mixing quando ci si trova a risolvere un problema.

### **Miscelazione di miscele monofase**

In molte operazioni, è necessario mescolare tra loro due componenti miscibili, come ad esempio diversi idrocarburi nell'industria petrolifera; ed in questi casi, si guarda alla miscelazione con superficialità in quanto non sono coinvolte né reazioni chimiche, né trasferimenti di massa da una fase all'altra. In questo tipo di operazione è necessario miscelare i due composti in modo che le rispettive concentrazioni siano entro livelli accettabili.

Tuttavia questo tipo di operazione può essere difficoltosa nel momento in cui le viscosità o le densità dei due componenti siano molto diverse tra loro. Problemi possono sorgere anche nel caso in cui uno dei due liquidi da miscelare sia in largo difetto rispetto all'altro e che quindi occupi solamente una piccola frazione volumetrica della miscela finale.

### **Sistemi solido-liquido**

Nelle reazioni in fase liquida catalizzate da solidi o nelle operazioni di cristallizzazione, è necessario sospendere le particelle solide in liquidi a viscosità relativamente bassa. Questo può essere fatto tramite agitazione meccanica del fluido all'interno del reattore in modo da prevenire la sedimentazione del solido e per garantire buoni coefficienti di trasferimento di massa nel caso in cui siano presenti delle reazioni chimiche.

Se l'agitazione viene fermata, il solido può galleggiare sulla superficie del fluido oppure sedimentare sul fondo o lungo le pareti del reattore. In un altro caso, può essere invece necessario disperdere particelle solide all'interno di fluidi molto viscosi, come ad esempio la dispersione di particelle di carbone all'interno della gomma. In questo caso, come per l'emulsione liquido-liquido, il prodotto stabile e molto viscoso, quindi può mostrare

complesse proprietà reologiche, il che richiede l'introduzione di particolari precauzioni per ottimizzare il processo.

### **Sistemi gas-liquido**

Molti processi chimici industriali coinvolgono reazioni di ossidazione, idrogenazione, fermentazioni biologiche che implicano il contatto tra gas e liquido e solitamente i fluidi utilizzati sono caratterizzati da particolari proprietà reologiche. E' quindi indispensabile in questi processi, l'agitazione della massa liquida presente all'interno del reattore ,e al tempo stesso, la dispersione delle bollicine di gas all'interno della fase continua liquida. Il trasferimento di massa avviene all'interfaccia gas-liquido, ed in molti casi, è proprio all'interfaccia in cui avvengono le reazioni chimiche. E' quindi necessario controllare ed ottimizzare le dimensioni delle bollicine e la loro dispersione all'interno del reattore in modo da ottimizzare il più possibile i parametri di reazione.

### **Miscelazione di liquidi immiscibili tra loro**

Quando due liquidi immiscibili sono mescolati tra loro ( ad esempio acqua e olio), è necessaria la presenza di un reattore agitato in modo da disperdere le goccioline d'olio nella matrice acquosa. E' il caso dell'estrazione con solvente in cui grandi valori di area interfacciale tra le due fasi sono richiesti per aumentare i coefficienti di trasferimento di massa da una fase all'altra. In questo caso l'agitazione è appunto richiesta per creare le condizioni più favorevoli all'estrazione da effettuare; quindi, in caso di interruzione dell'agitazione all'interno del reattore, si ha una drastica diminuzione dei valori di area interfacciale, rendendo di fatto il processo inefficiente. Un altro caso che si incontra frequentemente nell'industria alimentare è la miscelazione di liquidi immiscibili per dare emulsioni, nelle quali piccolissime gocce di liquido sono sospese all'interno di un'altra matrice liquida. La stabilità di questi sistemi varia da caso a caso, e generalmente le emulsioni più stabili nel tempo sono quelle che presentano dei valori di viscosità relativamente alti e a volte, caratteristiche reologiche di tipo non newtoniano.

## Trasferimento di calore

Nonostante alcune apparecchiature siano disegnate e sviluppate principalmente per la miscelazione di diversi componenti, il mixing è di fondamentale importanza dell'industria chimica anche per aspetti di sicurezza. Il trasferimento del calore sviluppato dalle reazioni chimiche esotermiche all'interno di un reattore deve essere efficacemente rimosso dallo stesso per evitare possibili runaway della miscela di reazione con rischio di esplosione del reattore stesso. In questo caso la rotazione delle giranti poste all'interno del reattore è di fondamentale importanza per la dissipare il calore in eccesso e far sì che il reattore operi in tutta sicurezza.

Dalla casistica presentata brevemente in questo capitolo, si capisce come lo sviluppo di tecniche affidabili e non invasive nei confronti delle proprietà reologiche dei fluidi e del loro movimento all'interno delle apparecchiature, sia assolutamente necessario per migliorare le prestazioni in termini chimico-fisici ed economici degli impianti attualmente esistenti, per la ricerca e per lo scale-up di nuovi processi ed apparecchiature.

# Capitolo 3

## Miscelazione in reattori agitati meccanicamente

In questo capitolo verrà considerato il comportamento di miscele monofase all'interno di reattore agitati meccanicamente. Inizialmente verrà considerata la potenza richiesta dalla girante per dimensionare il motore e sulla base di queste considerazioni verrà dimostrata la distinzione tra mixing laminare e turbolento.

Nonostante il mixing di miscele monofase abbia una scarsa applicazione in campo industriale visto il limitato numero di casi, in questo capitolo si cercherà di spiegare come questo tipo di miscele si comportano in termini di flusso, turbolenza e mixing time per sistemi a bassa viscosità. Tutte le considerazioni effettuate di seguito possono essere usate come base per l'analisi dei sistemi gas-liquido e solido-liquido trattati successivamente.

### 3.1 Potenza richiesta

#### 3.1.1 Fluidi Newtoniani

Si consideri il reattore in Fig:3.1 in cui un fluido Newtoniano di densità  $\rho$  e viscosità  $\mu$  viene agitato da una girante di diametro  $D$ , con una velocità di rotazione  $N$ ; se il diametro del reattore è  $T$ , la larghezza della girante  $W$  e l'altezza del liquido all'interno del reattore stesso  $H$ , si ha che la potenza  $P$  richiesta dalla girante, in queste condizioni,

sia funzione di tutte le variabili indipendenti descritte in precedenza, quindi:

$$P = f(\rho, \mu, N, g, D, T, W, H) \quad (3.1)$$

$P$  in questo caso rappresenta l'energia che viene dissipata nel liquido tramite il movimento della girante stessa. La potenza elettrica da fornire al motore sarà maggiore di  $P$  a causa di resistenze interne al motore.

Non è possibile ottenere la relazione 3.1 solamente analizzando la meccanica del fluido all'interno del reattore a causa della complessità della geometria della girante, del reattore stesso e da un numero di altre apparecchiature installate all'interno (serpentine di raffreddamento, etc). Tuttavia, utilizzando l'analisi dimensionale, il numero delle variabili che descrivono sistemi di questo tipo, può essere ridotto e l'equazione 3.1 si riduce a:

$$\frac{P}{\rho N^3 D^5} = f \left\{ \frac{\rho N D^2}{\mu}, \frac{N^2 D}{g}, \frac{T}{D}, \frac{W}{D}, \frac{H}{D}, etc \right\} \quad (3.2)$$

In cui:

- $P/\rho N^3 D^5$  è il numero di potenza  $P_0$
- $\rho N D^2/\mu$  è il numero di Reynolds ( $Re$ )
- $N^2 D/g$  è il numero di Froude ( $Fr$ )

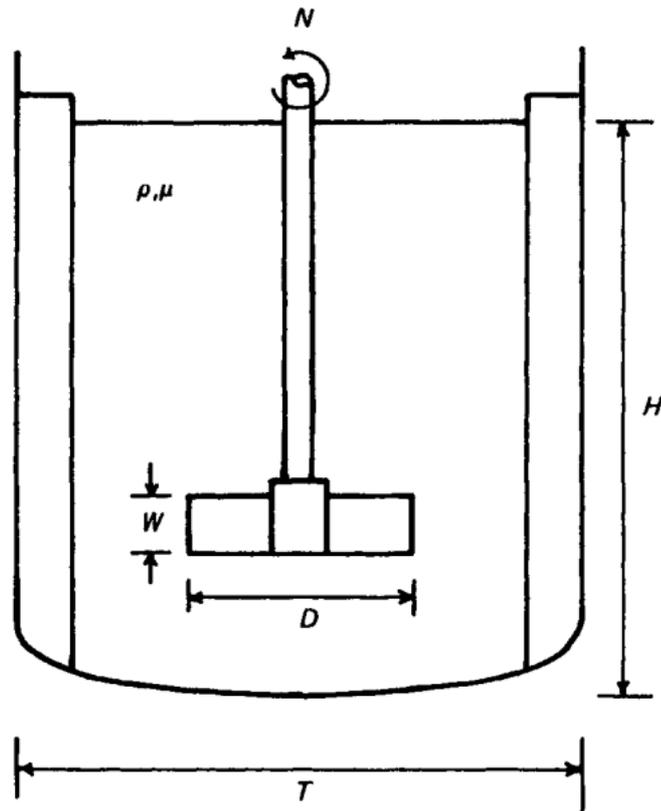
Il numero di Froude è importante nei casi in cui esistano dei grossi vortici all'interno del reattore, nel caso in cui ciò non avvenga, questo può essere ignorato se il numero di Reynolds è minore di 300. Per valori maggiori del numero di Reynolds gli effetti dovuti al numero di Froude sono eliminati con l'introduzione dei frangi vortice sul reattore oppure installando la girante in modo eccentrico nel reattore.

Nel caso in cui il numero di Froude sia trascurabile, si ha che:

$$P_0 = f(Re, \text{rapporti geometrici}) \quad (3.3)$$

mentre se si considera la simmetria del sistema si ha che:

$$P_0 = f(Re) \quad (3.4)$$



**Figura 3.1:** Esempio di un reattore agitato meccanicamente

La relazione funzionale che intercorre tra un sistema con una data geometria e la potenza richiesta, deve essere ricavata eseguendo delle prove a diverse velocità di rotazione della girante con fluidi a diversa densità e viscosità. Si grafica poi il numero di potenza  $P_0$  in funzione di  $Re$  in un grafico logaritmico. Tutti i dati relativi ad una miscela monofase dovrebbero ricadere su un'unica curva di potenza per un dato sistema ed una girante specifica.

Una tipica curva di potenza mostrata in figura 3.2, evidenzia come a bassi valori di  $Re$ , minori di 10, esista una regione a flusso laminare ed il movimento del fluido all'interno del reattore sia governato principalmente dalla viscosità del fluido stesso. La pendenza

della curva sul grafico logaritmico è negativa il che significa:

$$P_0 = \frac{K_P}{Re} \quad (3.5)$$

dove  $K_P$  è una costante che dipende solamente dalla geometria del sistema considerato. Nella regione a flusso laminare la miscelazione è lenta ed è inizialmente dovuta alla di-

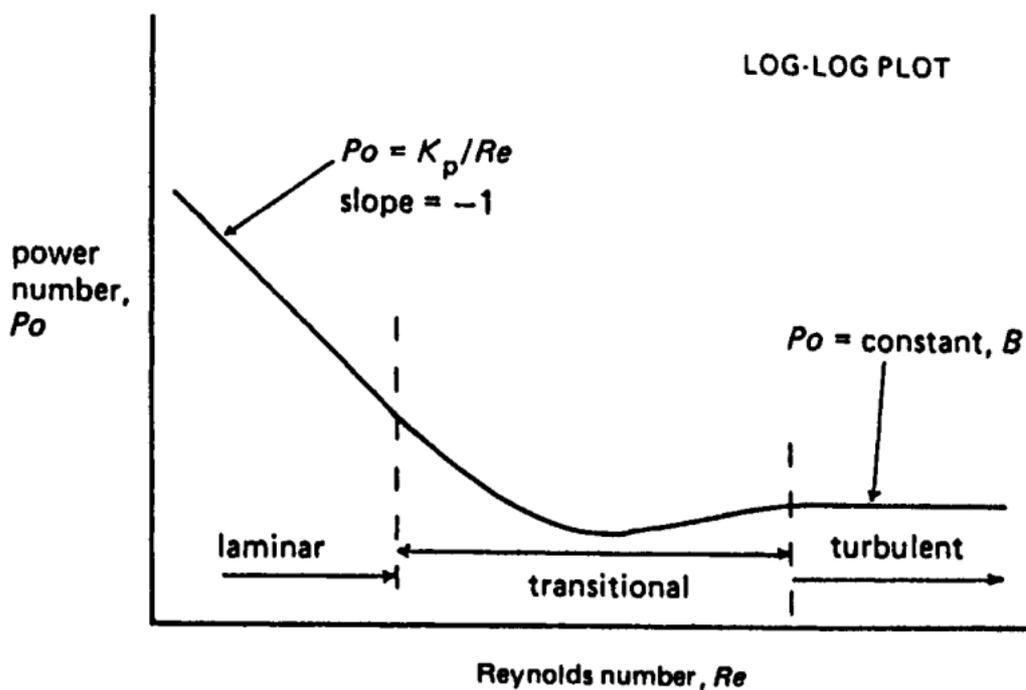


Figura 3.2: Curva di potenza per un sistema monofase

stribuzione di velocità all'interno del reattore stesso, in quanto la dispersione turbolenta è assente e la diffusione molecolare in sistemi liquidi è molto lenta.

Con il passare del tempo si creerà una distribuzione di velocità la quale andrà a creare un'interfaccia tra i componenti che sono miscelati e solo allora la diffusione molecolare entrerà in gioco visti gli elevati valori di area superficiale. Questo regime caratterizzato da bassi valori di  $Re$  e quindi da fluidi molto viscosi, richiedono l'impiego di giranti particolari, non trattate in questo lavoro di tesi.

Ad alti valori del numero di Reynolds, maggiori di  $10^4$ , il flusso diventa turbolento e la miscelazione diventa rapida a causa dei vortici turbolenti. In questa regione il numero di potenza è essenzialmente costante:

$$P_0 = B \quad (3.6)$$

Le operazioni di miscelazione di sistemi bifacisi gas-liquido o solido-liquido vengono solitamente condotte in questa regione utilizzando giranti ad alta velocità, turbine e palette. Nonostante il mixing del liquido possa essere rapido, questi processi possono essere rallentati da considerazioni sul trasferimento di massa.

Tra la regione a regime laminare e quella a regime turbolento vi è una regione di transizione in cui non esiste una semplice relazione matematica tra il numero di potenza e il numero di Reynolds.

Le curve di potenza sono disponibili per molti tipi di giranti e turbine e si trovano facilmente in letteratura (Fig:3.3 ), ma si deve tenere presente che, nonostante una curva di potenza sia applicabile a qualsiasi miscela monofase Newtoniana a qualsiasi velocità di rotazione della girante, questa sarà valida per una specifica geometria del sistema o per sistemi a geometria simile.

Queste curve quindi possono essere utilizzate per calcolare la richiesta di potenza da parte della girante se la geometria del reattore, le proprietà del fluido da trattare e la velocità di rotazione sono variabile note.

Se non esistono tali curve di potenza, è necessario condurre delle prove sperimentali per ogni specifica geometria. Questa pratica è applicabile, ovviamente, solo in piccola scala.

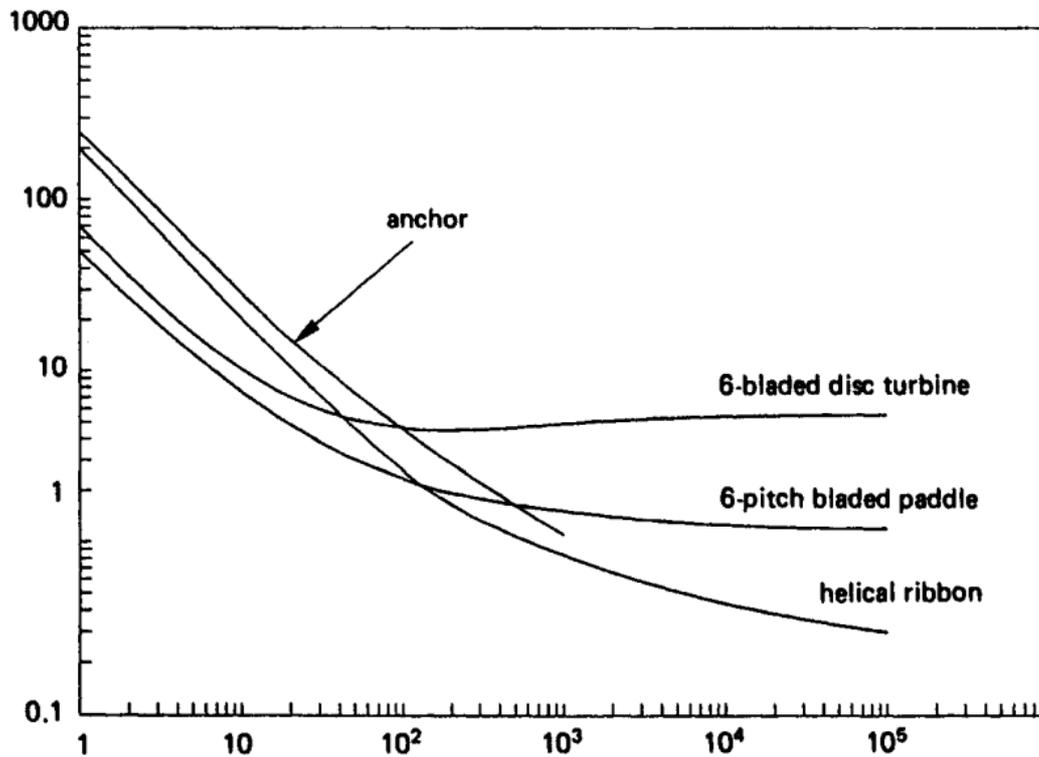


Figura 3.3: Curva di potenza per diverse giranti

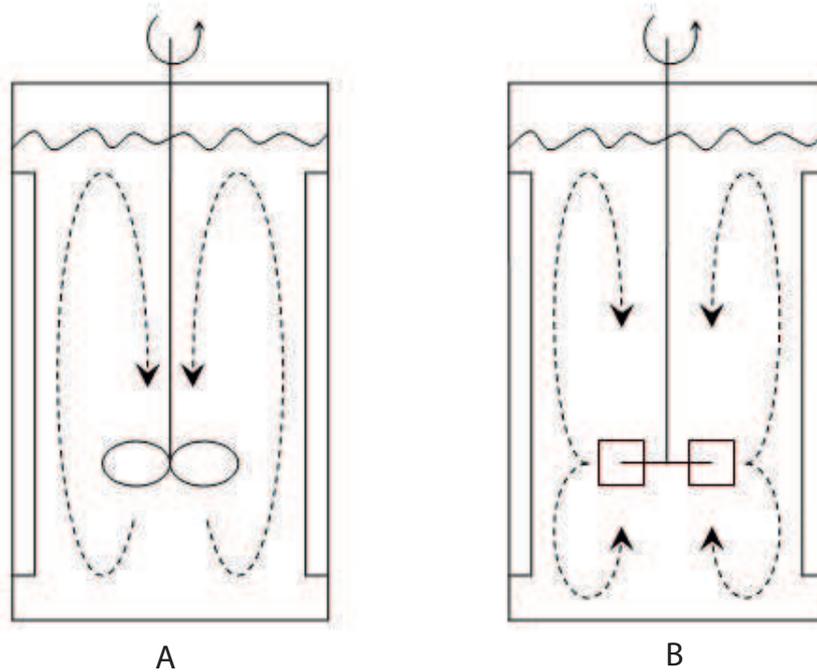
## 3.2 Flow Patterns

I campi di moto per miscele monofase in reattori agitati sono reperibili in letteratura per un gran numero di giranti. Le tecniche sperimentali utilizzate prevedono l'impiego di traccianti colorati, particelle galleggianti, bollicine di idrogeno e la misura delle velocità medie tramite tubi di Pitot, e laser.

Un'idea qualitativa di un campo di moto creato da una girante in una miscela monofase, è utile per capire dove si trovino le cosiddette zone morte del reattore in cui la miscelazione avviene solo parzialmente o è addirittura assente. Due campi di moto tipici sono illustrati in Fig:3.4 per una girante ad elica e una turbina operanti con un fluido Newtoniano e nella regione del mixing turbolento. La girante ad elica crea un flusso prevalentemente assiale, quest'ultimo può essere rivolto verso il basso o l'alto a seconda del verso di rotazione dell'albero motore.

Il campo di moto preferenziale per una girante ad elica down-pumping è quello mostra-

to in Fig:3.4, ovviamente è da considerare come la velocità in ogni singolo punto del reattore sia tridimensionale e non stabile, ma questo tipo di rappresentazioni è utile per la scelta delle giranti più adatte e per evitare la formazione di zone morte all'interno del reattore come accennato in precedenza.



**Figura 3.4:** Campi di moto assiale (A) e radiale (B)

La turbina a palette crea invece un flusso radiale diretto verso l'esterno del reattore (Fig:3.4), ciò crea due zone di circolazione del fluido, una sul fondo e una sul cielo del reattore. Ovviamente il tipo di flusso all'interno del reattore può essere modificato cambiando la geometria della girante. Infatti, se le palette della turbina sono inclinate verso l'alto questo produce un flusso assiale molto più intenso rispetto al caso precedente e questo può essere vantaggioso nella sospensione di solidi in soluzione.

Nonostante questo tipo di giranti sia impiegato per la miscelazione di liquidi a bassa viscosità, nella regione di transizione e in quella turbolenta, a volte vengono utilizzate con fluidi non Newtoniani o pseudoplastici. In questi casi, è possibile avere regioni ad alta

velocità di flusso vicino alla girante e zone relativamente stagnanti verso le pareti del reattore. Per ovviare al problema della formazione di caverne si possono utilizzare giranti con diametri maggiori oppure accoppiare più giranti sullo stesso albero. Si capisce quindi come il movimento del fluido all'interno di un reattore dipenda in modo critico dalla geometria del reattore stesso e dei frangi vortice e dalla reologia della miscela da trattare.

# Capitolo 4

## Miscelazione di sistemi gas-liquido

Vi sono molti esempi di operazioni industriali che prevedono il contatto tra gas e liquido, molte di esse prevedono l'assorbimento del gas nel liquido stesso a volte tramite una reazione chimica. Oltre all'assorbimento con reazione chimica, ricordiamo le operazioni di lavaggio, umidificazione e stripping. Ciascuna operazione unitaria richiede un'apparecchiatura disegnata ad hoc, ad esempio nelle operazioni di solfonazione la reazione è veloce ed il gas abbastanza solubile, quindi i trasferimenti di massa e di calore sono essenziali a fronte di tempi di contatto brevi. In molte reazioni di ossidazione o idrogenazione, i gas sono poco solubili ed i tempi di contatto sono giocoforza maggiori e molte volte è richiesto un riciclo del gas utilizzato per aumentare la resa per passaggio.

Si ha quindi che sistemi diversi, richiedano configurazioni e tipi di miscelazione particolari a seconda delle esigenze progettuali e produttive. La prima classificazione del problema del mixing tra gas e liquido viene fatta sulla viscosità del sistema, poiché questo parametro detta la meccanica di base del mixing e quindi la scelta della componentistica più adatta applicabile in pratica.

Per valori di viscosità bassi o per numeri di Reynolds  $> 10.000$ , il moto turbolento può essere utilizzato per ottenere buoni valori di miscelazione, alti valori di area interfacciale e elevati coefficienti di trasferimento di calore e di materia. Diverse apparecchiature sono quindi disponibili (Fig:4.1):

- Colonne a bolla: colonne in cui il gas viene disperso sul fondo

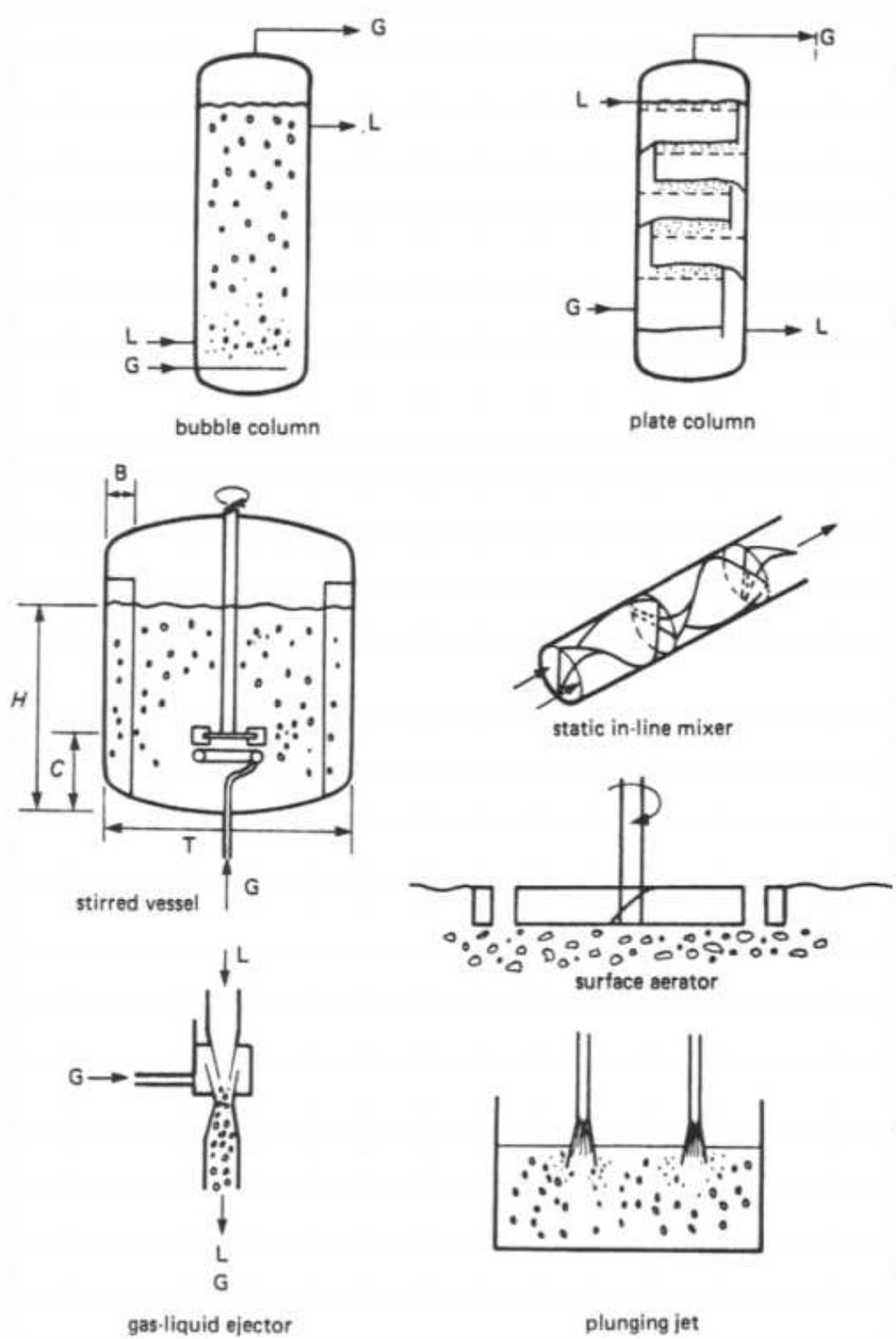
- Colonne a piatti: gas viene disperso su ciascun piatto della colonna
- Reattori agitati: in cui una girante ruota all'interno del reattore per aumentare i coefficienti di trasferimento di massa e di calore
- Mixer statici: la forza motrice del mixing deriva dal flusso del gas
- Jet mixer: il gas viene risucchiato all'interno da un flusso di liquido e viene ridisperso a causa di fenomeni di intensa turbolenza
- Plunging jet: in cui il gas viene intrappolato all'interno del liquido da un getto di liquido ad alta pressione
- Aeratori superficiali: agitatori posti sulla superficie del liquido in cui il gas viene intrappolato nello spazio di testa del liquido

La scelta di un particolare tipo di equipaggiamento strumentale dipende da molti fattori, quali le dimensioni dell'apparecchiatura ed i coefficienti di trasferimento di massa o calore richiesti.

I fattori più importanti da tenere in considerazione nella scelta delle apparecchiature per il mixing di miscele bifase gas-liquido sono:

- Le proprietà reologiche del fluido
- La presenza di particelle solide
- Identificare in quale fase vi sia la maggiore resistenza al trasferimento di massa
- Ottimizzazione del trasferimento di calore
- Il campo di moto desiderato per ciascuna fase (specialmente nei reattori)
- L'importanza della formazione di schiume

Nell'industria di processo, tranne casi particolari, si trattano fluidi Newtoniani e nonostante ciò le performance dei miscelatori, a volte non sono quelle ottimali a causa di fenomeni di superficie, poco studiati e conosciuti, che influenzano la coalescenza delle



**Figura 4.1:** Apparecchiature per il trattamento sistemi gas-liquido

bolle di gas. Questo problema viene generalmente superato tramite lo scale-up di processo a partire dal livello di laboratorio. In questo capitolo, si parlerà esclusivamente dei reattori meccanicamente agitati, in quando questo argomento è oggetto del lavoro di tesi qui proposto.

## 4.1 Tipi e configurazione di reattori a miscelazione turbolenta

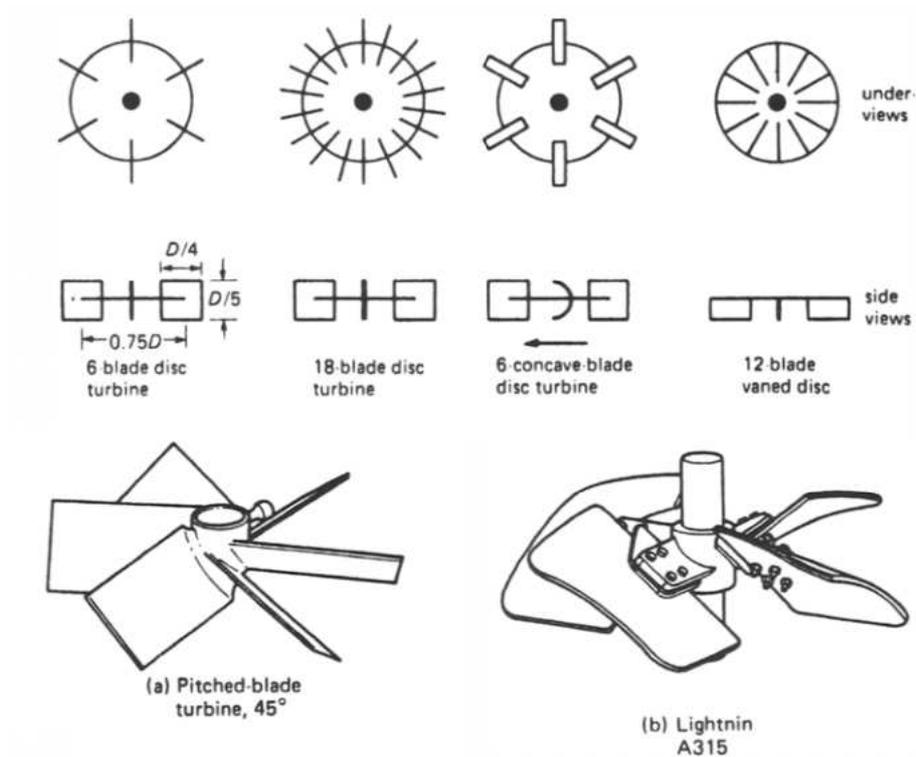
Il design del reattore agitato dotato di una turbina Rushton a 6 pale è ormai una configurazione tradizionale dettata da anni di esperienza. Nonostante ciò la ricerca effettuata in questi anni (Brujin *et al.*) mostra come altre turbine con 12 o 18 palette concave piuttosto che piatte, abbiano diversi vantaggi.

Molte tipologie di giranti sono disponibili oggi sul mercato in funzione delle singole esigenze; per esempio la girante vaned disc (Fig:4.2) viene utilizzata quando non è necessario il ricircolo del gas all'interno del reattore al di sopra della girante stessa. Le turbine pitch-blade come la Lightnin A315 sono caratterizzate da un basso consumo di potenza nella configurazione up-pumping.

Il ruolo quindi delle turbine e delle giranti in genere nella miscelazione dei sistemi bifasici è quello di:

- (a) Rompere il gas in piccole bollicine per aumentarne l'area superficiale
- (b) Disperdere il gas all'interno del reattore
- (c) Mantenere il gas all'interno del reattore (con ricircolo) per un tempo sufficiente
- (d) Mescolare il liquido all'interno del reattore
- (e) Garantire la formazione di vortici e turbolenze per rimescolare il liquido sulla superficie
- (f) Massimizzare i coefficienti di trasferimento di calore

(g) Mantenere eventuali particelle solide in sospensione



**Figura 4.2:** Diverse tipologie di giranti e turbine per il trattamento di sistemi gas-liquido

Alti valori di turbolenza sono richiesti per (a) e alti valori di flusso per (b, c, d, f, g); con l'utilizzo delle turbine la turbolenza si crea tramite i vortici che si vengono a formare dietro le palette, soprattutto se i bordi interni non sono ostruiti (Fig:4.2). Per fare in modo che il gas sia in grado di attraversare il reattore, lo si deve far entrare vicino e preferibilmente al di sotto della turbina stessa.

Infatti, una volta vicino ai vortici generati dalla girante, il gas viene ivi risucchiato all'interno dalla forza centripeta; per fare in modo che ciò avvenga, la potenza della girante deve essere maggiore di  $100 \text{ W/m}^3$ . La capacità di disperdere il gas all'interno del reattore viene incrementata utilizzando giranti o turbine dotate di palette concave (Fig:4.2), per la stabilità meccanica del sistema, il numero di palette deve essere pari e non minore a 6.

La natura dello sparger del gas è di seconda importanza se il reattore è stato disegnato in

modo da risucchiare il gas al suo interno e fare in modo che quest'ultimo venga disperso dalla girante; nel caso in cui siano necessari alti coefficienti di trasferimento di massa, si possono utilizzare sparger ad anello, con diametro pari a  $3D/4$  del reattore. Tutto ciò ha però un effetto di marginale miglioramento rispetto ad un tubo posto centralmente al di sotto della girante.

Gli sparger inoltre, dovrebbero essere sempre posti ad una distanza minore di  $D/2$  rispetto alla linea della girante.

La configurazione suggerita per i reattori agitati per le miscele gas-liquido è quella con il reattore a struttura cilindrica, equipaggiato con i frangi vortice con una larghezza pari a  $T/10$ . Nella pratica industriale si utilizzano 4 frangi vortice per reattori di diametro inferiore ai 3 m e 4 o 6 frangi vortice nei reattori più grandi. Il numero di frangi vortice dovrebbe essere mantenuto tale nonostante la presenza nel reattore di serpentine di raffreddamento ed altri ostacoli. L'altezza del sistema di dispersione del gas dovrebbe essere pari a  $T$ ,  $2T$  o  $3T$ . Se  $H = T$  è sufficiente la presenza di una sola girante, mentre se  $H = 2T$  o maggiore, è necessaria la presenza di giranti addizionali installate a distanza  $T$  l'una dall'altra.

Il range di applicazione di questo tipo di reattori è definito dai seguenti parametri:

- Viscosità del liquido fino a 0.2 Pa s ( $Re > 10^4$ )
- Velocità superficiale del gas di circa  $0.2 \text{ m s}^{-1}$  come valore minimo
- Potenza del motore da 1 a  $7 \text{ kW/m}^3$  ( a volte fino a  $20 \text{ kW/m}^3$  nei reattori più piccoli)
- Volume fino a  $400 \text{ m}^3$
- Concentrazione delle particelle solide sino al 30% in peso.

Queste tipiche condizioni operative dovrebbero produrre valori di area superficiale compresi tra i 100 ed i  $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$  e frazioni dell'hold-up del gas di circa 0.4.

## 4.2 Potenza richiesta

La conoscenza della potenza  $P_g$  assorbita dalla girante per la dispersione del gas nel liquido è richiesta per la determinazione dei coefficienti di massa, i valori di hold-up del gas e di area interfacciale. Dall'equazione 3.2 si ricava la potenza per il solo liquido:

$$P = P_0 \rho N^3 D^5 \quad (4.1)$$

in cui il valore di  $P_0$  si trova facilmente in letteratura (Tab:4.1).

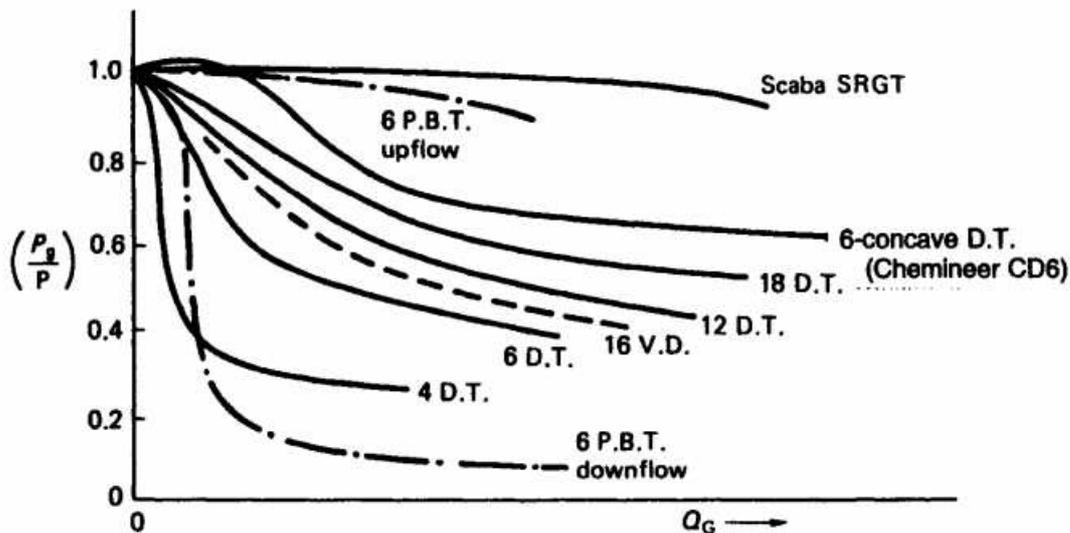
Geometria	$P_0$
turbina a 4 pale	4.0
turbina a 6 pale	5.5
turbina a 12 pale	8.7
turbina a 18 pale	9.5
vaned disc a 16 pale ( $W/D = 0.1$ )	4.0

**Tabella 4.1:** Valori di  $P_0$  per diverse giranti

I valori riportati in tabella sono riferiti a fluidi Newtoniani e per valori di  $Re > 10^4$  senza fenomeni di aerazione superficiale. Ovviamente questi valori sono riferiti alla potenza richiesta all'albero motore e non tengono conto degli attriti o delle resistenze elettriche.

Il gas disperso all'interno del reattore fornisce a sua volta un po' di potenza al sistema, ma suo valore è assolutamente trascurabile rispetto a quello meccanico dovuto alla girante. In ogni caso, si deve considerare l'input combinato dei due valori, includendo il valore di dissipazione di energia per volume. Quando il gas viene disperso dall'agitatore ad una data velocità di rotazione  $N$ , la potenza richiesta diminuisce (Fig:4.3) a causa della formazione di cavità dietro le palette delle giranti (Fig:4.4).

L'effetto della posizione dello sparger del gas viene illustrato nella figura 4.5. Molti lavori riferiscono di importanti fluttuazioni nei valori di potenza richiesti causati dal tipo di regime instaurato dal gas all'interno del reattore (Fig:4.6). Questa tendenza non è facilmente prevedibile nonostante molti lavori abbiano cercato di correlare  $P_g$  alle variabili

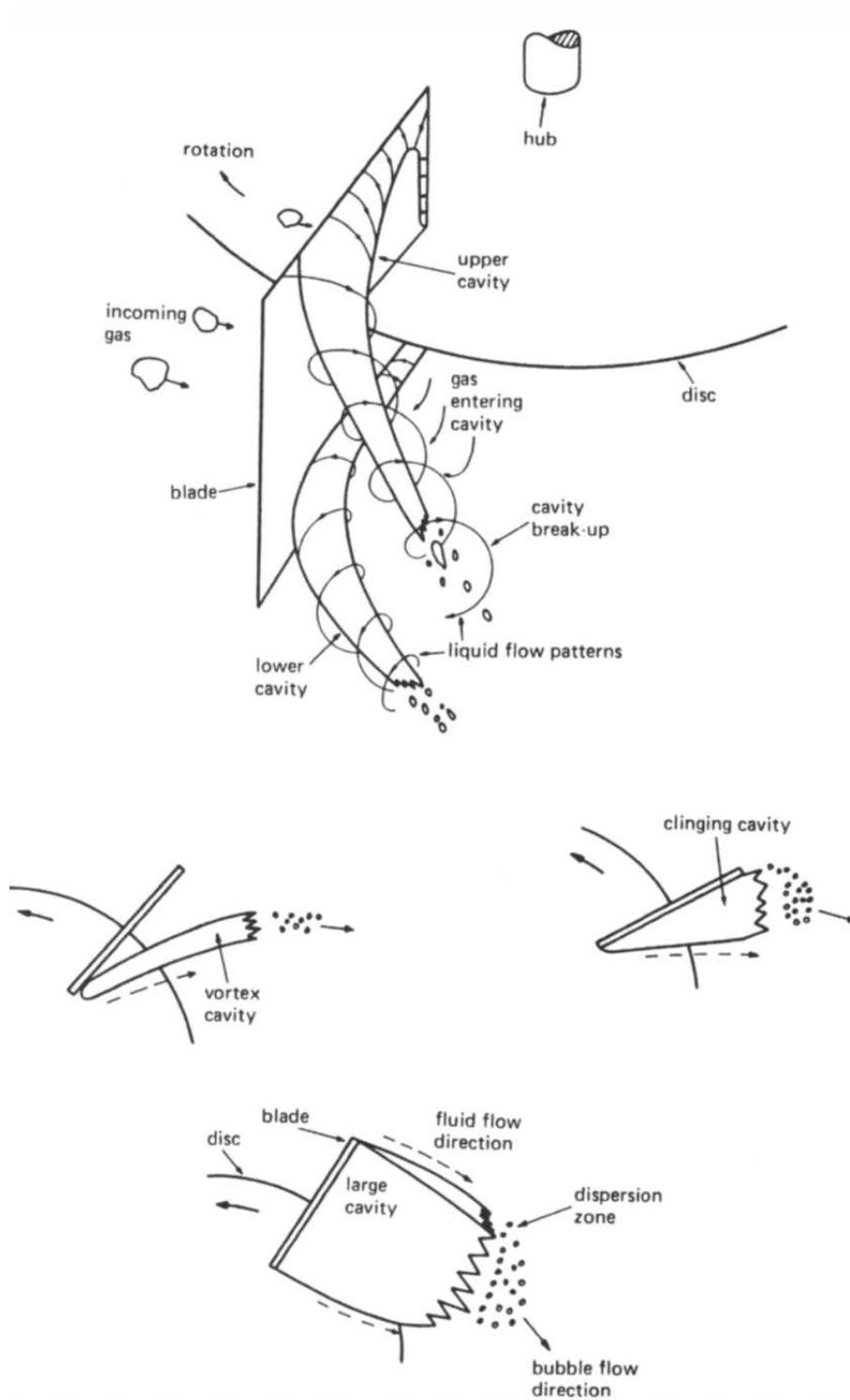


**Figura 4.3:** Curve di potenza per diversi agitatori (D.T. = disc turbine; V.D = vaned disc; P.B.T = pitch blade turbine. Tutte le curve sono riferite ad una data velocità  $N$  e allo stesso diametro  $D$  della girante

operative dei sistemi considerati. Questi tentativi fatti di relazioni empiriche (Calderbank, Michel e Miller *et al.*), metodi grafici (Nagata), non tengono conto della meccanica dei fluidi nella regione prossima alla girante. Queste ricerche sono state effettuate principalmente su reattori in piccola scala utilizzando acqua come fluido di processo. Tutti i risultati ottenuti sono quindi difficilmente applicabili in sistemi più grandi e dalle caratteristiche reologiche molto più complesse.

Un approccio più utile alla comprensione di questi sistemi consiste nel separare i fattori che contribuiscono al valore di  $P_g$  richiesto dal sistema. La chiave di volta di questo tipo di approccio sta nella capacità di capire e predire la formazione delle cavità che si formano a causa della forza centrifuga nei vortici che si creano dietro le palette della girante (Fig:4.4 e Fig:4.7).

Il gas risucchiato in queste cavità consiste principalmente nel gas fresco appena alimentato al reattore e dal gas che ricircola all'interno e che viene nuovamente risucchiato dalla girante. Poiché questo tipo di ricircolo del gas dipende dalle dimensioni delle bolle all'interno del reattore e quindi dalle proprietà di coalescenza e dispersione, non è facile prevedere questo fenomeno con un alto grado di precisione da una correlazione generale.



**Figura 4.4:** Formazione di cavità dietro le palette di turbine a disco

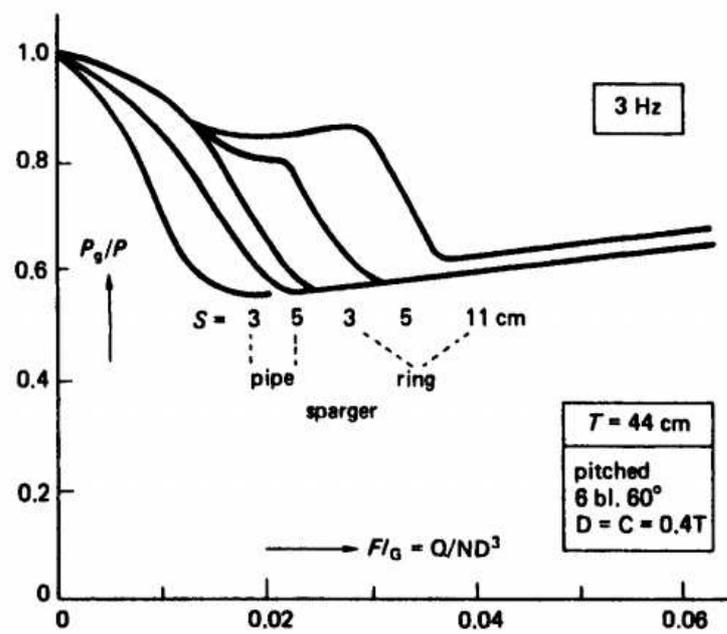


Figura 4.5: Effetto della posizione dello sparger per PBT down-pumping

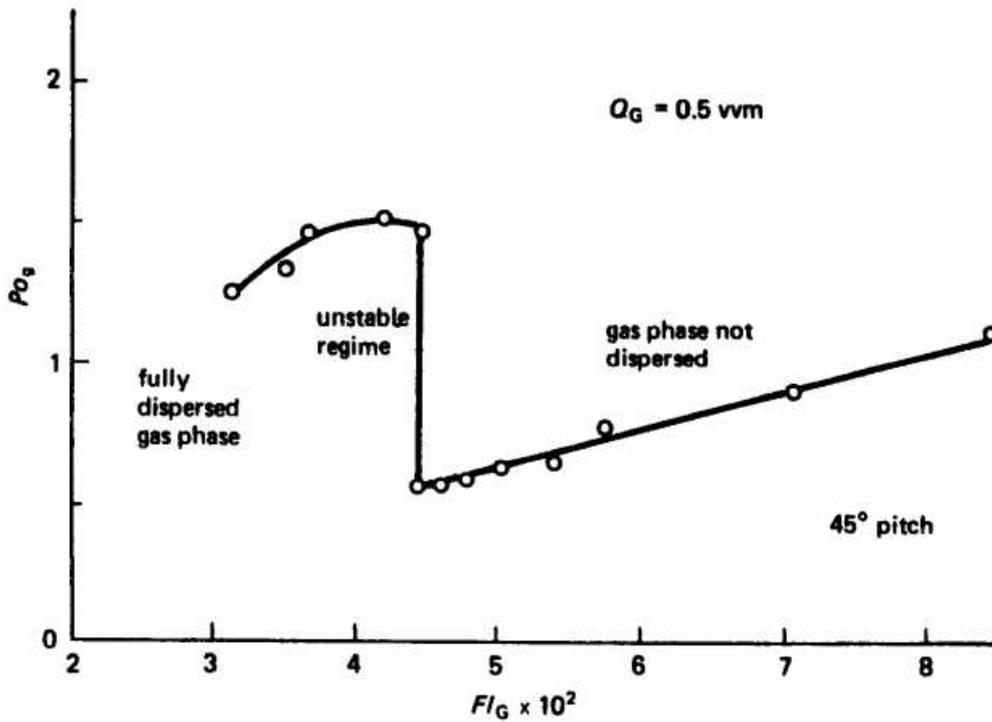
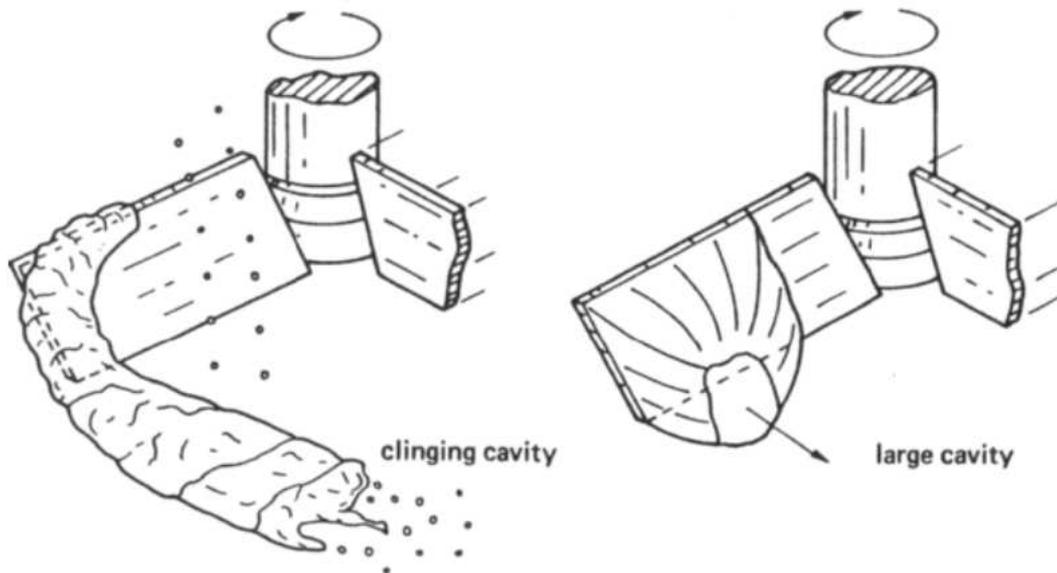


Figura 4.6: Instabilità e dispersione del gas per PBT down-pumping



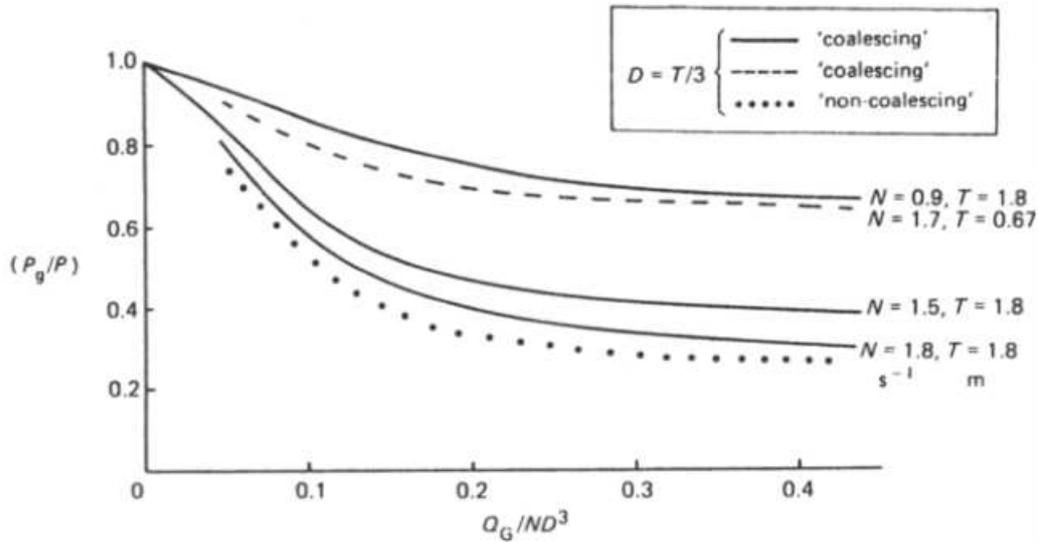
**Figura 4.7:** Formazione di cavità dietro le palette delle PBT

Fino ad ora sono state identificate 3 tipologie di cavità diverse tra loro per le turbine Rusthon e sono riportate in figura 4.4. Le cavità più grandi sono la causa principale della diminuzione del valore di  $P_g$  aumentando  $Q_G$ .

Tuttavia, è l'ammontare totale del gas che entra nelle cavità a determinarne le dimensioni e quindi  $P_g$ . Il numero di flusso del gas in uscita dallo sparger è  $Fl = Q_G/ND^3$  e non considera alcun termine di ricircolo del gas all'interno del reattore stesso.

Si ha quindi che  $Q_G/ND^3$ , in generale, non può correlare tutti i dati in funzione di  $N$  e  $D$  date le dimensioni dei reattori (Fig:4.8).

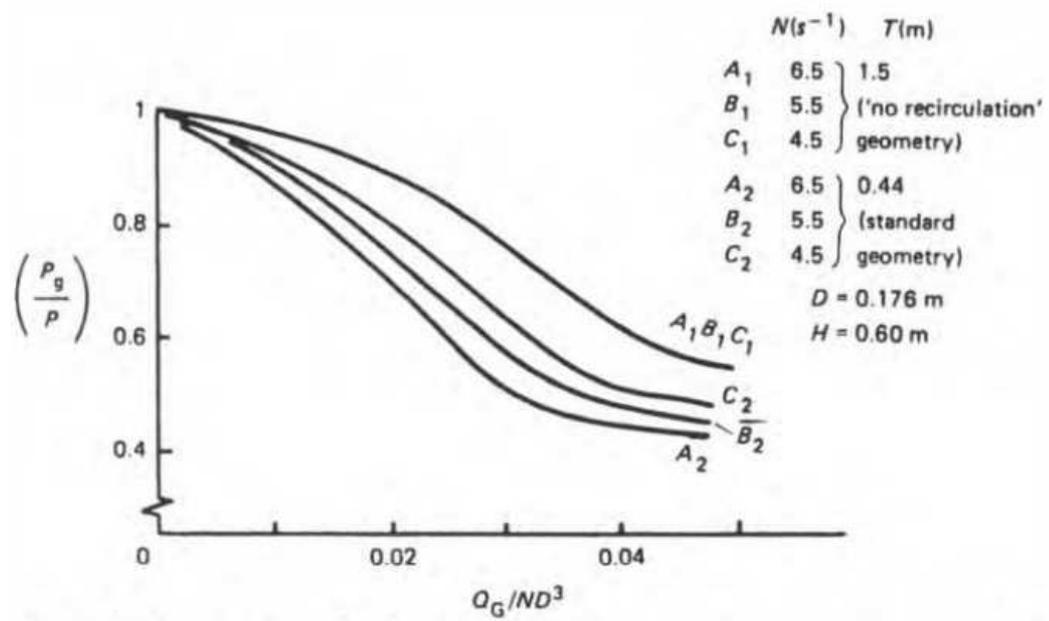
La quantità totale di gas che entra nella regione della girante è data da  $(Q_G + Q_R)$  in cui  $Q_R$  è il flusso volumetrico del gas che ricircola all'interno del reattore. Brujin *et al.* hanno dimostrato che se si elimina il ricircolo e l'intrappolamento superficiale del gas utilizzando reattori grandi e giranti molto piccole,  $Q_G/ND^3$  si correla a  $P_g$  per un agitatore specifico a velocità differenti, in quanto si suppone che  $Q_R$  sia principalmente costituito dal gas che ricircola ad alta velocità dallo sparger. Questa correlazione viene dimostrata nella figura 4.9, in cui si nota come le curve  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $C_1$  sono riferite al caso privo di ricircolo del gas e, infatti, i valori coincidono tra loro, trend in netto contrasto



**Figura 4.8:** Curve di potenza per giranti a 6 palette a diverse velocità di rotazione e diametri

rispetto alla seconda serie di curve  $A_2, B_2, C_2$ , le quali considerano il ricircolo e sono riferite a diverse velocità di rotazione.

$P/P_G$  è stato correlato ai diversi campi di moto all'interno del reattore da Nienow *et al.* (1997)(Fig:4.8). Se si grafica il rapporto  $P/P_G$  in funzione di  $Q_G/ND^3$  si ottiene la figura 4.9 in cui  $N$  e  $Q_G$  sono mantenuti costanti.



**Figura 4.9:** Correlazione tra numero di flusso e potenza



## Capitolo 5

# Tomografia di Processo

La tomografia di processo si basa sull'acquisizione di segnali tramite dei sensori posti lungo un piano che taglia orizzontalmente o verticalmente un oggetto, sia esso un reattore oppure una conduttura (Williams and Beck, 1995). Questo consente di conoscere la distribuzione delle fasi all'interno della zona monitorata. L'aspetto base di questa tecnica risiede nell'installazione di un numero di sensori in modo non intrusivo attorno al reattore o alla conduttura per investigare ciò che avviene al loro interno. L'output fornito dai sensori dipende dalla posizione dei sensori in base alle condizioni al contorno degli stessi (Huang *et al*, 1992). Infatti particolari precauzioni sono da applicare nel caso in cui le pareti dell'apparecchiatura da analizzare possano influire negativamente sulla qualità del dato. Esistono diversi metodi di misura per la tomografia di processo e questi si basano su diversi principi fisici, come la trasmissione, la diffrazione e le misure elettriche con caratteristiche specifiche in funzione delle loro applicazioni. Esistono quindi diversi tipi la tomografia acustica (Norton e Linzer, 1979), elettrica ed elettromagnetica (Yu *et al*, 1993)

La tomografia che sfrutta l'emissione di radiazione come i raggi X trova un facile impiego nell'industria nucleare e a livello di laboratorio nello scale up di processo (Lahay e Ohkawa, 1989). Al tempo stesso questo tipo di tecnica non può essere applicata nell'industria chimica e nella filiera alimentare, a causa di problemi di sensibilità e di

sicurezza per gli operatori (Mann *et al.*, 1997). Le tecniche applicate nel controllo di processo e controllo qualità nelle operazioni di routine sono basate sulla conducibilità elettrica, diffrazione alla luce e stimolo ad ultrasuoni (Dyakowski, 1996). La tomografia elettrica basata sulla misura delle diverse proprietà elettriche come la resistenza, capacità, permeabilità (William e Beck, 1995) è la scelta migliore per il monitoraggio in real-time di processi industriale, grazie alla versatilità, alla semplicità strumentale e soprattutto alla velocità di acquisizione dei dati (Mann *et al.*, 1997). Le tecniche più comuni sono la Tomografia ad Impedenza Elettrica (EIT) e la Tomografia Capacitiva Elettrica (ECT). La Tomografia a Resistenza Elettrica (ERT) è di fatto, un caso particolare della tomografia ad impedenza elettrica.

## 5.1 Struttura del sistema ERT

Nel caso della tomografia a resistenza elettrica (ERT), un numero variabile di elettrodi, scelto in base alle singole esigenze sperimentali, viene installato lungo la periferia della strumentazione dal monitorare in modo che gli elettrodi stessi siano a diretto contatto con il fluido di processo e non vadano ad influenzare il flusso o il campo di moto (Bolton e Primrose, 2005). La figura (5.1) mostra la configurazione tipica di un sistema ERT; quest'ultimo è costituito da 3 unità fondamentali ossia l'array di sensori installati sull'apparecchiatura, il sistema di acquisizione dati (DAS) e il computer per l'elaborazione del segnale e la ricostruzione dei tomogrammi.

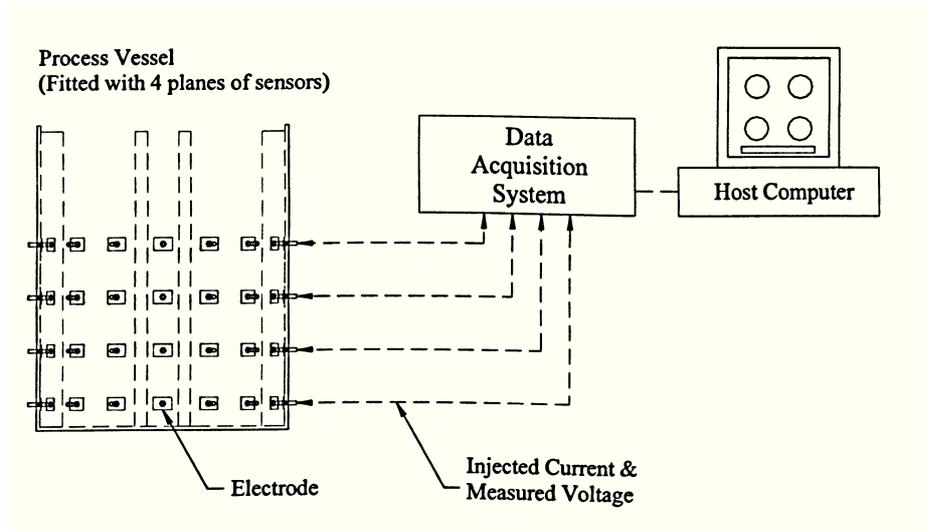


Figura 5.1: Configurazione strumentazione ERT

## 5.2 Sensori

L'obiettivo principe della tecnica ERT è quello di ottenere una distribuzione di valori di resistenza all'interno del dominio di interesse. La distribuzione di resistenza nella cross-section si ottiene iniettando una corrente, o applicando dei voltaggi nel dominio di interesse tramite dei sensori installati in modo non invasivo sulle pareti dell'apparecchiatura. I sensori sono quindi il cuore del sistema ERT ed il design degli elettrodi è fondamentale; lo studio della forma e delle dimensioni degli elettrodi stessi, consente di massimizzare la loro abilità nel rilevare i cambiamenti nel dominio di interesse, come ad esempio nei serbatoi di miscelazione (Seagar *et al*, 1987).

La scelta del materiale con il quale costruire gli elettrodi è fondamentale, infatti la stabilità degli elettrodi e la loro sensibilità sono direttamente influenzate sia dalle caratteristiche del fluido con il quale sono a diretto contatto sia con il materiale con il quale sono costruiti. Buona conduttività elettrica (maggiore del fluido di processo), resistenza all'abrasione e corrosione, ampi intervalli operativi di pressione e temperatura sono requisiti fondamentali nella scelta del materiale costruttivo, il quale deve essere inoltre disponibile a basso costo (William e Beck, 1995). I materiali costruttivi più comuni a seconda delle applicazioni specifiche, sono l'acciaio, il platino, l'argento, l'ottone e materiali placcati oro (Tapp e Williams, 2000), oppure leghe di argento-palladio che sono

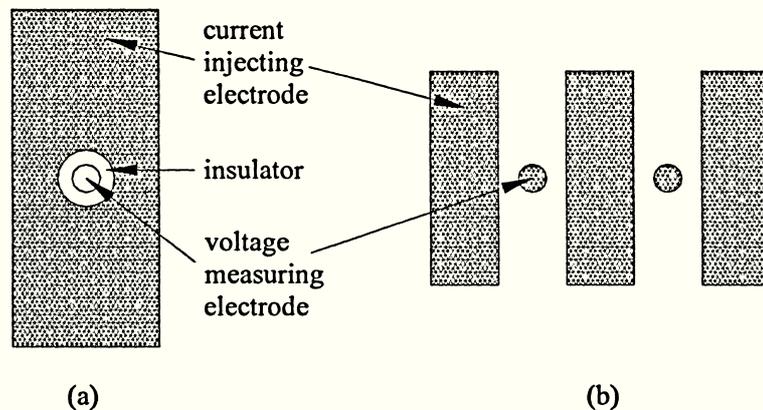
commercialmente disponibili e facilmente installabili come viti o altra componentistica sulla strumentazione.

Un altro criterio fondamentale per il corretto monitoraggio delle apparecchiature è il posizionamento degli elettrodi in quanto gli algoritmi di image-reconstruction prevedono che gli elettrodi siano posti ad intervalli precisi in modo da ricavare il massimo numero di informazioni possibile dall'interno dell'unità di processo monitorata (Dick e Wang, 1996).

Tuttavia, la posizione degli elettrodi diventa un fattore meno critico se l'algoritmo utilizzato per l'image reconstruction è di tipo qualitativo poiché questo tipo di tecniche prevede che le variazioni misurate durante l'analisi siano comparate con un set di dati di riferimento (Mann *et al.*, 1997). Le dimensioni degli elettrodi sono altrettanto importanti nella misura della distribuzione dei campi elettrici (Mann *et al.*, 1996). Gli elettrodi che misurano dei voltaggi devono essere di dimensioni molto contenute (Paulson *et al.*, 1992) mentre quelli che iniettano corrente all'interno delle apparecchiature devono avere elevata area superficiale in modo da garantire una perturbazione elettrica sufficiente del sistema analizzato (Dicking e Wang, 1996).

Utilizzando il metodo di analisi ad elementi finiti (FEM), Wang *et al.* (1995) hanno trovato che le dimensioni dei sensori sono inversamente proporzionali alla sensibilità nei confronti del voltaggio misurato agli elettrodi. Quindi quando la misura del voltaggio e l'iniezione di corrente vengono fatte attraverso il medesimo sistema di elettrodi, questo massimizza la quantità di corrente iniettata ed il voltaggio agli elettrodi stessi. E' chiaro come alti valori di voltaggio producano bassi rapporti di segnale-rumore (SNR) a causa delle restrizioni dovute al circuito utilizzato nel DAS (Mann *et al.*, 1997). Pinhero *et al.* (1998) hanno eseguito delle analisi teoriche per stabilire quale sia il valore di area superficiale che gli elettrodi devono coprire per garantire degli alti valori di SNR, stabilendo che gli elettrodi debbano coprire tra il 60 e l'80% della superficie nella zona d'interesse a seconda dei diversi protocolli di misura.

La figura 5.2 mostra due diversi approcci della tecnica ERT per l'iniezione di corrente nel reattore e la misura del voltaggio. La struttura più complessa prevede l'impiego di



**Figura 5.2:** Configurazione elettrodi, Hua (1993) e Paulson (1992)

due tipi di sensori per ciascuna operazione (Hua *et al.* 1993, Paulson *et al.* 1992). Nelle strutture proposte da Hua si utilizza un elettrodo composto in cui la corrente viene iniettata all'interno del reattore tramite la superficie esterna dell'elettrodo mentre il voltaggio viene misurato tramite un piccolo elettrodo posto al centro del precedente e isolato da quest'ultimo. La figura 5.2 b mostra come sia possibile utilizzare elettrodi di dimensioni diverse per iniettare la corrente e misurare il voltaggio. Si nota inoltre come gli elettrodi più piccoli siano centrati rispetto a quelli più grandi e siano intervallati agli elettrodi che iniettano la corrente all'interno del reattore.

Entrambi questi approcci richiedono un numero doppio di connessioni al DAS, di cablaggio e di circuiteria associata. Inoltre, la fabbricazione di questi elettrodi è complicata e la loro installazione è difficoltosa; per questi motivi si utilizzano elettrodi delle stesse dimensioni sia per l'iniezione di corrente che per la misura del voltaggio vista la loro semplicità di installazione (Vlaev e Bennington, 2004 e Frausole *et al.*, 2005).

Sotto quest'ottica, le dimensioni degli elettrodi vengono scelte in modo da ottimizzare entrambi gli step, sia quello di iniezione della corrente che di misurazione del voltaggio risultante. Dopo aver parlato delle specifiche tecniche degli elettrodi, è necessario capire quale sia il numero ottimale di elettrodi da installare su di un'apparecchiatura per ottenere il massimo numero di informazioni e dati possibile. Il numero degli elettrodi utilizzati per la misurazione è tanto importante quanto il tempo impiegato per raccogliere tutte le informazioni necessarie, infatti la ricostruzione del tomogramma è funzione del numero

di elettrodi (N) a cui è direttamente collegato il numero di misure indipendenti (M); inoltre la risoluzione spaziale del tomogramma ottenuto è proporzionale a  $M^{1/2}$  (Williams e Beck, 1995).

L'installazione degli elettrodi viene effettuata perforando le pareti dell'apparecchiatura nei casi in cui sia possibile, altrimenti gli elettrodi possono essere installati all'interno di probes specifici ed installati successivamente. Il processo di retrofitting degli elettrodi non ha un impatto diretto sul reattore, inoltre si possono utilizzare probes di plastica per contenere gli elettrodi in modo da poterli trasferire su altre apparecchiature laddove sia necessario.

Solitamente gli elettrodi sono posizionati lungo le pareti del reattore secondo delle distanze prefissate e sono posti a diretto contatto con il fluido di processo e sono cablati al DAS tramite dei cavi coassiali i quali hanno lo scopo di ridurre il rumore elettromagnetico comune negli ambienti di lavoro visto l'elevato numero di strumenti elettronici impiegato per il controllo di processo (Dicking and Wang, 1996).

### 5.3 Il Data Acquisition System (DAS)

IL DAS è responsabile della gestione dei programmi di monitoraggio e dell'acquisizione dei dati raccolti dai sensori all'interno delle tubazioni o dei reattori. L'unità esegue quindi una serie di operazioni quali: misura dei segnali, demodulazione del segnale acquisito, filtraggio dei segnali, sincronizzazione dei segnali stessi e la funzione di multiplexer la quale permette di condividere la sorgente della corrente e la misurazione dei voltaggi per un numero di elettrodi predefinito (Mann *et al.*, 1997). La figura (5.3) mostra schematicamente un diagramma del sistema di acquisizione dati (DAS) per la tecnica ERT.

Il generatore del voltaggio da applicare agli elettrodi è una parte fondamentale del DAS. Il voltaggio generato viene filtrato e convertito in analogico da un convertitore ad alta velocità (DAC) e successivamente filtrato per rimuovere eventuali disturbi elettrici. L'output viene inviato ad un VCCS ossia ad un voltage controlled current source il quale in pratica converte il voltaggio nella corrente da inviare agli elettrodi. Generalmente la

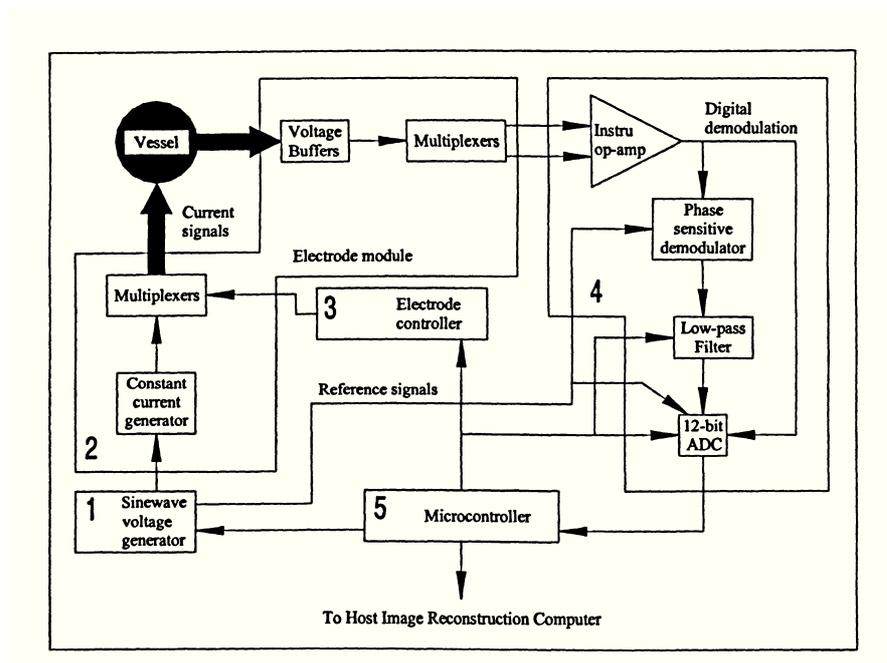


Figura 5.3: Componenti tipici per il DAS

corrente viene utilizzata per investigare il fluido di processo, in quanto una buona sorgente di corrente possiede un'alta impedenza in uscita mentre una differenza di potenziale possiede bassa impedenza (Dicking e Wang, 1996). L'impedenza generata dal contatto elettrodi/elettrolita ha degli effetti importanti per le sorgenti che generano differenze di potenziale mentre gli effetti sono trascurabili per iniezioni di corrente. Un altro componente fondamentale dell'unità di acquisizione è il multiplexer (MUX) il quale permette la condivisione di un'unica sorgente di corrente con tutti gli elettrodi e la misurazione dei voltaggi raccolti.

Il voltaggio in output dovuto alla corrente iniettata, deve essere misurato con estrema precisione per poi essere utilizzato negli algoritmi di image processing. In generale il DAS possiede un elettrodo di terra da collegare al reattore e da utilizzare come riferimento per filtrare le misurazioni in ingresso e registrare i valori che non sono dovuti al rumore elettrico (Beck *et al.*, 1993). All'altra estremità di questo elettrodo di terra è collegato al generatore comune del voltaggio. L'effetto di questa semplice configurazione è quello di produrre una differenza di potenziale pari a 0 nella zona di conduzione del reattore e di conseguenza gli alti valori di voltaggio generati sono eliminati dagli elettrodi che

iniettano la corrente. Il segnale acquisito passa attraverso un amplificatore operazionale il quale rimuove tutte le componenti indesiderate del segnale in ingresso, il segnale in uscita viene quindi convertito in digitale e demodulato per ottenere dei buoni valori del rapporto segnale-rumore.

## 5.4 Strategie di campionamento

Una buona strategia di campionamento è fondamentale, immagini fuorvianti possono essere ricostruite se i dati raccolti non sono dovuti a misurazioni indipendenti tra loro (Dicking e Wang, 1996). E' necessario stabilire un criterio ed uno schema che siano caratterizzati da un'alta sensibilità nei confronti delle variazioni di conduttività e che abbia una buona risoluzione.

### Risoluzione o distinguishability

La distinguishability ( $\delta$ ) è un parametro per stabilire la risoluzione della strategia utilizzata e consiste nella capacità dello strumento di identificare due valori di conducibilità vicini tra loro. (Gisser *et al.*, 1987)

$$\delta = \delta(i) = \frac{\|R(\sigma_1) - R(\sigma_2)\|}{\|i\|} \geq \epsilon \quad (5.1)$$

I parametri di questa relazione sono:  $i, \epsilon, \sigma_1, \sigma_2$  i quali sono rispettivamente la corrente, la precisione della misura ed i due valori di conduttività mentre  $R$  è una funzione associata al voltaggio applicato al contorno. Le strategie che sfruttano questa relazione sono 4:

- **Adjacent Strategy**

La corrente viene applicata tramite due elettrodi vicini tra loro ed il voltaggio risultante viene rilevato dagli altri elettrodi presenti; la procedura viene ripetuta fino a quando tutti gli elettrodi installati non sono stati utilizzati. Il numero di

misure indipendenti  $M$  è dato da:

$$M = \frac{N(N-3)}{2} \quad (5.2)$$

dove  $N$  è il numero di elettrodi utilizzato. Questa strategia è quella che richiede il minimo costo computazionale e la ricostruzione delle immagini richiede risorse hardware minime (Dicking e Wang, 1996).

Lo svantaggio principale di questa tecnica risiede nel fatto che la distribuzione di corrente non è uniforme all'interno del reattore in quanto la maggior parte della corrente viaggia lungo le pareti del reattore e quindi la sua densità al centro è bassa (Hua *et al.*, 1993) e quindi maggiormente affetta da errore.

- **Opposite Strategy**

La corrente viene applicata tramite due elettrodi diametralmente opposti ed il voltaggio di riferimento è dato dall'elettrodo adiacente a quello attraverso il quale viene iniettata la corrente. La procedura viene ripetuta in senso orario. In questo caso il numero di misure indipendenti  $M$  è dato dalla seguente equazione (Viergever e Todd-Pokropek, 1988):

$$M = \frac{N}{4} \left( \frac{3N}{2} - 1 \right) \quad (5.3)$$

In questo schema, la maggior parte della corrente attraversa il reattore e risulta quindi essere meno sensibile agli eventuali cambiamenti che possono avvenire in prossimità delle pareti. Il maggiore svantaggio di questa tecnica è dovuto al numero di misure che è possibile effettuare in un singolo ciclo; questo valore è infatti molto minore rispetto a quello ottenibile nel caso precedente per lo stesso numero di elettrodi impiegato. Tutto questo ha una diretta ripercussione sulla qualità del tomogramma che è possibile ricostruire, il quale presenta una risoluzione di circa il 23% in meno rispetto alla adjacent strategy (Abdullah, 1993).

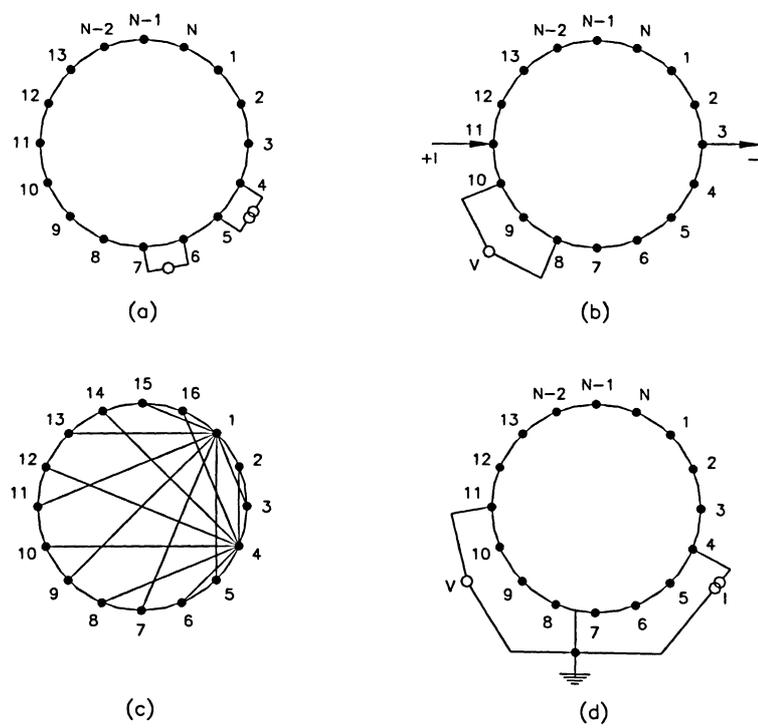
- **Diagonal strategy o Cross Method**

La corrente viene applicata tramite elettrodi distanti tra loro. Per una configurazione a 16 elettrodi, il numero 1 viene utilizzato come riferimento, il numero 2 come riferimento per il voltaggio e la corrente viene applicata agli elettrodi 3, 5 e così via. Il voltaggio viene poi misurato e comparato a quello misurato all'elettrodo numero 2. Con 16 elettrodi si ottengono 104 misure indipendenti il che rende questa strategia abbastanza sensibile su tutto il reattore e produce tomogrammi di buona qualità (Hua *et al.*, 1993).

- **Conducting Boundary Strategy**

Sia la corrente che il voltaggio vengono applicati tra due elettrodi e gli effetti dell'interferenza elettromagnetica sono ridotti da una terra posta sulle pareti conduttrici.

Il vantaggio principale di questa tecnica è dato dal basso valore del voltaggio comune. Dicking and Wang (1996) hanno riportato che il valore del voltaggio comune è circa 800 volte più piccolo rispetto a quello ottenuto con la adjacent strategy, ma al tempo stesso, anche la misurazione dei voltaggi è anch'essa minore. In ogni caso, la sensibilità di questa tecnica è simile a quella ottenibile con la adjacent strategy.



**Figura 5.4:** Diverse strategie di sampling: (a) Adjacent measurement strategy, (b) Opposite strategy, (c) Diagonal measurement strategy, (d) Conducting boundary strategy.

## 5.5 Image Processing

Dopo che i dati sono stati acquisiti tramite il DAS è necessario elaborarli utilizzando un algoritmo di ricostruzione di immagini adatto alle esigenze. L'immagine ricostruita può contenere informazioni sulla distribuzione di un parametro lungo il piano individuato dagli elettrodi e che taglia il reattore trasversalmente. Il parametro in questione dipende dal tipo di tecnica che si utilizza e dal principio fisico sulla quale quest'ultima si basa. L'algoritmo di ricostruzione delle immagini può essere utilizzato on-line oppure off-line in funzione del tempo richiesto per ricostruire un tomogramma. Generalmente esistono due classi di algoritmi, quello iterativi e quelli che non lo sono. La scelta ricade sulla prima o sulla seconda categoria a seconda dell'accuratezza desiderata e del tempo ritenuto accettabile per la ricostruzione dell'immagine.

## 5.6 Metodi non iterativi di Image Reconstruction

Il processo di image reconstruction prevede di determinare la conduttività di ogni singolo pixel a partire da un set di misure elettriche. Questo è noto con il nome di problema inverso. In ogni caso, le misure elettriche raccolte in prossimità delle pareti del reattore non sono in numero sufficiente per risolvere il problema direttamente. Inizialmente si dovrebbe risolvere il forward problem (ITS, 2006), si dovrebbe trovare inizialmente la variazione della misura elettrica quando la conducibilità di un singolo pixel viene fatta variare di una quantità nota.

### 5.6.1 Forward Problem

Il metodo che descrive un dominio conduttivo disomogeneo  $\Gamma$  con una distribuzione di conducibilità  $\sigma(x,y)$ , la corrente ad amperaggio costante iniettata nel reattore ed il voltaggio  $V(x,y)$  risultante, sono descritti dall'equazione di Poisson come segue (Williams and Beck, 1995):

$$\nabla\sigma(x,y)\nabla V(x,y) = 0 \text{ in } \Gamma \quad (5.4)$$

mentre per le equazioni al contorno:

$$V = 0 \quad \text{all'elettrodo di terra} \quad (5.5)$$

$$\int \sigma \left( \frac{\delta V}{\delta n} \right) = +I \quad \text{all'elettrodo sorgente (input)} \quad (5.6)$$

$$\int \sigma \left( \frac{\delta V}{\delta n} \right) = -I \quad \text{all'elettrodo di scarica (output)} \quad (5.7)$$

In cui  $I$  è la corrente applicata agli elettrodi,  $n$  è il vettore unitario normale all'elettrodo. L'analisi ad elementi finiti (FEM) viene utilizzata per risolvere l'equazione di Poisson per la tecnica ERT. Il modello FEM sviluppato di seguito è bidimensionale; è ovvio come questa assunzione non sia valida in quanto la corrente iniettata nel reattore scorre nell'intero reattore. Tuttavia, un protocollo di iniezione e misura della corrente in modo bidimensionale nella sezione orizzontale del reattore può supportare questa premessa (Dicking e Wang, 1996). In un primo momento un programma genera automaticamente un mesh circolare (ottenuto come combinazione di elementi triangolari e quadrilateri) che copre la superficie del reattore. In seguito, la FEM converte l'equazione di Poisson in una serie di equazione che descrivono simultaneamente il comportamento di ogni singolo elemento. Ad esempio, per 16 elettrodi, vi sono 14 coppie le quali vengono utilizzate per l'iniezione di corrente con il protocollo adjacent strategy. Si ha quindi

$$AV_i = b_i \quad (i = 1, \dots, 14) \quad (5.8)$$

dove  $A$  è la matrice di rigidità del sistema ed è costituita da  $N \times N$  valori in cui  $N$  rappresenta il numero di nodi degli elementi finiti costituenti il mesh generato.  $V_i$  è un vettore che rappresenta l' $N$ -esimo nodo di potenziale e  $b_i$  è il vettore  $N \times 1$  che rappresenta le condizioni al contorno descritte in precedenza.

### 5.6.2 Inverse Problem

L'inverse problem consiste nel determinare la distribuzione di conducibilità  $\sigma(x,y)$  da una serie di misure di voltaggio ottenute al contorno. Esistono per questo scopo, 3 importanti metodi di ricostruzione delle immagini (Tapp e Williams, 2000): il Linear Back Projection (LBP), il Newton-Raphson Method modificato (MNR) ed un modello parametrico (PM). Il sistema P2000 in nostro possesso (Industrial Tomography Systems-ITS, Manchester, UK) viene fornito con il software di gestione p2+ V7.0 in cui è implementato un metodo qualitativo non iterativo basato sul linear back projection method.

## 5.7 L'algorithmo Linear Back Projection

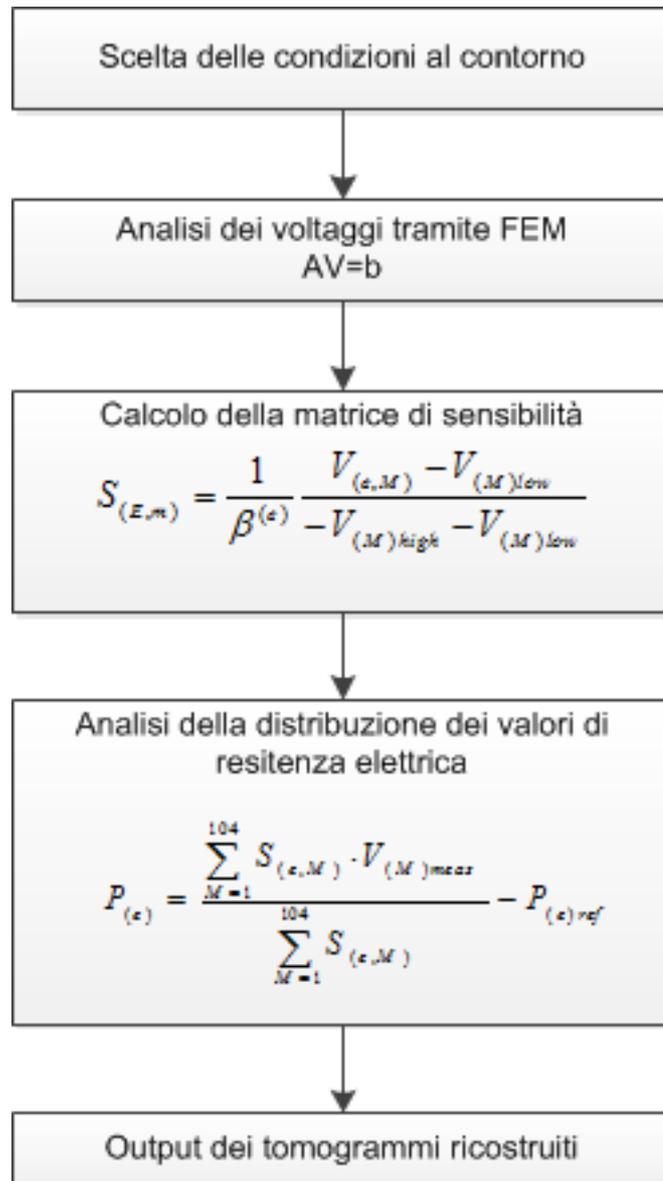
L'algorithmo LBP (Barber e Brown, 1994) è utilizzato per convertire le misure di voltaggio in valori di conduttività all'interno degli elementi finiti per tutte le possibili combinazioni di iniezione di corrente e di misura utilizzando la matrice di sensibilità (Dicking *et al.*, 1993):

$$S_{e,M} = \frac{1}{\beta^e} \frac{V_{(e,M)} - V_{(M)low}}{-V_{(M)high} - V_{(M)low}} \quad (5.9)$$

Le variabili  $e$  ed  $M$  sono rispettivamente il numero di elementi finiti nella sezione orizzontale ed il numero di misure. La matrice di sensibilità  $S_{(e,M)}$  è composta dai voltaggi  $V_{(e,M)}$  nel caso in cui tutti gli elementi fossero occupati dalla fase a bassa resistenza,  $V_{(M)high}$  come se tutti gli elementi fossero occupati dalla fase ad alta resistenza e  $V_{(M)low}$  caso in cui solamente l'elemento  $e$  sia occupato dalla fase a resistenza più alta. Tutti i voltaggi descritti sono ottenuti dall'equazione di Poisson (soluzione del forward problem). La distribuzione della resistenza elettrica viene costruita graficamente nella sezione  $P_{(e)}$  utilizzando la matrice  $S_{(e,M)}$  e le condizioni al contorno basate sui voltaggi misurati  $V_{(M)meas}$ . Si deve notare come  $P_{(e)}$  rappresenti la variazione del valore di resistività elettrica rispetto allo stato iniziale per ciascun elemento, quindi gli effetti della distribuzione iniziale dei valori di resistività dovuti alla girante, ai frangi vortice etc. indicati con  $P_{(e)ref}$ , devono essere eliminati.

$$P_{(e)} = \frac{\sum_{M=1}^{104} S_{(e,M)} V_{(M)meas}}{\sum_{M=1}^{104} S_{(e,M)}} - P_{(e)ref} \quad (5.10)$$

Nella figura (5.5) si riporta schematicamente il flowchart delle operazioni che da eseguire per ottenere i tomogrammi (Kaminoyama *et al.*, 2005).



**Figura 5.5:** Flowchart della ricostruzione dei tomogrammi

# Capitolo 6

## Materiale e Metodi

### 6.1 Reattore e giranti

Il reattore utilizzato in questo lavoro di tesi è un cilindro in plexiglas a fondo piatto del diametro di 0.232m (T) e alto 0.280m , dotato di 4 frangi vortice disposti in modo equidistante tra loro con angoli di 90°, le dimensioni dei frangi vortice sono di 0.0232 m (T/10). L'altezza del liquido all'interno del reattore H, pari a 0.28 m fornisce un volume di liquido pari a circa 0.05 m<sup>3</sup>. La scelta delle giranti da utilizzare in questo lavoro è ricaduta su 4 modelli diversi scelti in base al diverso comportamento fluidodinamico che queste presentano nella miscelazione di sistemi bifasici. Le giranti impiegate sono: Rushton a 6 pale con diametro D= 0.078m, Pitch Blade Turbine up-pumping D= 0.077m, Pitch Blade Turbine down-pumping D=0.078m ed una Lightning A310 con D= 0.097m. (Figura con giranti quotate) Tutte queste giranti sono state centrate ed installate sull'albero motore con una distanza dal fondo pari ad un terzo del diametro delle giranti stesse (D/3) come indicato da diversi lavori presenti in letteratura (Bates *et al.* (1963) e Nienow *et al.*,(1997)). Il motore utilizzato è (modello 20.n, IKA Labortechnik, DE) e consente di variare la velocità di rotazione in rpm nel range 50-500 giri al minuto. La verifica dell'accuratezza della selezione delle velocità di rotazione è stata ottenuta con l'impiego di un foto tachimetro (Extech Instruments) in grado di rilevare con precisione ( $\pm 0.1$  rpm nel range tra 5 e 999.9 rpm) le rotazioni per minuto, rendendo ripetibile ogni esperimento.



**Figura 6.1:** Fotografia del reattore utilizzato in questo lavoro di tesi.

to. ERT system La strumentazione per l'analisi tomografica del reattore è costituita da 3 componenti principali; i sensori, il sistema di acquisizione dati (DAS) e dal computer interfacciato al DAS che acquisisce ed elabora le immagini ottenute.

## 6.2 Elettrodi

Gli elettrodi utilizzati in questo lavoro sono in acciaio inossidabile e sono stati fabbricati seguendo le linee guida fornite da ITS, che per il sistema da noi utilizzato prevedono che le dimensioni degli elettrodi siano di 20x20 mm con uno spessore di 1mm. Il reattore

menzionato in precedenza è stato attrezzato con 4 piani ad intervalli di 50mm tra loro e con il piano inferiore posto a 40 mm dal fondo. Ogni piano è costituito da 16 elettrodi disposti lungo la circonferenza del reattore in modo equidistante; è stata prestata particolare attenzione ad installare gli elettrodi in modo che i frangi vortice si trovassero esattamente a metà tra un elettrodo e l'altro, in modo da ottenere una griglia simmetrica rispetto al centro del reattore. I frangi vortice in plexiglas infatti non conducono l'elettricità e quindi il voltaggio applicato tra le coppie di elettrodi separate dai frangi vortice risulta essere molto più basso rispetto alle coppie adiacenti.

La diminuzione di sensibilità dovuta all'effetto isolante dei frangi vortice è mitigata da due fattori principali quali la simmetria della disposizione degli elettrodi sul reattore e la calibrazione strumentale che consente di minimizzarne gli effetti tramite l'utilizzo di prove in bianco. Dei 4 piani di elettrodi a disposizione, solamente due sono stati utilizzati nell'analisi tomografica, in quanto il sistema di acquisizione dati a nostra disposizione (ITS p2+, Industrial Tomography System, Manchester, UK), è equipaggiato con due porte di acquisizione dati, ossia una per ciascun piano. Gli elettrodi, infatti, sono collegati al DAS tramite un connettore a 36 pin dal quale partono 16 cavi coassiali da collegare a ciascun sensore ed un cavo da collegare ad un sensore di un altro piano da utilizzare come cavo di terra.

### 6.3 Data Acquisition System

Il DAS è il cuore dello strumento, è infatti il responsabile della gestione dei protocolli d'analisi, della raccolta dei dati e dell'invio di quest'ultimi al computer per la successiva elaborazione. Il sistema utilizza il protocollo definito adjacent measurement (Barberet *al.*, 1983) ed è possibile impostare la frequenza della corrente iniettata nel reattore nel range da 75Hz a 153.6kHz in 12 step.

Il protocollo adjacent measurement prevede che la corrente AC sia iniettata nel reattore tra una coppia di elettrodi e che la differenza di potenziale risultante (Volt) venga misurata dagli altri elettrodi dello stesso piano. L'operazione viene poi ripetuta per la coppia successiva e così via sino a quando non sono state esaurite le possibili combinazioni di

Adjacent protocol, 16 sensors, 2 planes, 104 data per plane, frame 1

Plane 1: Min 11.1328, Max 997.07, Mean 160.198 (mV)

Voltage Measurement Pairs		02-03	03-04	04-05	05-06	06-07	07-08	08-09	09-10	10-11	11-12	12-13	13-14	14-15	15-16	Measurement Set
16-01	9.609e+002	9.740e+001	5.596e+001	3.389e+001	5.264e+001	1.929e+001	2.107e+001	2.041e+001	5.483e+001	3.462e+001	8.182e+001	8.008e+001	9.810e+002			1
01-02		1.772e+002	8.545e+001	4.580e+001	5.884e+001	1.895e+001	1.982e+001	1.696e+001	4.199e+001	2.291e+001	3.535e+001	4.058e+001	2.789e+002	6.177e+002		2
02-03			9.121e+002	2.593e+002	9.995e+001	5.615e+001	5.146e+001	3.979e+001	8.179e+001	3.706e+001	5.073e+001	4.888e+001	9.995e+001	2.446e+002		3
03-04				6.729e+002	2.793e+002	4.595e+001	3.569e+001	2.373e+001	4.248e+001	1.641e+001	1.982e+001	1.699e+001	5.820e+001	4.233e+001		4
04-05					9.526e+002	8.545e+001	5.728e+001	3.374e+001	5.181e+001	1.826e+001	2.070e+001	1.620e+001	4.937e+001	2.881e+001		5
05-06						1.899e+002	9.447e+001	4.207e+001	5.371e+001	1.806e+001	1.875e+001	1.220e+001	3.208e+001	1.401e+001		6
06-07							9.648e+002	2.622e+002	9.995e+001	5.474e+001	5.112e+001	3.491e+001	8.003e+001	3.315e+001		7
07-08								6.475e+002	2.690e+002	4.467e+001	3.584e+001	2.158e+001	4.634e+001	1.841e+001		8
08-09									9.570e+002	9.496e+001	5.815e+001	3.042e+001	5.166e+001	1.611e+001		9
09-10										1.675e+002	8.447e+001	3.804e+001	5.029e+001	1.113e+001		10
10-11											9.707e+002	2.407e+002	9.995e+001	5.191e+001		11
11-12												5.991e+002	2.979e+002	4.854e+001		12
12-13													9.971e+002	8.594e+001		13
13-14														1.421e+002		14

Plane 2: Min 16.7989, Max 998.535, Mean 170.358 (mV)

Voltage Measurement Pairs		02-03	03-04	04-05	05-06	06-07	07-08	08-09	09-10	10-11	11-12	12-13	13-14	14-15	15-16	Measurement Set
16-01	9.834e+002	9.961e+001	7.153e+001	4.385e+001	6.382e+001	2.295e+001	2.568e+001	2.398e+001	6.753e+001	4.463e+001	8.018e+001	9.912e+001	9.844e+002			1
01-02		1.709e+002	9.521e+001	5.234e+001	6.792e+001	2.173e+001	2.231e+001	1.895e+001	4.814e+001	2.788e+001	4.595e+001	5.170e+001	2.388e+002	6.274e+002		2
02-03			9.736e+002	2.989e+002	9.995e+001	8.792e+001	6.123e+001	4.653e+001	9.483e+001	4.561e+001	6.591e+001	6.504e+001	9.995e+001	2.354e+002		3
03-04				6.655e+002	2.993e+002	5.474e+001	4.277e+001	2.822e+001	4.736e+001	1.812e+001	2.344e+001	2.012e+001	6.948e+001	5.239e+001		4
04-05					9.531e+002	9.717e+001	7.075e+001	4.141e+001	6.133e+001	2.188e+001	2.578e+001	2.080e+001	6.343e+001	4.316e+001		5
05-06						1.797e+002	9.766e+001	5.239e+001	6.655e+001	2.021e+001	2.241e+001	1.680e+001	4.702e+001	2.886e+001		6
06-07							9.639e+002	2.939e+002	9.995e+001	6.509e+001	6.343e+001	4.082e+001	9.287e+001	4.980e+001		7
07-08								6.421e+002	2.989e+002	5.229e+001	4.507e+001	2.554e+001	4.844e+001	1.935e+001		8
08-09									9.883e+002	9.668e+001	7.427e+001	3.818e+001	6.299e+001	2.217e+001		9
09-10										1.724e+002	9.766e+001	4.546e+001	6.548e+001	1.997e+001		10
10-11											9.824e+002	2.632e+002	9.995e+001	6.597e+001		11
11-12												5.747e+002	3.203e+002	5.474e+001		12
12-13													9.985e+002	1.045e+002		13
13-14														1.675e+002		14

Figura 6.2: Matrice delle misure per ogni frame

misura per gli elettrodi disponibili sul piano. Procedendo nell'analisi come descritto sopra, si ottengono  $N^2$  misure, dove  $N$  è il numero di elettrodi installati.

E' da notare comunque che solamente  $N(N-1)/2$  misure sono indipendenti tra loro. Inoltre, per evitare l'impedenza dovuta al contatto tra elettrodo e la soluzione elettrolitica, non si effettua la misura del voltaggio sull'elettrodo presso il quale viene iniettata la corrente. Questa precauzione ha come conseguenza la diminuzione del numero di misure indipendenti che possono essere ottenute, si ha quindi che il numero totale di misure che si possono ottenere con  $N$  elettrodi viene riportato nell'equazione 5.2  $M = \frac{N(N-3)}{2}$ .

Uno dei maggiori difetti di questa strategia di campionamento risiede nel fatto che non si abbia una distribuzione uniforme di corrente lungo la parete del reattore poiché la maggior parte della corrente stessa viaggia in prossimità degli elettrodi e quindi nella periferia del reattore. Si ha quindi che la densità di corrente nel centro del reattore sia relativamente bassa rendendo di fatto questo tipo di misura particolarmente soggetta a rumore e a errori. Nonostante ciò, questa strategia richiede la minima configurazione hardware necessaria ed è quindi molto utilizzata perché è veloce e richiede il minimo costo computazionale. La configurazione a 16 elettrodi utilizzata consente di ottenere 104 misure indipendenti per ciascuno piano, ossia 208 punti di campionamento per un volume di circa  $0.05\text{m}^3$  (Fig.6.2).

Il sistema p2+ ERT System (Industrial Tomography System ITS, Manchester, UK) utilizzato in questo lavoro di tesi, consente di variare i seguenti parametri: frequenza, nel range tra 75Hz e 153.6 kHz in 12 step, amperaggio della corrente iniettata in 3 range da 0-1.5, 1.5-15, 15-75 mA in 256 step ed il range del voltaggio in output da -10V a + 10V. Oltre a questi parametri strumentali con l'utilizzo del software p2000 - p2+ V 7.0 in dotazione con lo strumento è possibile impostare molti altri parametri quali il numero di samples ossia il numero di cicli da 104 misure ciascuno da effettuare per un campione, la selezione del numero di piani da utilizzare (max 4 piani per 128 elettrodi in totale), il numero di frame dell'analisi, soprattutto la frequenza di campionamento tra una misura e l'altra, consentendo una velocità di acquisizione minore di 20ms per 1 frame ottenuto a 9.6kHz con 16 elettrodi.

Il DAS è stato interfacciato ad un computer tramite una porta seriale COM per la trasmissione dei dati e l'invio del programma d'analisi. Le specifiche tecniche del computer utilizzato sono da ufficio, processore AMD Phenom X3 a 64 bit con 6Gb di RAM e 500Gb di hard disk.

Un parametro fondamentale della comunicazione tra computer e DAS è il valore del Baud rate ossia del numero massimo di byte per secondo che può essere trasferito con la porta seriale. Questo valore è selezionabile nel range 9.6kHz (default) fino a 115.2kHz come valore massimo.

Nonostante il valore più comunemente utilizzato sia 9.6kHz, la configurazione da noi utilizzata per l'acquisizione di dati dalla memoria del DAS al computer è prevedeva un valore di Baud rate pari a 38.4kHz in modo da velocizzare la procedura di trasferimento dati.

E' importante notare come questo parametro non abbia alcuna influenza sulla qualità dei dati ottenuti in quanto si tratta solamente della velocità di trasferimento dei dati già registrati dallo strumento e memorizzati nella sua RAM interna.

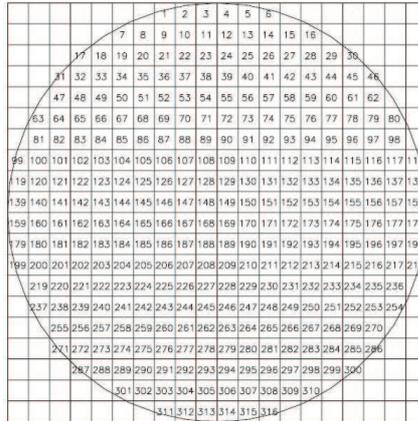


Figura 6.3: Griglia di ricostruzione dei tomogrammi

## 6.4 Image Reconstruction

E' stato utilizzato un algoritmo non iterativo (Linear Back Projection-LBP) per la costruzione dei tomogrammi 2D di ciascun piano a partire dai dati di voltaggio grezzi raccolti dallo strumento. L'LBP ha un basso costo computazionale (Barber and Brown, 1984) che lo rende adatto a misurazioni in tempo reale con basse richieste hardware per la sua esecuzione.

Vi è inoltre un secondo metodo implementato da ITS (Wang, 2002) chiamato Sensitivity Conjugate Gradient Method- SCG che permette in modo iterativo di ricostruire il tomogramma a partire dai dati grezzi. Questi algoritmi sono entrambi qualitativi, in quanto le immagini ricavate, rappresentano dei cambiamenti relativi rispetto ad un set di dati di riferimento iniziale. Ciascun tomogramma è costituito da una matrice 20x20 che fornisce 400 elementi spaziali (pixel).

Ciascuno di questi pixel rappresenta una piccola regione all'interno del reattore ma tuttavia, alcuni di questi pixel si trovano al di fuori delle pareti del reattore, quindi il numero di pixel effettivamente utilizzato per la costruzione dei tomogrammi scende a 316 come riportato in figura 6.3. Poiché il nostro sistema è formato da 2 piani di acquisizione dati, si hanno 632 punti di campionamento non intrusivi (Fig.6.4).

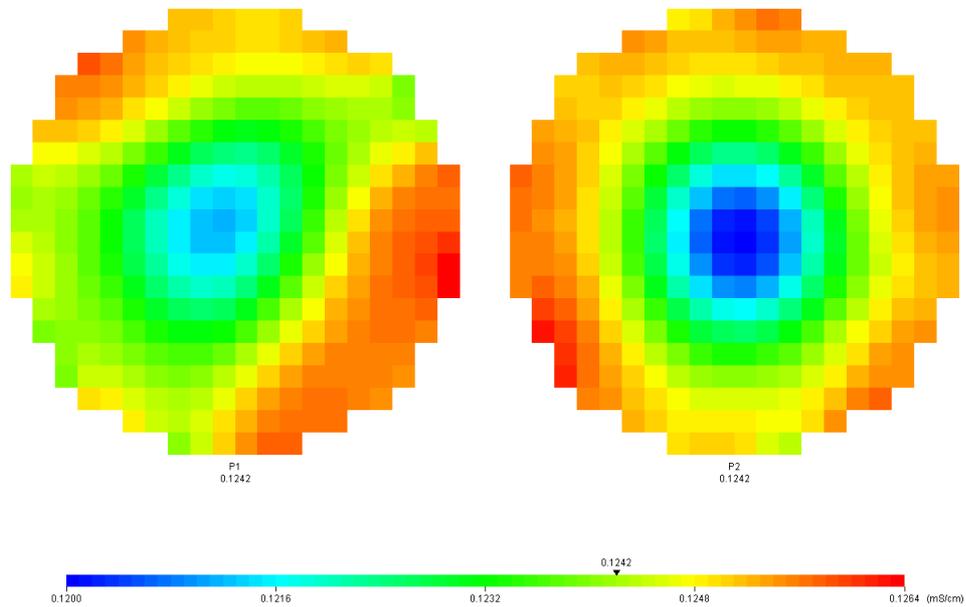


Figura 6.4: Esempio di un tomogramma

## 6.5 Impianto distribuzione aria

Le analisi sul sistema bifasico gas-liquido sono state effettuate iniettando aria compressa reattore tramite uno in vetro posto sul fondo del reattore. Il flussimetro (Bronkhorst High Tech, NL) è stato utilizzato per monitorare e fissare i valori di portata d'aria al 20, 40, 60 e 80% della portata massima gestibile dallo strumento pari a 25 nL/min



# Capitolo 7

## Parametri Sperimentali

La ricerca dei migliori parametri sperimentali e la loro ottimizzazione sono stati la parte più importante di questo lavoro di tesi. Poiché la tomografia a resistenza elettrica non è una tecnica invasiva, essa necessita di un'accurata messa a punto dei parametri sperimentali in modo da poter ottenere dei dati sperimentali affidabili.

I parametri analizzati e ottimizzati sono stati molteplici, inizialmente si è analizzata l'influenza della lunghezza dell'analisi sulla risposta strumentale in modo da individuare ed evitare possibili derive termiche dovute al riscaldamento dell'acqua presente all'interno del reattore. Si è analizzata, inoltre, la frequenza (Hz) migliore da impostare nel DAS (5.3) per la corrente da iniettare durante l'analisi e si sono confrontati i risultati ottenuti per i seguenti valori: 4.8 kHz, 9.6 kHz e 19.2 kHz.

Infine, per terminare la tornata di ottimizzazione dei parametri sperimentali, si è andati ad analizzare l'influenza del numero di cicli di pausa tra una misura e l'altra sulla qualità dei dati ottenuti. Tutte queste operazioni di ottimizzazione dei parametri sperimentali sono state condotte sul sistema bifase gas-liquido poiché è stato il primo ad essere analizzato. Si è poi verificato come la corretta ottimizzazione dei parametri sperimentali ricavata per il sistema gas-liquido fosse del tutto riapplicabile anche agli altri sistemi analizzati successivamente.

## 7.1 Frequenza corrente iniettata

Come descritto nel capitolo 5.3, nel DAS è possibile impostare diversi parametri, tra i quali la frequenza della corrente iniettata all'interno del reattore. Quest'ultimo è un parametro importante nella messa a punto dello strumento poiché ne determina la sensibilità nei confronti delle variazioni di resistività all'interno del reattore.

Non essendoci una regola fissa per la selezione del valore ottimale della frequenza, si è deciso di provare con quattro valori target tra quelli selezionabili nel range 75 Hz-153.6 kHz in 12 intervalli. Come suggeritoci dai tecnici di ITS (Industrial Tomography Systems-ITS, Manchester, UK), per applicazioni del nostro tipo, il range ottimale di frequenze risulta essere quello tra 2.4 kHz e 19.2 kHz quindi ben più ristretto rispetto a quello selezionabile nello strumento.

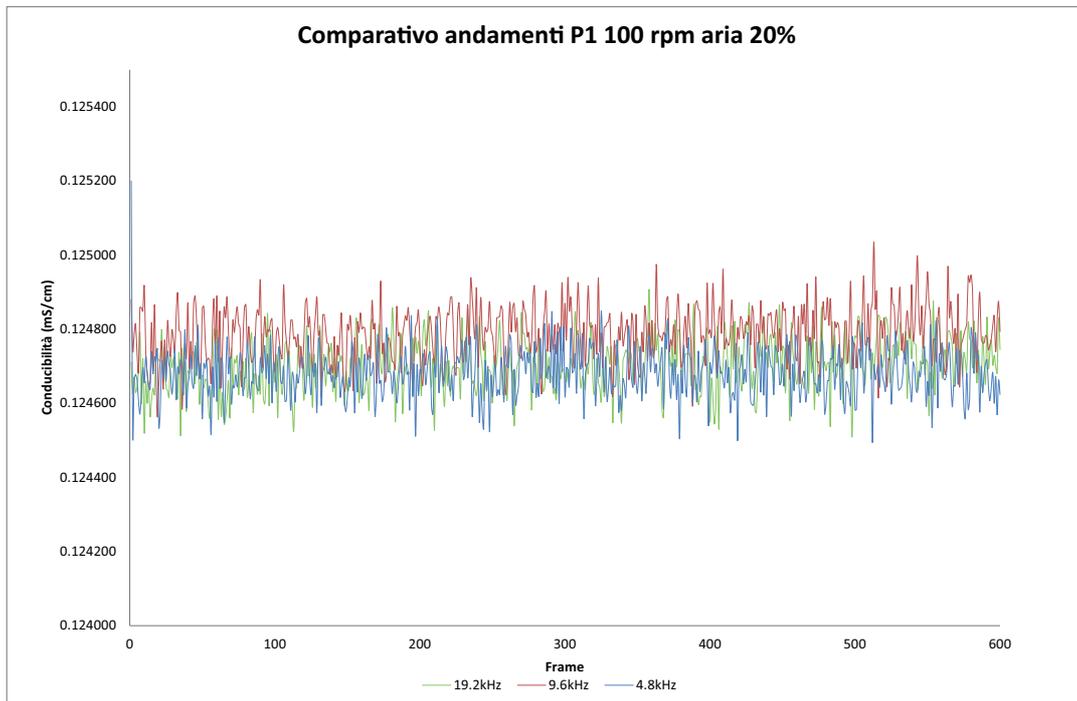
Nel range identificato dai tecnici di ITS sono stati individuati 3 valori di frequenza pari a 4.8 kHz, 9.6kHz e 19.2 kHz. Il valore pari a 2.4 kHz è stato scartando applicando la regola empirica riportata nel manuale dello strumento p2000 la quale prevede che si abbassi il valore della frequenza solo per mezzi poco conduttori; non essendo quest'ultimo il nostro caso studio, si è deciso comunque di non escludere il valore sopracitato.

I test sono stati effettuati con la girante Rushton a 100 e 500 rpm rispettivamente.

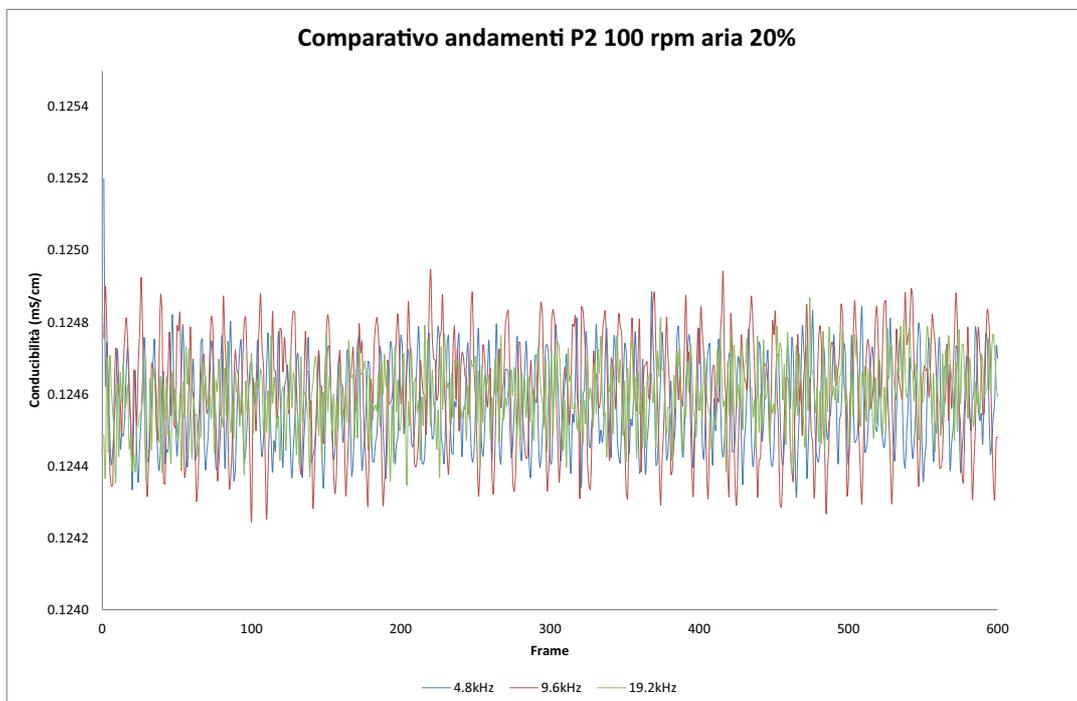
Nelle figure 7.1 e 7.2 si riportano i valori di conducibilità ottenuti utilizzando diversi valori di frequenza. Dal grafico comparativo, non si notano differenze sostanziali tra i diversi valori, segno che le prestazioni dello strumento sono praticamente confrontabili per i valori a 4.8, 9.6 e 19.2 kHz a 100 rpm e con il valore della portata d'aria al reattore pari a 5 L/min (20 %).

I grafici comparativi sono stati ottenuti nelle seguenti condizioni sperimentali riportate in tabella 7.1. Il valore dell'ampereaggio della corrente iniettata è stato ottenuto tramite la funzione di autocalibrazione dello strumento, un tool che permette di ottenere il valore migliore in funzione delle condizioni sperimentali.

Se per le figure 7.1 e 7.2 gli andamenti sono pressoché confrontabili, lo stesso discorso non vale per le analisi effettuate a 500 rpm riportate nelle figure 7.3 e 7.4 per il piano 1 posto a 4 cm dal fondo del reattore e per il piano 2 posto a 5 cm dal piano 1. Si nota



**Figura 7.1:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione della frequenza della corrente iniettata per il piano 1 posto al di sotto della girante



**Figura 7.2:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione della frequenza della corrente iniettata per il piano 2 posto al di sopra della girante

Parametri strumentali		Parametri strumentali bianco	
Intervallo campionamento (ms)	50	Intervallo campionamento (ms)	50
Number of frames	600	Number of frames	600
Piani utilizzati	2	Piani utilizzati	2
Elettrodi per piano	16	Elettrodi per piano	16
Campioni per frame	8	Campioni per frame	8
Frames per download	600	Frames per download	600
Corrente iniettata (mA)	7.94	Corrente iniettata (mA)	7.94
Sale disciolto (g)	0.8	Sale disciolto (g)	0.8
Cicli di delay	3	Cicli di delay	3
Portata aria (L/min)	5 (20%)	Portata aria (L/min)	0
Velocità girante (rpm)	100 e 500	Velocità girante (rpm)	100 e 500

**Tabella 7.1:** Parametri strumentali utilizzati per le analisi a 4.8kHz, 9.6kHz e 19.2 kHz e per il bianco alle rispettive frequenze

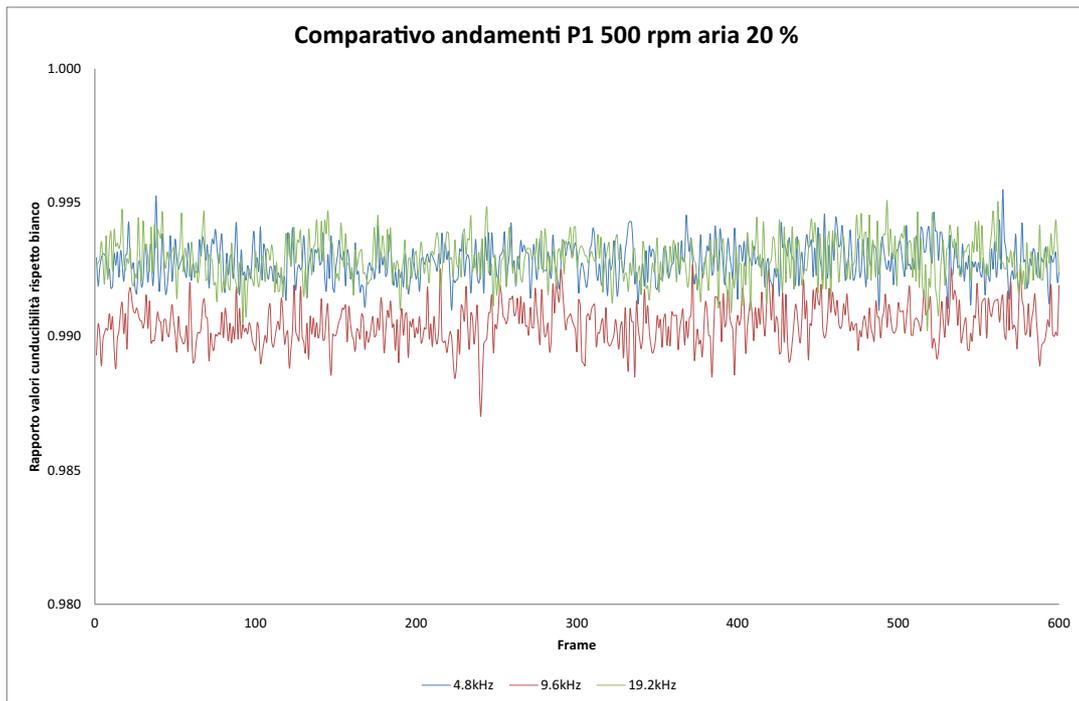
infatti, come in entrambi i casi, la serie ottenuta a 9.6 kHz abbia un trend sostanzialmente diverso rispetto alle due serie a 4.8 kHz e a 19.2 kHz. Questo è dovuto alla diversa velocità di acquisizione dei dati; infatti, a 4.8 kHz le analisi a parità del numero di frame richiedono molto più tempo per essere completate.

Come si nota dalla tabella 7.2 le analisi a 19.2 kHz sono quelle più veloci, infatti richiedono circa un terzo del tempo per essere terminate. Questo vuol dire che il campionamento avviene con velocità molto maggiore ed è quindi più soggetto a rumore, mentre nel caso delle prove eseguite a 4.8 kHz, le analisi risultano essere troppo lunghe e la scelta di una frequenza così bassa non fornisce alcun vantaggio ulteriore in termini di prestazioni dello strumento.

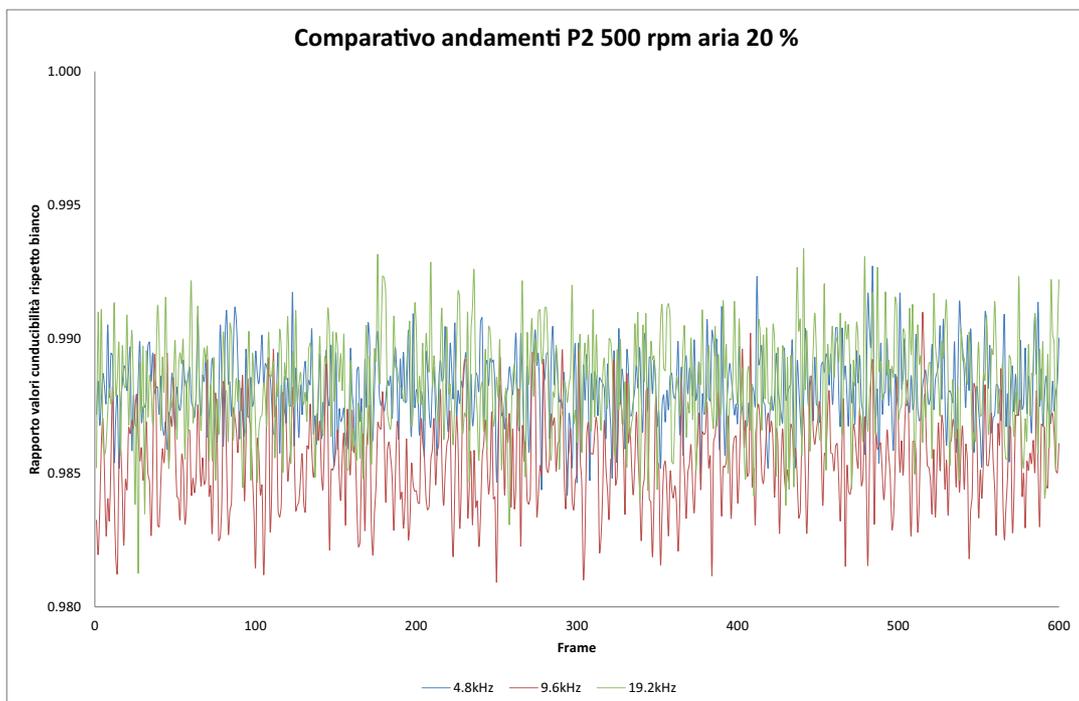
Frequenza (kHz)	Frame	Frame per secondo	Durata analisi (min)
4.8	600	1.922	5.202
9.6	600	3.841	2.603
19.2	600	6.995	1.423

**Tabella 7.2:** Durata analisi in funzione della frequenza

Al fine di trovare un giusto compromesso tra la durata della singola analisi e la qualità dei dati ottenuti, si è deciso di utilizzare 9.6 kHz come valore della frequenza della corrente iniettata all'interno del reattore.



**Figura 7.3:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione della frequenza della corrente iniettata per il piano 1 posto al di sotto della girante



**Figura 7.4:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione della frequenza della corrente iniettata per il piano 2 posto al di sopra della girante

## 7.2 Numero di cicli di delay

Un altro parametro molto importante che è stato necessario ottimizzare è il numero di cicli di pausa tra un'iniezione di corrente e l'altra. Questi cicli di pausa sono necessari per diminuire sia il rumore elettrico che il rumore elettronico dovuto alla conversione da analogico a digitale del segnale in ingresso dagli elettrodi. Per questi motivi, è consigliato da ITS, di utilizzare un numero di cicli pausa pari a 1 solamente nel caso in cui si vadano ad analizzare processi particolarmente veloci, quale ad esempio, la miscelazione di una soluzione salina satura all'interno del reattore.

In questo caso, il rumore strumentale deve essere giocoforza tollerato a fronte di una maggiore velocità d'analisi e da una maggiore mole di dati raccolta. Nel caso del mixing di soluzione saline, il rumore strumentale è mitigato dall'alta differenza di conducibilità registrata dallo strumento, e, ovviamente, queste considerazioni valgono per la configurazione sperimentale da noi utilizzata.

Nello screening preliminare dei valori dei cicli di pausa tra una misura e l'altra si è deciso di utilizzare i valori suggeriti empiricamente da ITS pari 3 e 20. L'influenza della variazione di questo parametro sulla qualità dell'analisi è stata verificata sui valori di frequenza di cui si è parlato nel capitolo precedente.

Le condizioni sperimentali sono le medesime riportate in tabella 7.1 ad eccezione, ovviamente, del numero di cicli di delay.

Frequenza (kHz)	Frames	Cicli delay	Frames per secondo	Durata analisi (min)	Incremento %
4.8	600	3	1.922	5.202	242
		20	0.795	12.572	
9.6	600	3	3.841	2.603	
		20	1.591	6.288	

**Tabella 7.3:** Durata analisi in funzione del numero di frames e della frequenza della corrente iniettata

La tabella 7.3 raffronta le durate delle analisi con 3 e 20 cicli di pausa rispettivamente. Si nota che con 20 cicli di pausa, la medesima analisi costituita da 600 frames, subisce un incremento del tempo necessario per portarla a termine pari al 242% del tempo richie-

sto con 3 cicli di delay.

L'incremento associato al tempo necessario per portare a compimento un'analisi combinato con la frequenza della corrente iniettata, ha fatto sì che si scegliesse il valore 3 da dare al numero di cicli di delay per ottenere le analisi in tempi ragionevoli con una frequenza di 9.6 kHz.

### 7.3 Valori di conducibilità

Per tutte le misure è stata utilizzata acqua demineralizzata con una conducibilità pari a 0.6 mS/cm. Poiché lo strumento necessita di una conducibilità di fondo del sistema suggerita dalla letteratura e dai tecnici di ITS pari a circa 15 mS/cm, è stato necessario aggiungere delle piccole quantità di sale pari a circa 0.8 g per 11L di acqua demineralizzata in modo da innalzare il valore stesso di conducibilità a quello attuale previsto per l'esecuzione delle misure.

Lo strumento consente di impostare prima di ciascuna analisi il valore della conducibilità di background in modo da rapportare poi a quest'ultimo valore le variazioni di conducibilità stesse registrate nel corso dell'analisi. Inizialmente, la conducibilità dell'acqua con il sale disciolto è stata misurata prima di ogni analisi ed il valore corrispondente è stato inserito nell'apposita sezione del software p2+ che gestisce lo strumento.

Ci si è poi accorti che il settaggio di questo parametro è del tutto superfluo, in quanto serve solo in fase di controllo di processo per verificare che, il valore fissato della conducibilità della miscela da monitorare, subisca variazioni definite accettabili a priori.

Ora, nel nostro caso, questo è irrilevante, in quanto andando a raccogliere il bianco prima di ogni analisi, qualsiasi variazione del valore di conducibilità può essere espresso in termini percentuali senza alcuna perdita di informazioni. Tutti i valori di conducibilità riportati nei grafici elaborati in questo lavoro di tesi, fanno quindi riferimento al valore del bianco raccolto per ogni singola analisi.

## 7.4 Influenza della temperatura

La temperatura è stato l'ultimo parametro ad essere considerato nella messa a punto della metodica sperimentale. In particolare, si è cercato di capire quale influenza potesse avere sulla qualità delle misure un eventuale riscaldamento del liquido all'interno del reattore a causa del movimento della girante.

Per stabilire quale influenza avesse la temperatura sono stati costruiti i grafici con i valori di conducibilità della soluzione in funzione del numero di frame per verificare la presenza di eventuali derive termiche del sistema.

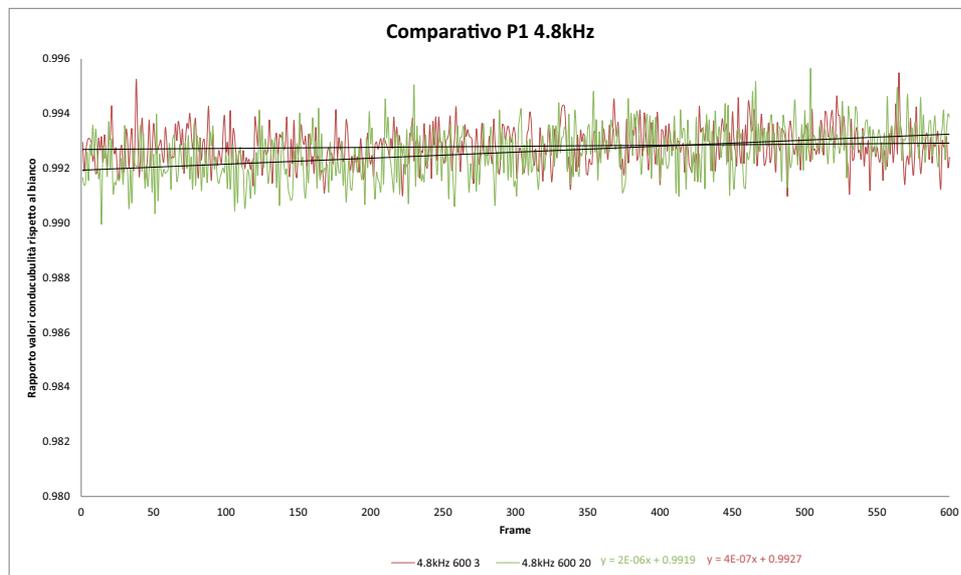
Grazie alle linee di tendenza che interpolano le serie di dati, è stato possibile verificare che per i set di analisi a 4.8 kHz e 9.6 kHz vi sono delle minime differenze tra i trend dei dati. In particolare in tabella 7.4 sono riportati i valori dei coefficienti angolari delle rette di tendenza dei grafici 7.5, 7.6, 7.7 e 7.8.

Da questi grafici si può osservare un trend crescente dei valori di conducibilità per le analisi condotte con un 20 cicli di delay tra una misura e l'altra, rispetto alle medesime misure con un numero di cicli di delay pari a 3, causato dalla diversa frequenza di acquisizione dei dati.

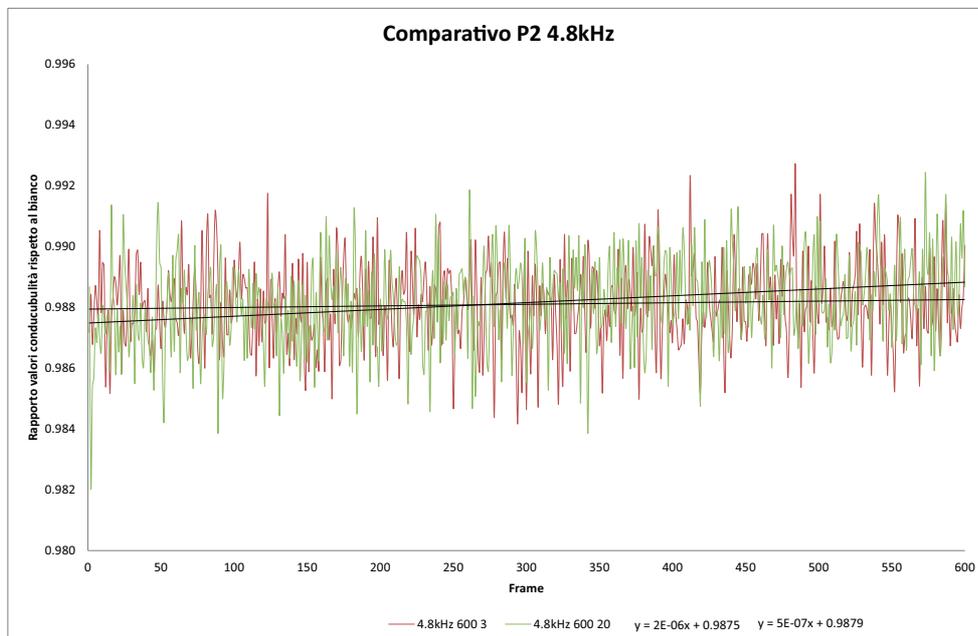
Nonostante ciò è importante sottolineare come questo trend vada ad incidere sulla sesta o settima cifra decimale dei valori di conducibilità, quindi con un effetto sul dato sperimentale trascurabile.

Cicli delay	4.8 kHz		9.6 kHz	
	P1	P2	P1	P2
3	4.0E-07	5.0E-07	8.0E-07	6.0E-07
20	2.0E-06	2.0E-06	1.0E-06	1.0E-07

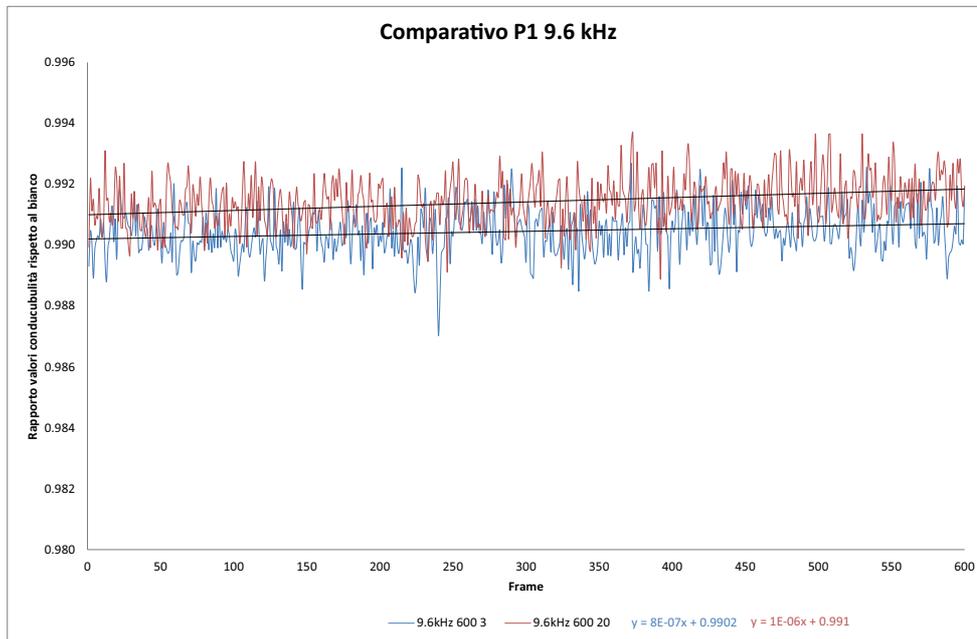
**Tabella 7.4:** Coefficienti angolari linee di tendenza



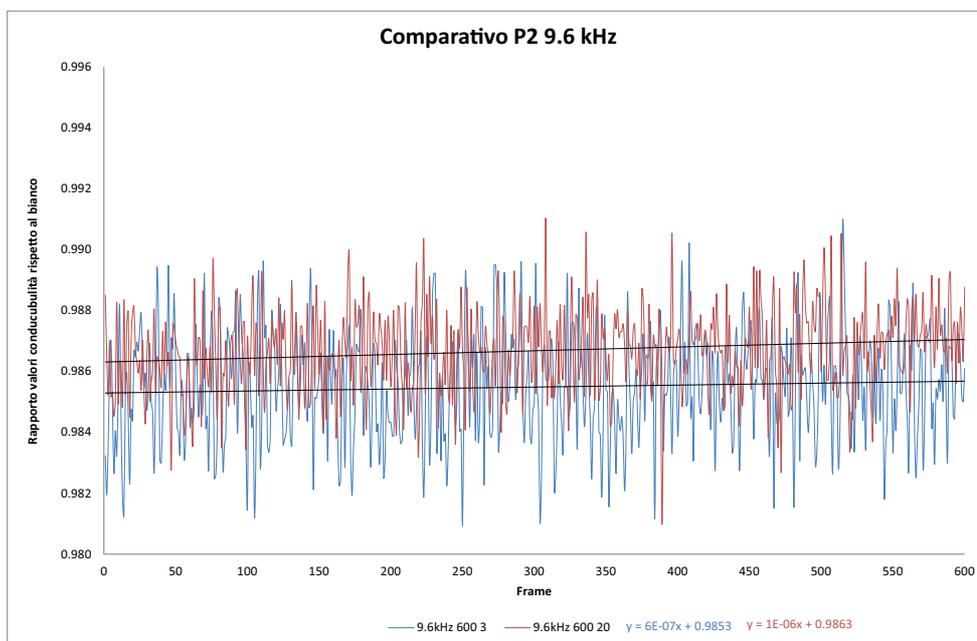
**Figura 7.5:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione del numero di cicli di delay e della frequenza della corrente iniettata per il piano 1 posto al di sotto della girante



**Figura 7.6:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione del numero di cicli di delay e della frequenza della corrente iniettata per il piano 2 posto al di sopra della girante



**Figura 7.7:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione del numero di cicli di delay e della frequenza della corrente iniettata per il piano 1 posto al di sotto della girante



**Figura 7.8:** Andamento dei valori di conducibilità in funzione del numero di cicli di delay e della frequenza della corrente iniettata per il piano 2 posto al di sopra della girante

# Capitolo 8

## Analisi Transizioni di Regime per il Sistema Gas-Liquido

Dopo aver individuato i parametri ottimali per le analisi descritti nel capitolo precedente, si è andati ad analizzare le prestazioni del tomografo nel monitoraggio di un sistema bifase gas-liquido. Le prove sono state eseguite utilizzando le giranti scelte per questo lavoro di tesi, ossia la Pitch Blade Turbine Up Pumping (PBT\_UP), la Pitch Blade Turbine Down Pumping (PBT\_DOWN), la A310 e la Rusthon a 6 pale.

Le prestazioni delle varie giranti sono state analizzate a diverse portate d'aria riportate in tabella 8.1. I valori percentuali riportati in tabella, fanno riferimento alla portata volumetrica massima garantita dal misuratore di portata dell'impianto ad aria compressa. Per le seguenti analisi sono stati utilizzati i parametri sperimentali riportati in tabella 8.2. I bianchi sono stati raccolti prima di ciascuna analisi, utilizzando le stesse condizioni sperimentali ma a girante spenta, in modo da cancellare eventuali fluttuazioni di temperatura dovute al riscaldamento dell'acqua all'interno del reattore a causa del moto della girante e all'elevato numero di analisi effettuato giornalmente.

I tomogrammi illustrati e discussi in questo capitolo, secondo a quanto detto in precedenza, illustrano quindi delle variazioni di conducibilità adimensionali, in quanto alla fase acquosa è stato dato il valore di conducibilità 1 mS/cm e all'aria introdotta il valore di 0 mS/cm.

Così facendo, si ottiene una scala di valori che varia da 0% presenza di sola aria al 100 % presenza di solo liquido. I valori di hold-up del gas nei piani 1 e 2 posti rispettivamente, al di sotto e sopra la girante sono stati calcolati utilizzando l'equazione di Maxwell semplificata 8.1 (Maxwell, 1873) ampiamente utilizzata in letteratura (R.A Williams, *et al*, 2007) ed implementata direttamente nel software p2+ fornito da ITS con lo strumento.

$$\varepsilon_{g,i} = \frac{2\sigma_1 - 2\sigma_{mc}}{2\sigma_1 + \sigma_{mc}} \quad (8.1)$$

Si ha quindi che i valori di conducibilità ricavati con la ERT, la frazione volumetrica del gas  $\varepsilon_{g,i}$  può essere determinata avendo a disposizione i valori di  $\sigma_1$  per la conducibilità della fase acquosa e  $\sigma_{mc}$  per la conducibilità misurata della miscela. Questa equazione tratta esclusivamente sistemi multifase in cui la fase dispersa non sia conduttrice, come nel caso presentato in questo lavoro di tesi. Tutti i tomogrammi riportati in questo capitolo, non esplicitano il valore dell'hold-up del gas  $\varepsilon_{g,i}$  bensì il valore di hold-up della fase liquida  $\varepsilon_{l,i}$ . Essendo gli hold-up, per definizione, delle frazioni volumetriche la loro somma deve essere uguale a uno, quindi,  $\varepsilon_{l,i} = 1 - \varepsilon_{g,i}$ .

## 8.1 Parametri base per la miscelazione con turbine Rushton di sistemi aerati

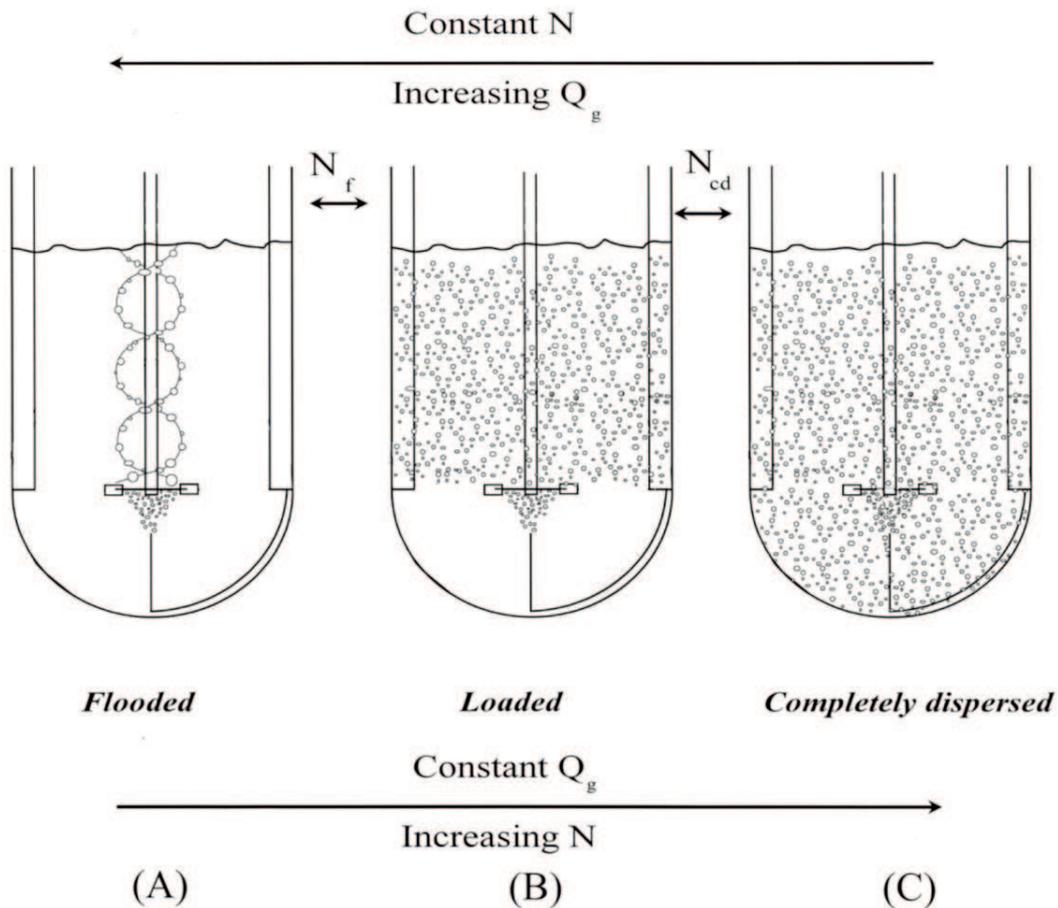
E' pratica comune definire il flusso d'aria in modo adimensionale introducendo il parametro numero di flusso  $Fl_G$  espresso come:

$$Fl_G = \frac{Q_G}{ND^3} \quad (8.2)$$

in cui  $Q_G$  è la portata del gas espressa in  $m^3 s^{-1}$ ,  $N$  è il numero di rotazioni della giranti in  $s^{-1}$  e  $D$  è il diametro della girante in  $m$ . Per sistemi acquosi con viscosità simile a quella dell'acqua pura, le correlazioni proposte da Nienow *et al.* (1985) utilizzano il numero di flusso  $Fl_G$  per definire i regimi di flusso riportati in figura 8.1 in cui la girante è ingolfata 8.1(A), ossia non disperde il gas nel reattore, turbina correttamente alimentata 8.1(B), in

## 8.1. Parametri base per la miscelazione con turbine Rushton di sistemi aerati 67

cui la girante opera in modo corretto ma la fase gassosa non risulta essere completamente dispersa nel reattore ed infine, il reattore con la fase dispersa completamente miscelata 8.1(C).



**Figura 8.1:** Diversi flow patterns all'interno del reattore, (A) flooded, (B) loaded, (C) dispersed in funzione del numero di giri della girante.

Nel caso della transizione tra i regimi A e B, il numero di flusso critico del gas viene calcolato come segue:

$$(Fl_G)_F = 30 \left( \frac{D}{T} \right)^{3.5} (Fr)_F \quad (8.3)$$

Questa relazione dipende da diversi parametri, quali il diametro  $D$  della girante, il diametro  $T$  del reattore e da  $Fr$ , detto numero di Froud. Quest'ultimo è un parametro adimensionale legato al diametro della girante  $D$ , al numero di rotazioni per secondo della

girante stessa  $N$  e all'accelerazione di gravità  $g$  (Eq. 8.4).

$$Fr = \frac{N^2 D}{g} \quad (8.4)$$

La relazione 8.3 consente di determinare per la girante Rushton in sistemi acquosi a bassa viscosità, il numero di giri che la girante deve avere per evitare la condizione di ingolfamento la quale non consente una corretta dispersione del gas nel reattore.

Questa relazione empirica è valida per reattori fino a 1.8m di diametro e con distanza (*clearance*,  $C$ ) della girante dal fondo pari a  $T/4$ , nel nostro caso la distanza della girante dal fondo è  $C = T/3$ , quindi eventuali discrepanze nei risultati sperimentali rispetto a quelli calcolati, sono da imputarsi al diverso valore di  $C$  rispetto a quello previsto. D'altro canto, una relazione simile a quella utilizzata in precedenza simile alla 8.3, consente di definire anche la transizione fra i regimi B e C riportati in figura 8.2. In questo caso viene utilizzato il parametro di flusso del gas per la completa dispersione della fase gassosa  $(Fl_G)_{CD}$  in cui il pedice CD ad indicare la condizione di completa dispersione della fase gassosa.

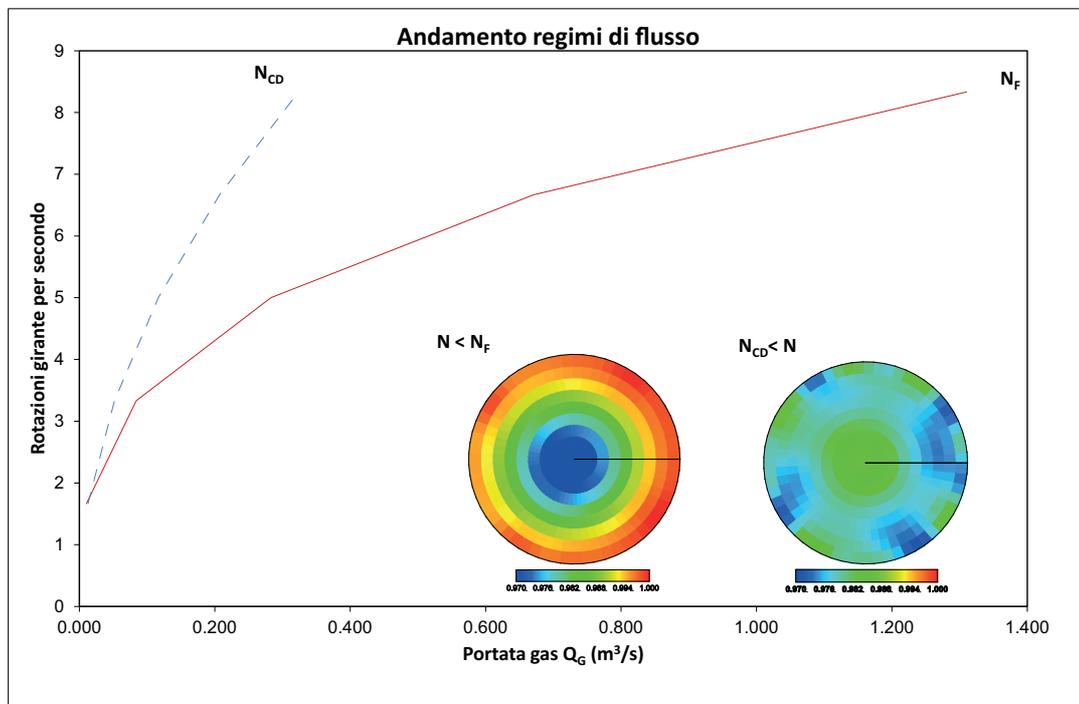
La relazione in questione è la seguente:

$$(Fl_G)_{CD} = 0.2 \left( \frac{D}{T} \right)^{0.5} (Fr)_F^{0.5} \quad (8.5)$$

Il grafico 8.2 riporta l'andamento del numero di rotazioni per secondo della girante in funzione della portata del gas  $Q_G$  nell'identificazione dei regimi di flusso descritti in precedenza. Il grafico inoltre, include due tomogrammi rappresentativi dei due regimi estremi, indicati con le lettere A e C nella figura 8.2. Si noti come il tomogramma di sinistra sia caratterizzato da rilevanti gradienti di conducibilità della miscela. La presenza al centro del reattore della zona identificata dal colore blu, indica chiaramente la presenza in quella zona di una frazione di gas rilevante. Tomogrammi di questo tipo sono quindi caratterizzati da un regime in cui al centro del reattore si trova una grande quantità di fase gassosa e, vicino alle pareti, la fase dominante è quella liquida.

Il tomogramma di destra invece mostra invece come la conducibilità sia praticamente la

stessa su tutto il piano del reattore e che quindi la fase gassosa è, di fatto, perfettamente dispersa.



**Figura 8.2:** Ricostruzione dell'andamento dei regimi di flusso per la turbina Rushton analizzata. I tomogrammi riportati in figura sono esemplificativi dei due casi limite: turbina ingolfata e fase gassosa perfettamente miscelata.

## 8.2 Dati sperimentali

I parametri delle analisi effettuate con la turbina Rushton sul sistema bifase gas-liquido sono riportati nella tabella 8.2. Anche in questo caso, il valore dell'ampereaggio della corrente iniettata è stato ricavato dal tool di auto calibrazione del software p2+ di gestione dello strumento, ed è stato mantenuto il medesimo valore per tutti i set di analisi.

In letteratura sono presenti alcuni lavori riguardanti le misure di hold-up di fasi gassose con l'impiego della tecnica ERT (Jin *et al.*, 2007) (Kamarudin-Abdullah *et al.*, 2009) con ottimi risultati in termini di prestazioni e accuratezza delle misure. In questo lavoro di tesi, è stata analizzata nel dettaglio la turbina Rushton, poiché è una delle giranti più studiate in letteratura nella dispersione di fasi gassose in reattori agitati.

Sono state anche analizzate le prestazioni delle giranti PBT\_UP, PBT\_DOWN e A310 nonostante la letteratura sulle loro potenzialità nel mixing di fasi gassose, sia scarna e non siano presenti relazioni empiriche analoghe a quelle citate nel paragrafo precedente per la Rushton. Nonostante ciò, è stato possibile ricavare qualitativamente i valori di  $N_F$  e  $N_{CD}$  per ciascuna girante tramite l'analisi dei tomogrammi raccolti.

I tomogrammi ottenuti per la Rushton sono stati raggruppati nelle figure 8.7 e successive, in base al numero di giri per minuto della girante nell'intervallo 100-500 rpm. I due piani di sensori P1 e P2 posti al di sotto e al di sopra della girante, consentono di identificare, i valori di  $N_F$  e  $N_{CD}$  descritti in precedenza. In particolare, il P1 consente di identificare il valore di  $N_{CD}$ , poiché si trova al di sotto della girante, mentre è possibile utilizzare il P2 per la valutazione di  $N_F$ .

Con i valori in tabella 8.4 è stato costruito il grafico riportato in figura:8.2 per i regimi di flusso.

Portata d'aria (nL/min)	Valore flussimetro (%)
5	20
10	40
15	60
20	80

**Tabella 8.1:** Valori delle portate d'aria in nL/min e corrispondente valore impostato sul in base alla portata max  $\dot{V}_{MAX}=25$  nL/min

Parametri Analisi Gas-Liquido	
Intervallo campionamento (ms)	50
Number of frames	600
Piani utilizzati	2
Elettrodi per piano	16
Campioni per frame	8
Frames per download	600
Corrente iniettata (mA)	8.82
Frequenza corrente (kHz)	9.6
Sale disciolto (g)	0.8
Cicli di delay	3
Portata aria (%)	20, 40, 60, 80
Velocità girante (rpm)	100, 200, 300, 400, 500

**Tabella 8.2:** Parametri strumentali utilizzati per le analisi del sistema bifase gas-liquido

Rpm ( $\text{min}^{-1}$ )	Fr	$(F_{IG})_F$	$(Q_G)_F \text{ L min}^{-1}$	$(F_{IG})_{CD}$	$(Q_G)_{CD} \text{ L min}^{-1}$
100	0.022	0.014	0.63	0.017	0.78
200	0.087	0.055	5.03	0.034	3.11
300	0.196	0.124	16.98	0.051	6.99
400	0.349	0.220	40.25	0.068	12.43
500	0.545	0.344	78.62	0.085	19.42

**Tabella 8.3:** Parametri dei numeri di flusso calcolati sulla base delle relazioni di Nienow per la Rushton

$Q_G \text{ (m}^3 \text{ s}^{-1}\text{)}$	$N_F \text{ (rps)}$	$Q_G \text{ (m}^3 \text{ s}^{-1}\text{)}$	$N_{CD} \text{ (rps)}$
0.01	1.67	0.01	1.67
0.08	3.33	0.05	3.33
0.28	5.00	0.12	5.00
0.67	6.67	0.21	6.67
1.31	8.33	0.32	8.33

**Tabella 8.4:** Tabella dei parametri utilizzati nelle relazioni 8.3 e 8.5 proposte da Nienow

### 8.3 Analisi tomogrammi Rushton

Nelle figure 8.7 e successive, sono stati riportati i tomogrammi ottenuti per la turbina Rushton per i piani P1 e P2 in funzione del numero di rotazioni della girante per minuto e della portata d'aria.

Nell'elaborazione dei dati è stato necessario introdurre due scale di valori distinti per ciascun piano d'analisi, in quanto, nel range 300-500 rpm, le differenze di conducibilità tra un piano e l'altro diventano tali da non consentire più l'utilizzo di una sola scala per tutti i tomogrammi. Infatti, come descritto in precedenza, il P1 posto al di sotto della girante, registra l'hold-up del gas dovuto al distributore, quindi si può notare chiaramente una diversa concentrazione di gas in quel piano rispetto a quella misurata sul piano P2. La figura 8.3 è un esempio di come si possano ottenere le informazioni dai tomogrammi per ciascuna analisi.

Utilizzando infatti la relazione di Maxwell 8.1 proposta in precedenza, si possono stimare con precisione i valori di hold-up e costruire un andamento del profilo di quest'ultimo in funzione della distanza radiale dal centro del reattore.

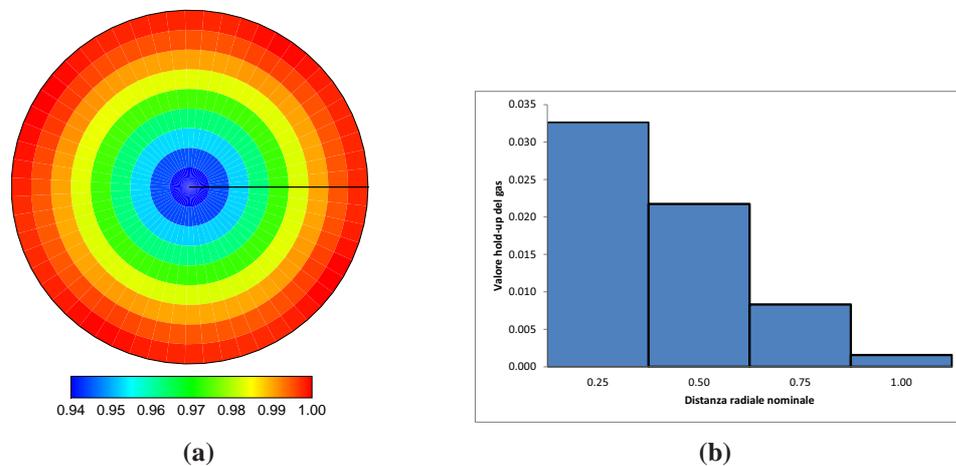
Nel caso proposto in figura 8.3 si nota chiaramente come la turbina sia ingolfata, infatti, la fase gassosa non è omogeneamente dispersa lungo il profilo del reattore ma presenta un massimo evidente tra lo 0 ed il 25% della distanza radiale, segno di una non corretta miscelazione del gas nel reattore.

Nel caso proposto nella figura 8.4 per il piano 2 a 300 rpm e al 60% d'aria, la situazione è totalmente diversa. Infatti, a differenza del caso trattato in precedenza, i valori di concentrazione sono praticamente costanti lungo tutto il profilo radiale.

Questo testimonia come in queste condizioni sperimentali, il gas sia miscelato in modo migliore al primo caso, anche se la distribuzione della fase gassosa non è ancora uniforme su tutta la sezione.

In figura 8.5 invece, si nota un trend totalmente diverso rispetto ai primi due casi illustrati in figura 8.3 e 8.4. Infatti, il profilo del valore dell'hold-up del gas ha un trend crescente man mano che ci si sposta verso la periferia del reattore.

Questo dimostra come per il piano 2 a 500 rpm all'80% d'aria, il gas venga completamente miscelato e si arrivi ad ottenere dei valori di hold-up sulle pareti del reattore, più alti rispetto a quelli registrati al centro. Il passaggio dalla zona di corretta alimentazione della girante a quella di dispersione completa del gas nella fase liquida avvenga per il piano 2 posto sopra la girante già a 400 rpm e al 60% d'aria come dimostrato dal tomogramma 8.6.

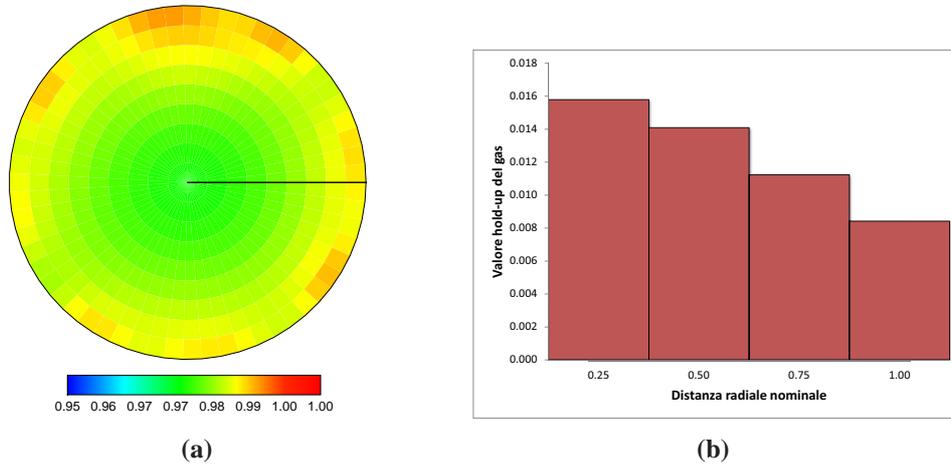


**Figura 8.3:** Istogramma dei valori di hold-up a 200 rpm e 80% di aria per il P1, ricavato dal tomogramma della corrispondente analisi

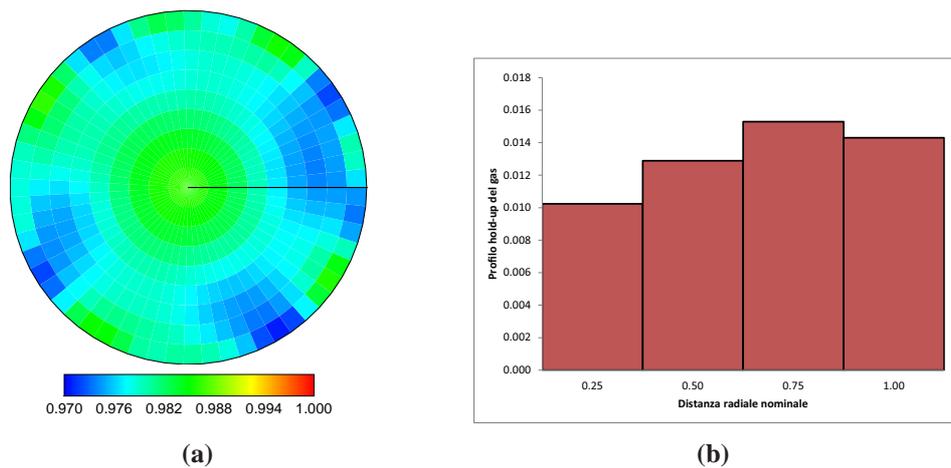
I dati riportati in tabella 8.4 grazie alle relazioni di Nienow per la turbina Rushton, consentono di confrontare i risultati ottenuti sperimentalmente con il tomografo con quelli teorici riportati in tabella 8.3.

L'analisi dei tomogrammi ottenuti per determinare i regimi di flusso è stata eseguita seguendo i seguenti criteri:

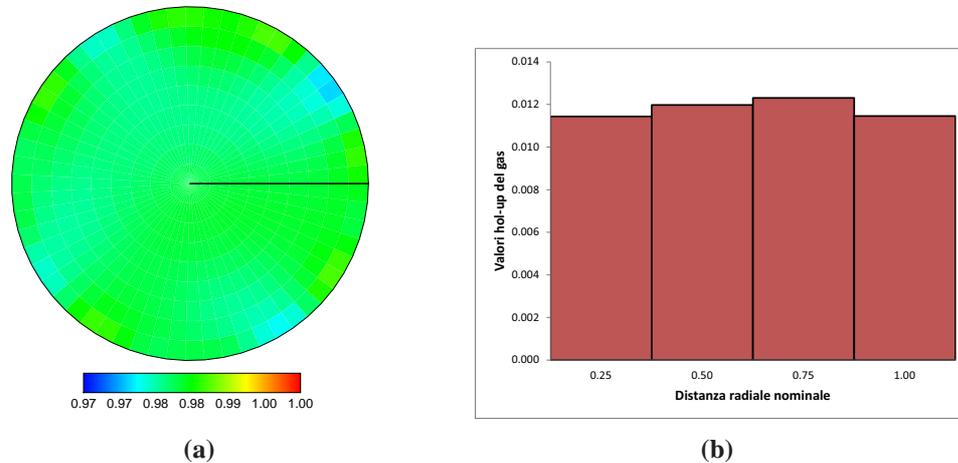
- Il P1 posto al di sotto della girante ci consente di determinare se il numero di rotazioni per minuto della girante sia maggiore o minore di  $N_{CD}$ , mentre il P2, posto al di sopra della girante, ci consente di determinare l'efficienza della miscelazione della fase gassosa e quindi di verificare se il N  $N_{CD}$ .



**Figura 8.4:** Istogramma dei valori di hold-up a 300 rpm e 60% di aria per il P2, ricavato dal tomogramma della corrispondente analisi



**Figura 8.5:** Istogramma dei valori di hold-up a 500 rpm e 80% di aria per il P2, ricavato dal tomogramma della corrispondente analisi



**Figura 8.6:** Istogramma dei valori di hold-up a 400 rpm e 60% di aria per il P2, ricavato dal tomogramma della corrispondente analisi

- I tomogrammi caratterizzati da alti gradienti di conducibilità della miscela, presentano, nel caso della turbina ingolfata, dei minimi di conducibilità al centro del reattore, identificati dalle regioni colorate di blu nei tomogrammi. Nel caso opposto, l'assenza di questi gradienti di conducibilità, è sintomo di una corretta miscelazione, in quanto i valori di hold-up del gas sono pressoché omogenei nel piano d'analisi.

Si è scelto come fattore chiave per la determinazione dello stato di ingolfamento o di corretta alimentazione della pompa la presenza di un minimo di conducibilità nella compresa tra lo 0 (centro del reattore) ed il 25% del raggio.

Quindi, secondo quanto appena descritto, l'analisi visuale dei tomogrammi è sufficiente a stabilire lo stato d'alimentazione della turbina in funzione del numero di giri e della portata d'aria alimentata al reattore.

### 8.3.1 Risultati ottenuti

#### 100 rpm

I risultati per questo set, riportati in figura 8.7, mostrano chiaramente come la presenza della girante non abbia praticamente alcun effetto sulla dispersione della fase gassosa. Il reattore opera in come una colonna a bolle e la turbina risulta ingolfata. Il risultato è in accordo con la relazione 8.3 che stimava la portata critica di ingolfamento pari a 0.63 L/min.

#### 200 rpm

A 200 rpm (figura:8.8), si ha che la portata d'aria di ingolfamento  $(Q_G)_F$  calcolata è pari a 5.03 L/min mentre quella di completa dispersione  $(Q_G)_{CD}$  sia pari a 3.10 L/min. Dai tomogrammi del piano 2 emerge che la turbina opera in condizioni di corretta alimentazione della fase gas fino a 10 L/min, mentre entra nel regime di ingolfamento per valori di portata superiori a 15 L/min, si osservi la presenza, per quel valore di portata di una zona ad alta frazione di gas al centro del reattore.

L'analisi dei dati sperimentali registrati sul piano 1 mostra come alla portata di 10 L/min inizia ad essere presente una zona con elevati valori di hold-up di gas al centro del reattore, mentre se la portata della fase gassosa è inferiore al suddetto valore critico anche nella zona al di sotto della girante il gas viene disperso in modo corretto. Queste osservazioni sono in buon accordo con quanto ricavato utilizzando l'equazione 8.5 che stimava la transizione tra B e C alla portata critica di 3 L/min.

#### 300 rpm

Il valore di  $(Q_G)_F$  ottenuto utilizzando l'equazione 8.3 è pari a 16.98 L/min, ed tomogrammi del piano 2 in figura 8.9, seguono perfettamente questi valori, infatti, a 5L/min la turbina risulta essere nel regime di completa dispersione della fase gassosa, nell'intervallo tra il 10 e 15 L/min si trova nella fase di carico ottimale, mentre si ha il passaggio alla zona di ingolfamento tra i 15 e 20 L/min.

Nel piano 1 il passaggio dalla condizione B a C in figura 8.2 avviene tra i 5 ed i 10 L/min, in accordo con il valore di  $(Q_G)_{CD}$  pari a 6.99 L/min.

### 400 rpm

I valori di  $(Q_G)_F$  calcolato risulta pari a 40.25 L/min mentre quello di  $(Q_G)_{CD}$  risulta pari a 12.42 L/min. Anche in questo caso l'accordo tra il valore teorico e quello sperimentale è molto buono, infatti seguendo l'andamento del piano 2 in figura 8.10, non si notano i gradienti di concentrazioni tipici della condizione di ingolfamento, anzi, la concentrazione della fase gassosa è pressoché omogenea per tutte le portate d'aria, dato che per questo set di analisi la portata di gas  $Q_G$  è sempre minore della portata di gas  $(Q_G)_F$  di ingolfamento.

L'andamento del piano 1, ha anch'esso un ottimo riscontro con i valori teorici previsti, infatti il regime di ingolfamento della turbina avviene tra i 10 ed i 15 L/min.

### 500 rpm

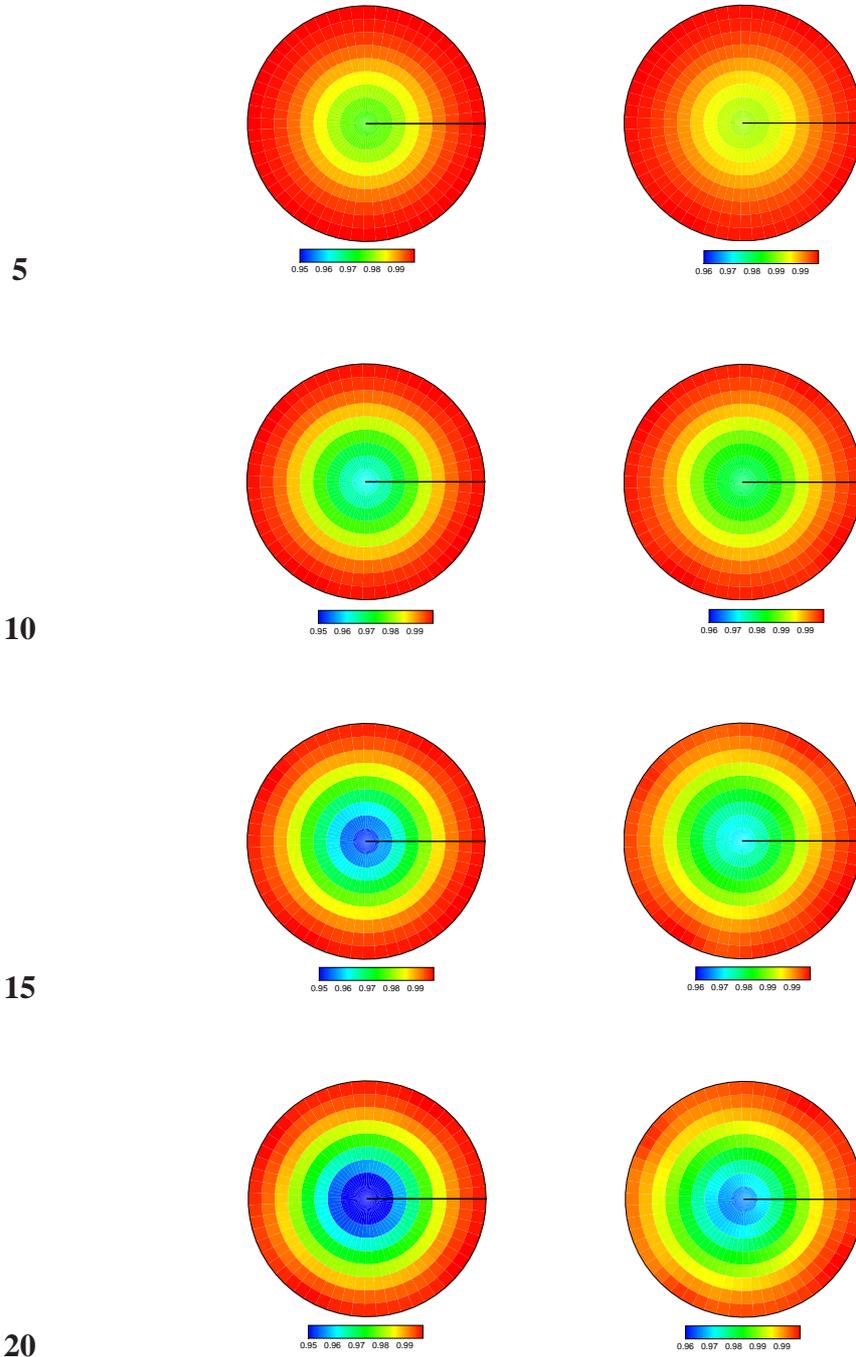
L'andamento del piano 2 riportato in figura 8.11 segue fedelmente l'andamento previsto. Il valore di ingolfamento della girante in questo caso è pari a 78.62 L/min ed è molto maggiore del range di portate da noi utilizzato, quindi la condizione di ingolfamento della girante non è raggiunta.

Nell'andamento del piano 1 si nota chiaramente che per il valore di portata a 20L/min è presente un gradiente di concentrazione molto evidente al centro del reattore. Il valore sperimentale della transizione tra i regimi B e C, riportati in figura 8.2, è in accordo quindi con il valore calcolato utilizzando l'equazione 8.5 che risulta pari a 19.41 L/min.

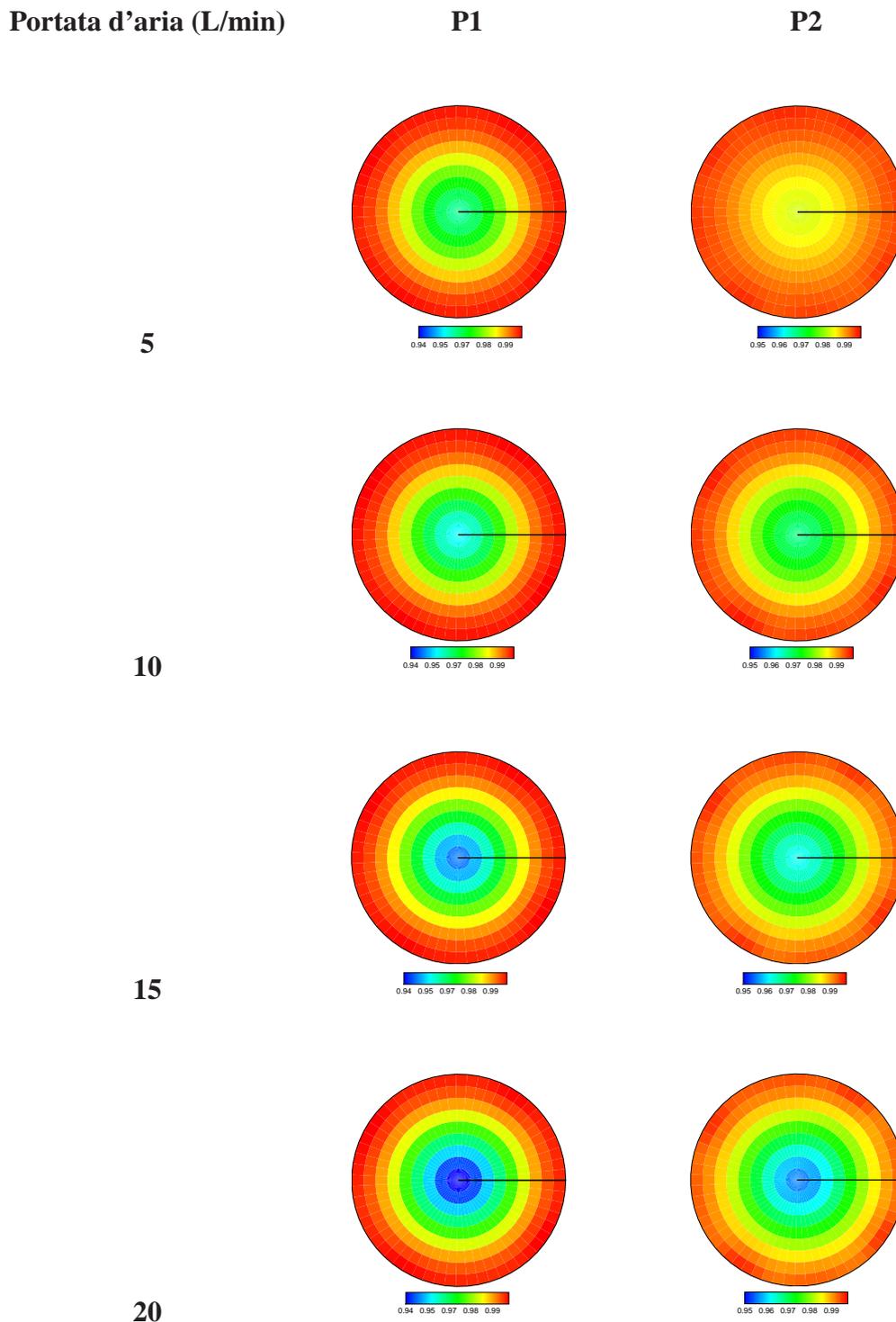
Portata d'aria (L/min)

P1

P2



**Figura 8.7:** Tomogrammi per la girante RUSHTON a 100 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

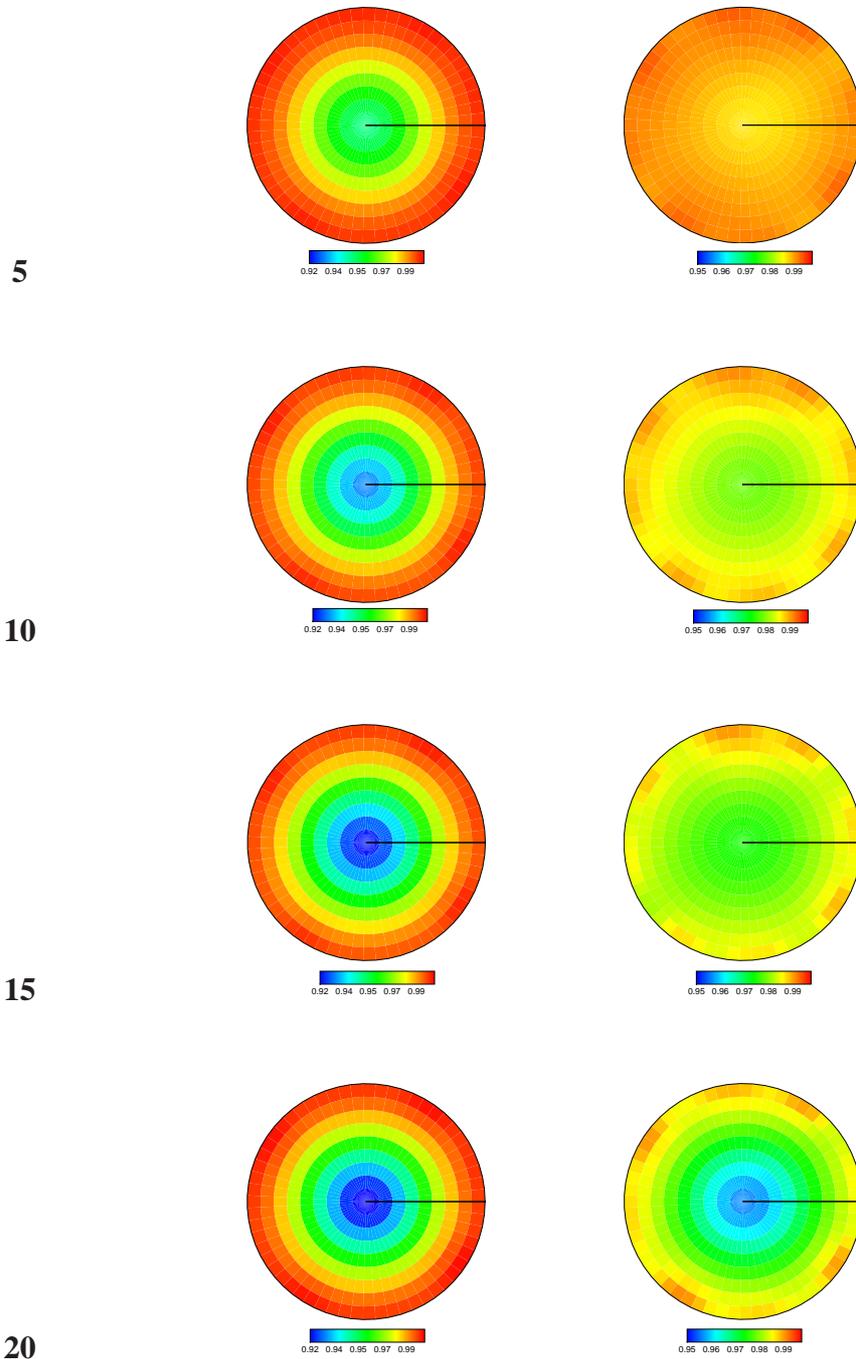


**Figura 8.8:** Tomogrammi per la girante RUSHTON a 200 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

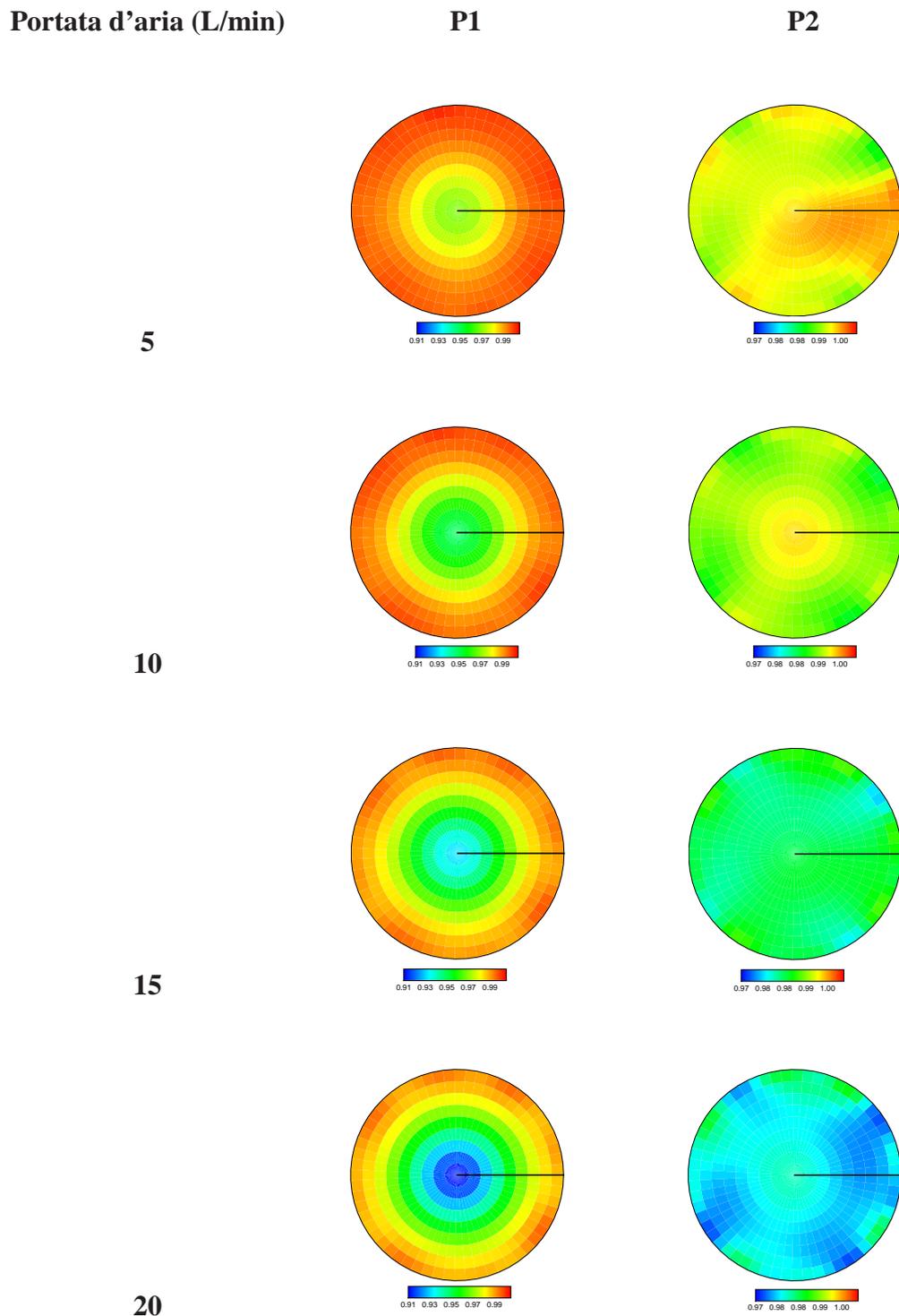
Portata d'aria (L/min)

P1

P2



**Figura 8.9:** Tomogrammi per la girante RUSHTON a 300 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

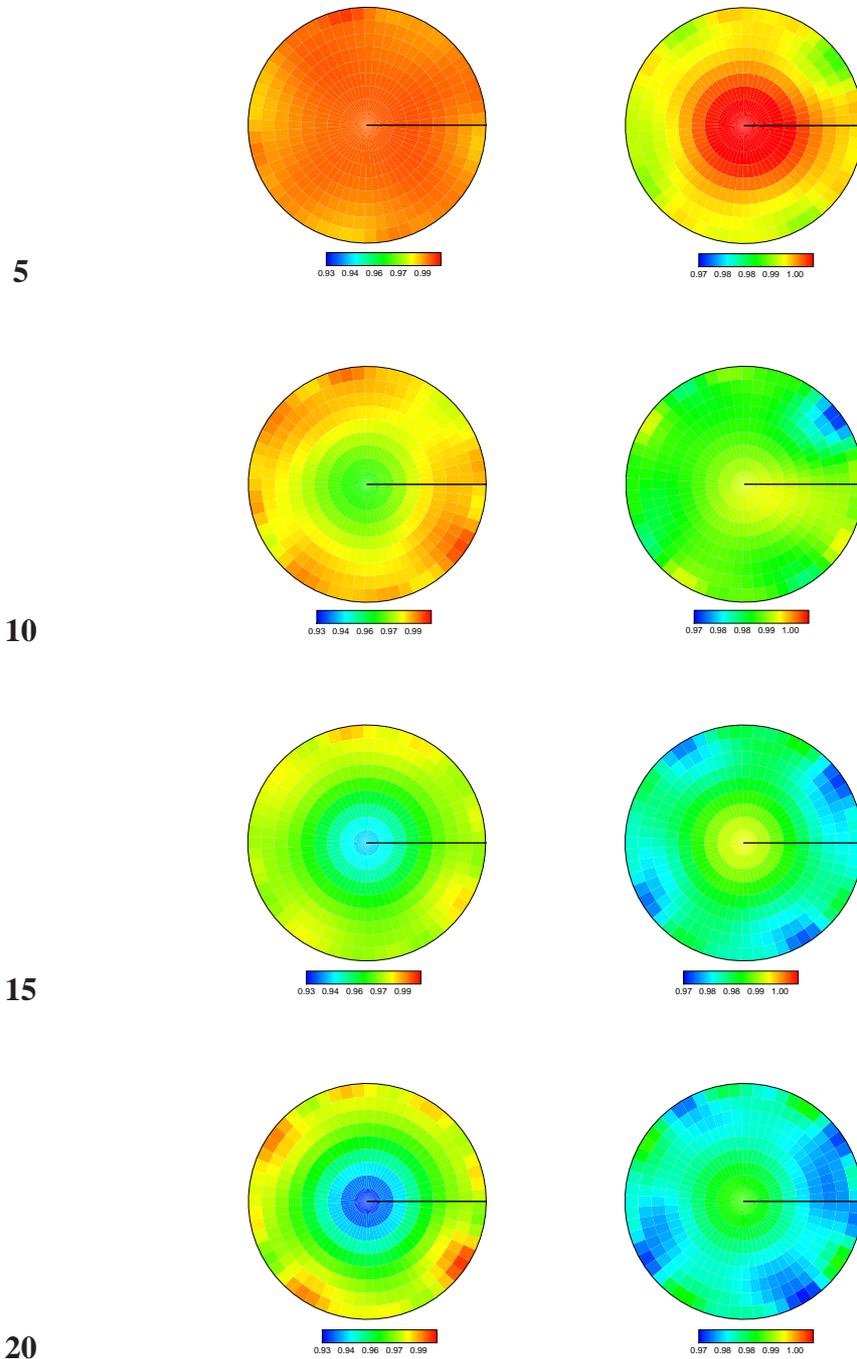


**Figura 8.10:** Tomogrammi per la girante RUSHTON a 400 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

Portata d'aria (L/min)

P1

P2

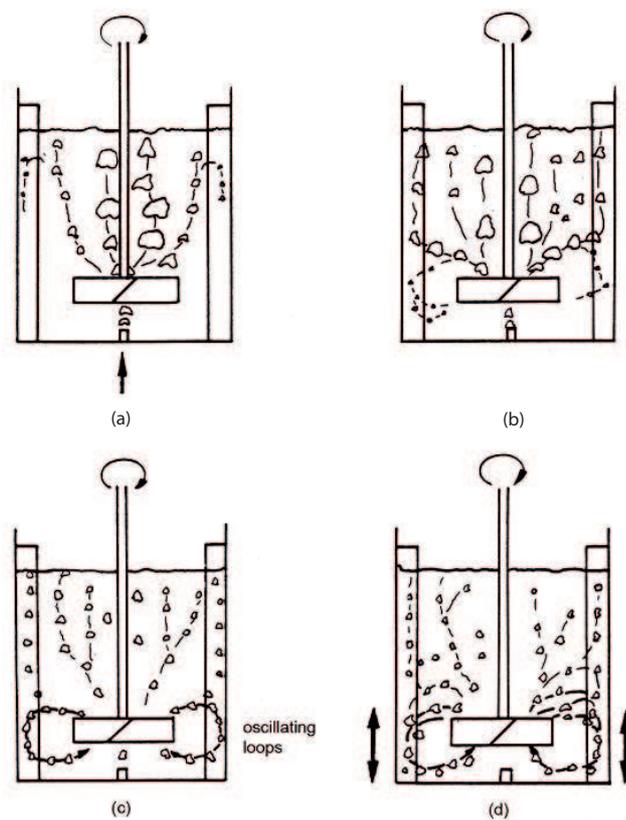


**Figura 8.11:** Tomogrammi per la girante RUSHTON a 500 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

## 8.4 Analisi tomogrammi PBT\_UP

Flusso del gas pompato dalla girante, risulta per questa girante, essere in equicorrente con il flusso della fase liquida. A basso numero di rotazioni della girante, l'azione di pompaggio della girante favorisce l'emersione delle bollicine di gas in superficie. Questo fenomeno fa sì che il reattore si comporti, di fatto, come una colonna a bolle con la girante ingolfata (Fig:8.12a) .

Le componenti radiali della velocità assumono valori significativi ad un alto numero di giri causando una dispersione del gas verso le pareti del reattore prima che inizi la risalita delle bolle verso l'alto (Fig:8.12b).



**Figura 8.12:** Regimi identificabili per la PBT\_UP variando  $N$  (rpm) a parità di  $Q_G$ . Con (a) si ha il regime di ingolfamento della girante; (b) dispersione del gas al di sopra della girante; (c) dispersione del gas anche al di sotto della girante; (d) oscillazioni dei vortici nelle basse regioni del reattore

Un ulteriore aumento del numero di rotazioni per minuto della girante fa sì che le bol-

le si addensino al centro del reattore formando una struttura simile a quella di un vortice che si crea sulla superficie di un liquido in un reattore senza frangi vortice. Nonostante questo movimento vorticoso, la regione posta al di sotto del piano della girante, rimane sostanzialmente priva della frazione di gas dispersa dalla girante stessa.

Alle alte rotazioni della girante, il gas viene disperso anche al di sotto della girante e la fase gassosa segue l'andamento proposto in figura 8.12 (c).

Se la velocità di rotazione viene ulteriormente aumentata, questa induce a sua volta, un aumento della portata di gas ricircolata al di sotto della girante. L'aumento dell'hold-up molto di gas in quella zona, causa l'emergere di una instabilità del flusso analoga a quella proposta in figura 8.12(d).

### **100, 200 e 300 rpm**

I tomogrammi raccolti in figura 8.13 mostrano l'andamento tipico dei valori di hold-up di gas per i bassi regimi di rotazione della girante. Si nota come in tutti i tomogrammi la fase gassosa non sia completamente miscelata nei piani 1 e 2 ma come siano sempre presenti al centro delle aree di colore verdi, a minore conducibilità, dovute alla presenza del gas. Per questo motivo è possibile dire che la girante in questi set di analisi opera nel regime descritto dalla figura 8.12(a). In figura 8.14 i tomogrammi raccolti relativi a  $N = 200$  rpm, seguono lo stesso andamento riscontrato nel caso precedente. Anche in questo set di analisi, la girante opera in condizioni di ingolfamento in quanto il gas non è disperso in modo uniforme nel reattore. Si nota come le differenze tra il piano 1 nel quale viene insufflato il gas ed il piano 2 posto sopra la girante, siano minime. Questo ad ulteriore conferma di come la girante non stia lavorando correttamente. Aumentando ulteriormente a 300 rpm, l'andamento dei tomogrammi non cambia, in quanto non si nota delle differenze sostanziali rispetto al caso precedente.

### **400 rpm**

A 400 rpm invece si raggiunge una velocità radiale della girante tale da garantire una maggiore dispersione del gas nel piano 2. Si nota in figura 8.16 come già per un valore

di portata di 10 L/min il gas non sia più esclusivamente presente al centro, ma di come venga gradualmente disperso verso le pareti del reattore.

A 15 L-min si osserva la comparsa al centro del reattore di una zona di colore blu ad alto valore di hold-up del gas. Questo è un indice di un maggiore hold-up di gas dovuto ad una portata rilevante di gas che viene ricircolato alla turbina e che quindi non raggiunge il pelo libero del liquido. Questo dato evidenzia come, per queste condizioni operative, il regime di flusso sia quello riportato in figura 8.12(c).

E' infatti possibile notare, anche in questo caso, la presenza al centro del reattore di una zona di colore blu, dovuta all'incremento di hold-up del gas a causa del movimento circolare della fase gassosa. La transizione tra questi due regimi in figura 8.12(a) e 8.12(c) è quindi identificabile per valori di portata tra i 10 ed i 15 /min.

### **500 rpm**

Nei tomogrammi relativi alla portata di 5 L/min di gas riportati in figura 8.17 si nota come nel piano 2 la velocità radiale della girante sia sufficiente a garantire una completa dispersione del gas nel piano, ma di come l'hold-up di gas sia molto basso.

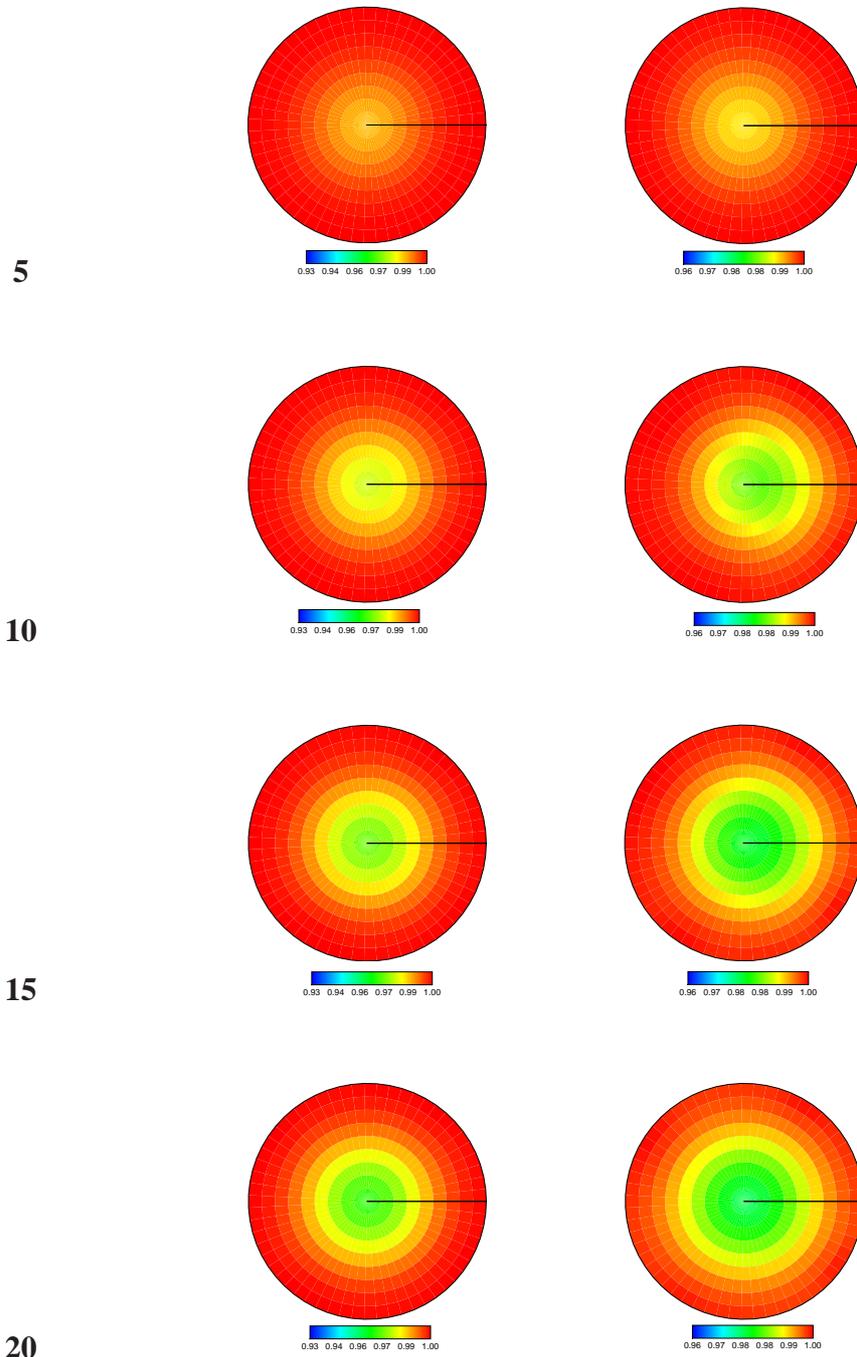
Il confronto fra i tomogrammi registrati sul piano 1, a parità della portata della fase gassosa e della velocità di rotazione, (si confrontino i risultati riportati in figura 8.24 con quelli in figura 8.17, ci permette di evidenziare il diverso valore dell'hold'up di gas presente nel piano 1. Questo è dovuto ad una rilevante ricircolazione del gas al di sotto della turbina, indice dell'instaurarsi del regime (c) indicato dalla figura 8.12.

L'incremento della portata della fase gassosa induce un aumento dell'hold-up medio del gas, come si può riscontrare in figura 8.17, la conducibilità adimensionale media, diminuisce chiaramente passando dai 5 L/min ai 20 L/min.

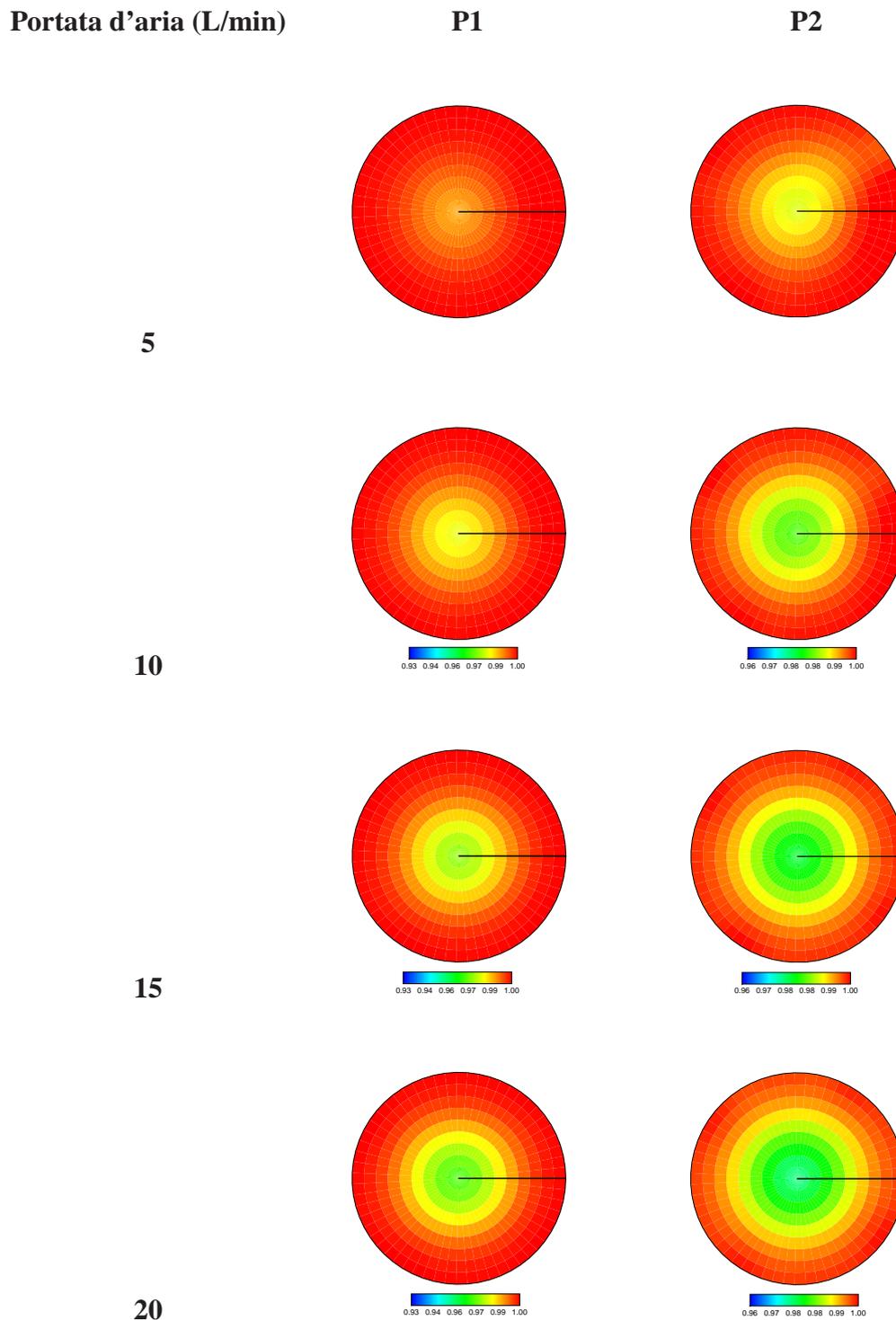
Portata d'aria (L/min)

P1

P2



**Figura 8.13:** Tomogrammi per la girante PBT\_UP a 100 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2



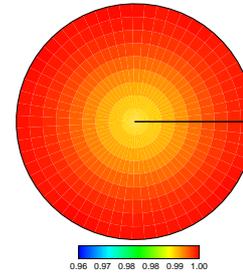
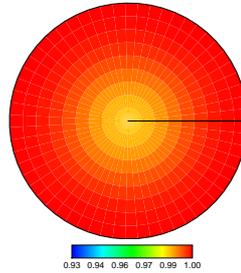
**Figura 8.14:** Tomogrammi per la girante PBT\_UP a 200 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

Portata d'aria (L/min)

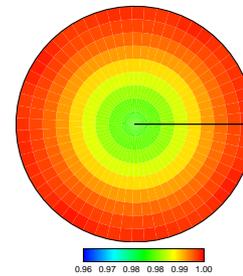
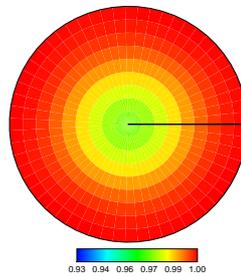
P1

P2

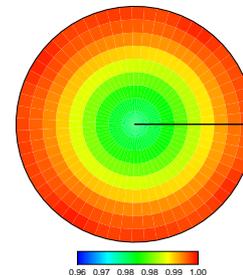
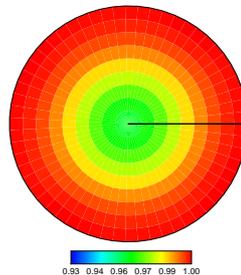
5



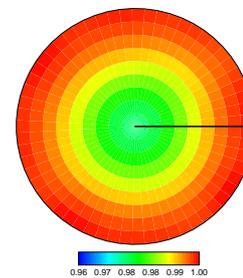
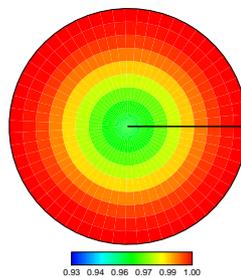
10



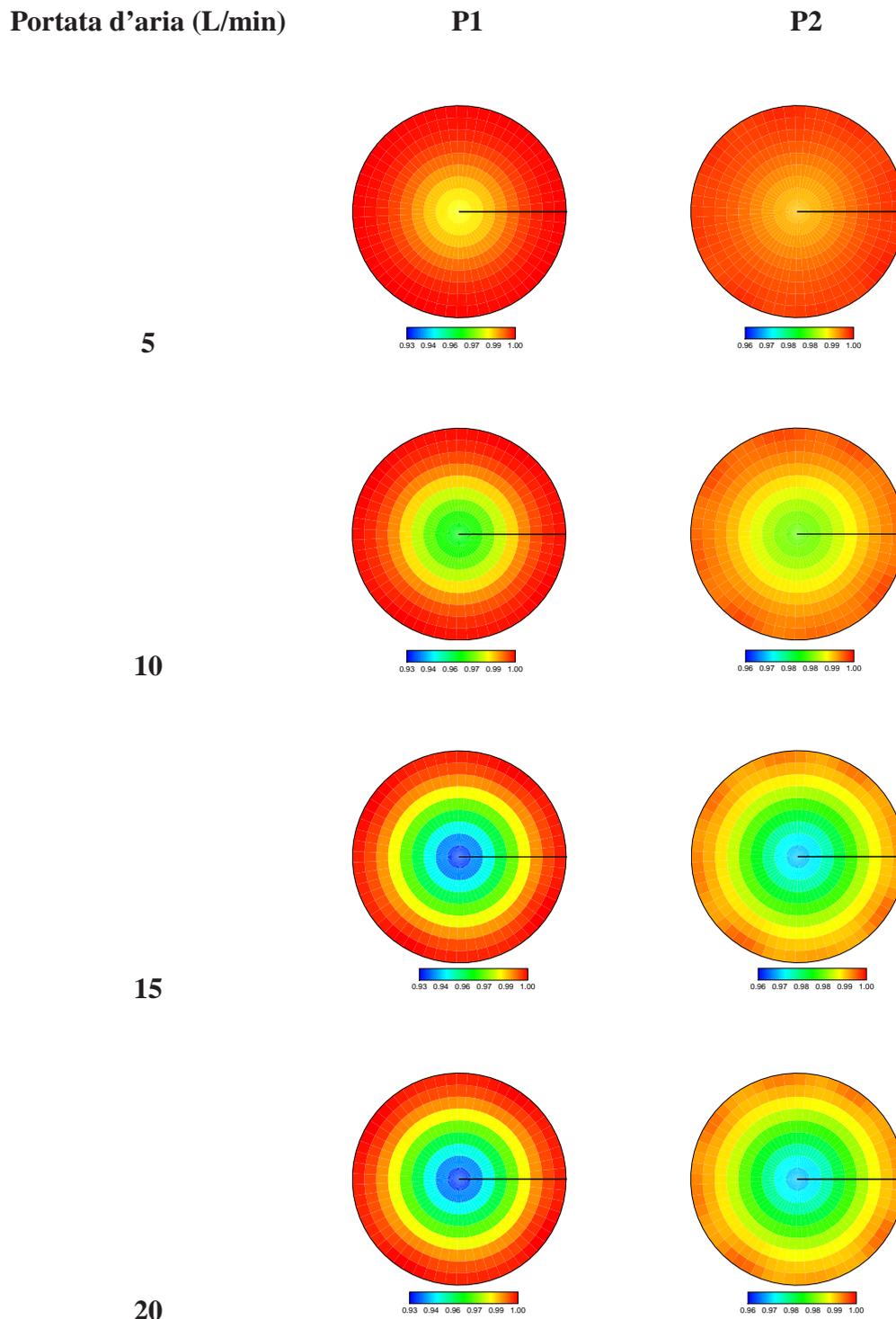
15



20



**Figura 8.15:** Tomogrammi per la girante PBT\_UP a 300 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

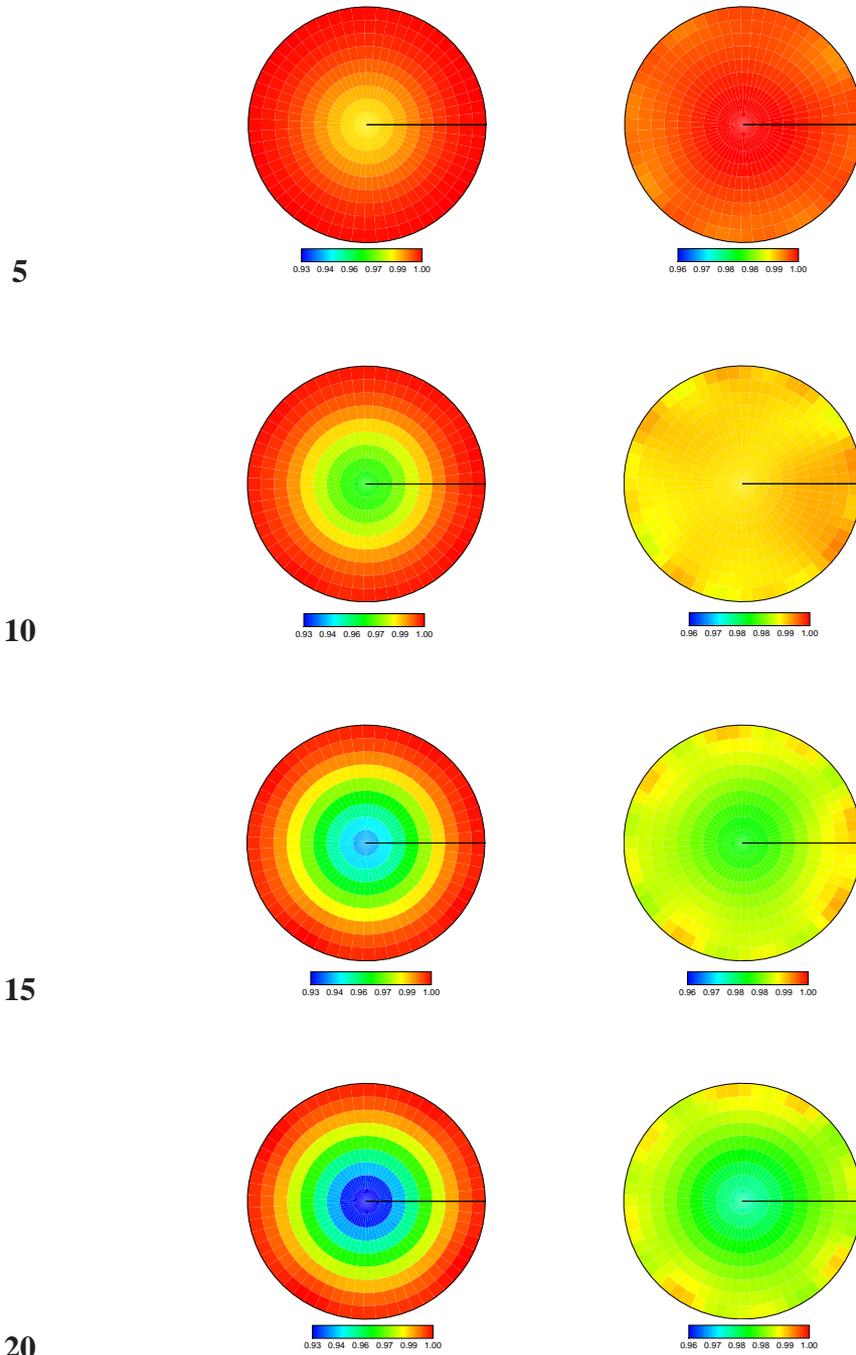


**Figura 8.16:** Tomogrammi per la girante PBT\_UP a 400 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

Portata d'aria (L/min)

P1

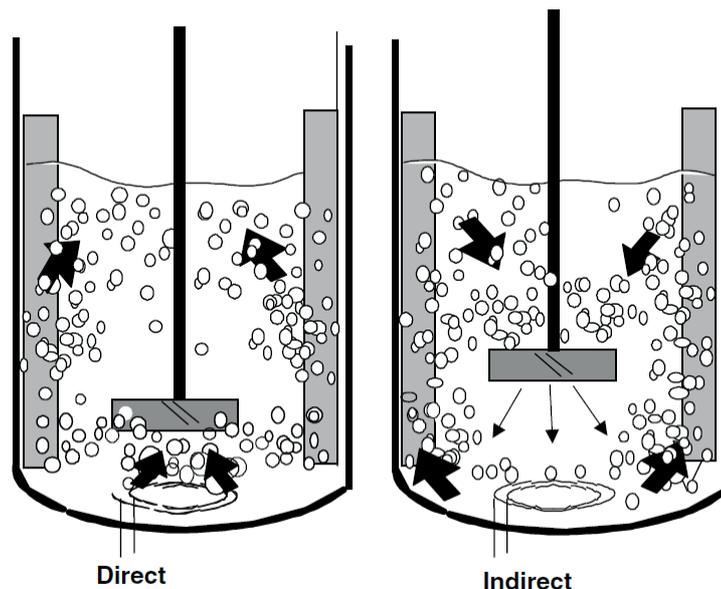
P2



**Figura 8.17:** Tomogrammi per la girante PBT\_UP a 500 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

## 8.5 Analisi tomogrammi A310

Le turbine che inducono un moto assiale nella modalità di down-pumping possono generare due regimi caratteristici riportati in figura 8.18: quello di carico diretto e quello di carico indiretto della fase da miscelare. Per piccole portate di gas e ad alte velocità di rotazione della girante il flusso del liquido, rivolto verso il fondo del reattore, è dominante. L'eventuale ricircolo di gas alla girante può quindi avvenire dalle sezioni poste al di sopra della girante stessa, andando a definire il regime di carico indiretto (*indirect loading*). Se, invece, la tendenza del gas ad emergere in superficie è maggiore rispetto alla componente di trascinamento verso il basso, dovuta al moto del fluido, si ha che il gas carica direttamente la girante dal basso verso l'alto.



**Figura 8.18:** Regimi di carico diretto ed indiretto per turbine a profilo assiale in modalità di down-pumping

E' sconsigliabile operare in prossimità della transizione tra il regime di carico diretto della girante e quello di carico indiretto, in quanto il sistema è intrinsecamente instabile e questo può causare dei problemi meccanici al motore della girante.

Le analisi condotte sulla girante A310 nei regimi di portata  $Q_G$  tra i 5 ed i 20 L/min nell'intervallo tra i 100 ed i 500 giri al minuto, ha permesso di individuare i due regimi

descritti in precedenza e la transizione tra la fase di carico diretto a quella di carico indiretto. Il criterio utilizzato per identificare i due regimi è stato come per la girante Rushton analizzata in questo capitolo, la presenza nel piano 2 posto sopra la girante, di una zona ad alto valore di hold-up di gas al centro del reattore. Da quanto detto in precedenza, emerge chiaramente come dall'analisi del valore locale di conducibilità nel piano 2 si possano ottenere le informazioni necessarie a stabilire in quale regime la girante stia operando. Infatti, a basse portate di gas si nota come i valori di hold-up di gas, al centro del reattore, siano bassi e quindi siano presenti delle zone di colore verde.

### **100 rpm**

Si può quindi affermare che nei tomogrammi riportati nelle figure 8.19, la girante operi in condizioni di carico diretto del gas, in quanto nel piano 2 la fase gassosa è essenzialmente localizzata al centro del reattore, con la zona esterna caratterizzata dalla presenza della sola fase liquida.

Si noti inoltre come all'aumentare della portata di gas, la zona di colore verde, caratterizzata da hold-up di gas rilevante, si estenda verso le pareti del reattore, anche se la concentrazione del gas non è uniformemente distribuita.

Per quanto riguarda il piano 1 posto al di sotto della girante, si può apprezzare come all'aumentare della portata di gas, la zona al centro del reattore assuma dei valori di concentrazione sempre più alti fino alla comparsa per il valore di portata 20 L/min di una zona di colore verde.

### **200 rpm**

Il discorso fatto per il set di misure raccolte a 100 rpm, può essere esteso anche ai 200 giri al minuto. Infatti, anche questo valore della velocità di rotazione della girante non è sufficiente a disperdere il gas uniformemente sul piano P2. E' ovviamente possibile notare come la zona verde dovuta alla presenza del gas, sia più estesa rispetto ai 100 rpm a parità di portata del gas.

### 300 rpm

Il set di misure a 300 rpm presenta un andamento diverso rispetto a quelli analizzati in precedenza. Per i valori di portata a 15 e 20 L/min è possibile notare nei tomogrammi in figura 8.21, la presenza al centro del reattore nel piano P2 di una zona caratterizzata da hold-up di gas maggiore rispetto al caso precedente. Anche i dati registrati sul piano P1 mostrano una rilevante riduzione dei valori di conducibilità media, rispetto al caso a  $N = 200$  rpm.

### 400 rpm

I tomogrammi raccolti in figura 8.22 confermano come la girante operi in condizioni di carico indiretto per  $N = 400$  rpm. In questo caso, il gas viene disperso su tutto il piano del reattore già alla portata di 10 L/min, come testimoniato dalla presenza di zone a basso valore di conducibilità di colore giallo in prossimità delle pareti del reattore. A differenza dei tomogrammi raccolti per il p1 a 300 rpm (Fig:8.21), si nota come delle zone blu appaiano nei tomogrammi a 15 e 20 L/min a 400 rpm.

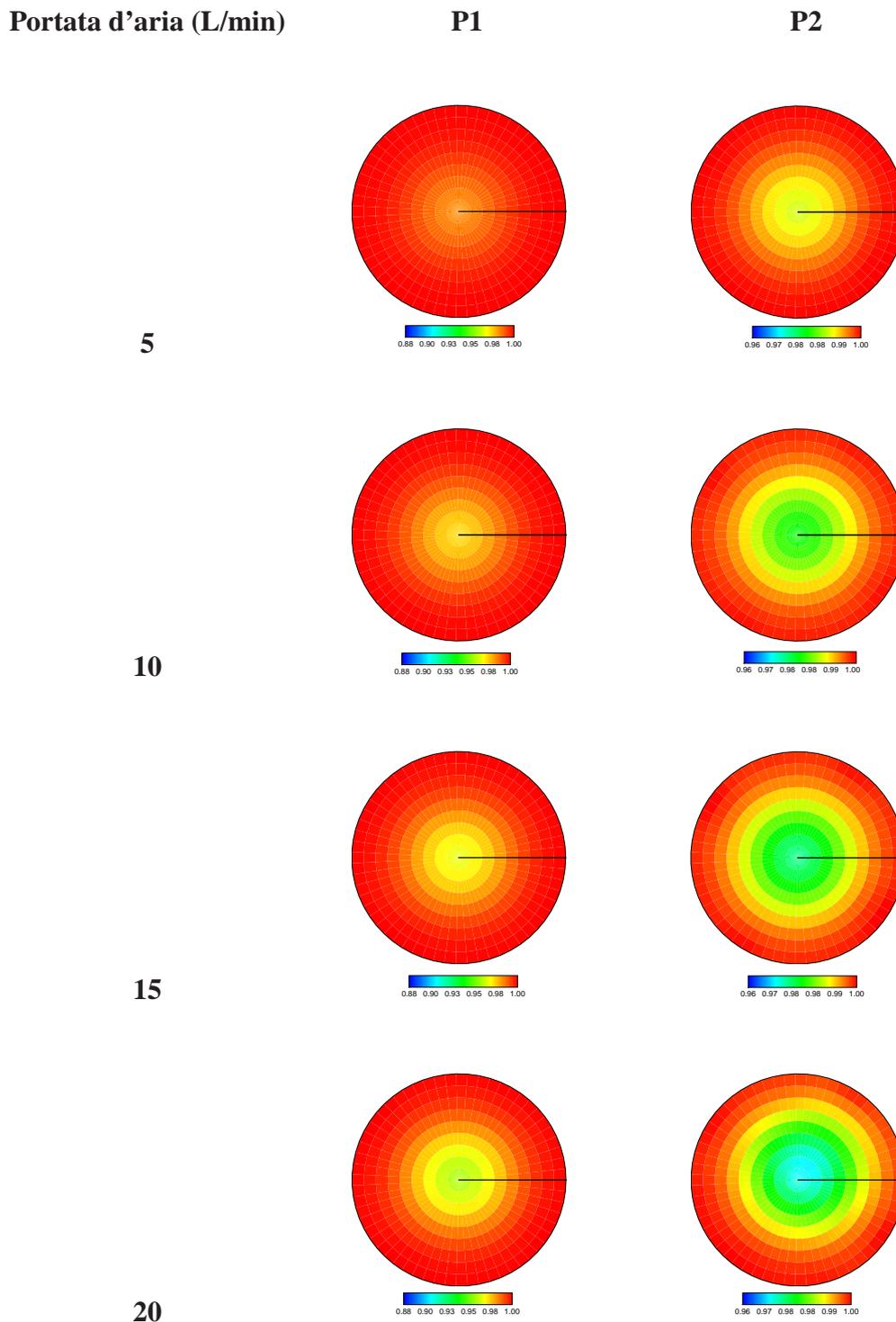
L'incremento del numero da 300 a 400 giri al minuto della girante fa sì che la quantità della fase gassosa risucchiata verso il basso sia maggiore di quella del caso precedente andando a determinare un incremento del valore di hold-up del gas nel centro del reattore.

### 500 rpm

I dati registrati per  $N = 500$  rpm, mostrano come la girante riesca a disperdere correttamente la fase gassosa, sono infatti assenti o estremamente ridotte, le zone di colore rosso indice della presenza della sola fase liquida. L'andamento registrato nel piano 2 mostra come la quantità di gas che viene risucchiata dalla girante a 500 rpm aumenti all'aumentare della portata del gas. Infatti, i gradienti di concentrazione aumentano tra i 10 ed i 20 L/min, fino ad arrivare alla presenza di due aree distinte per le portate a 15 e 20 L/min. In questi due casi è possibile identificare una zona verde a basso valore di

conducibilità dovuta alla fase gassosa perfettamente miscelata ed una seconda, a valore molto maggiore, di colore blu, dovuta al gas risucchiato verso il basso dalla girante.

Per la velocità di rotazione a 500 rpm è possibile concludere che il regime di flusso sia quello a carico indiretto del gas mostrato nella figura 8.18(b).

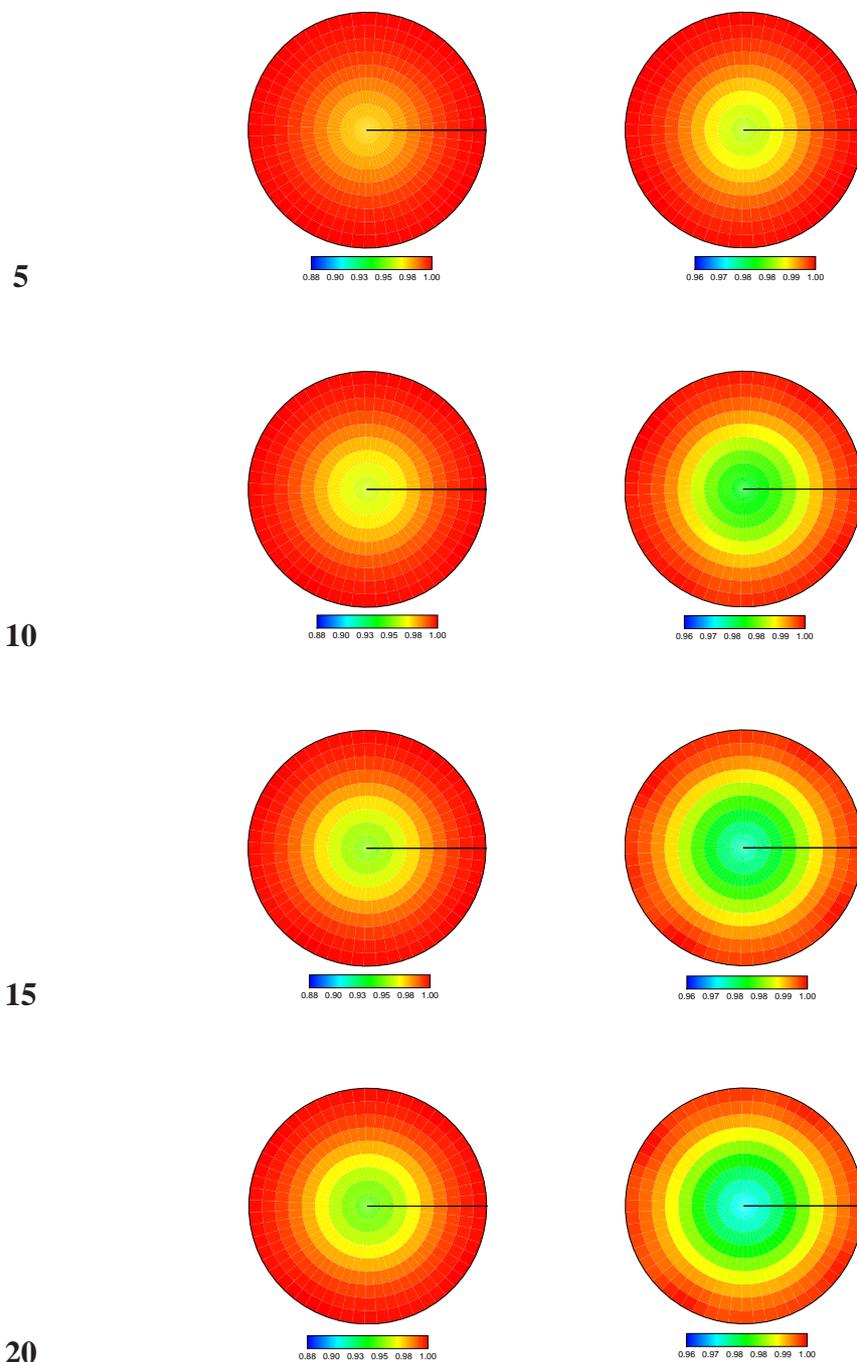


**Figura 8.19:** Tomogrammi per la girante A310 a 100 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

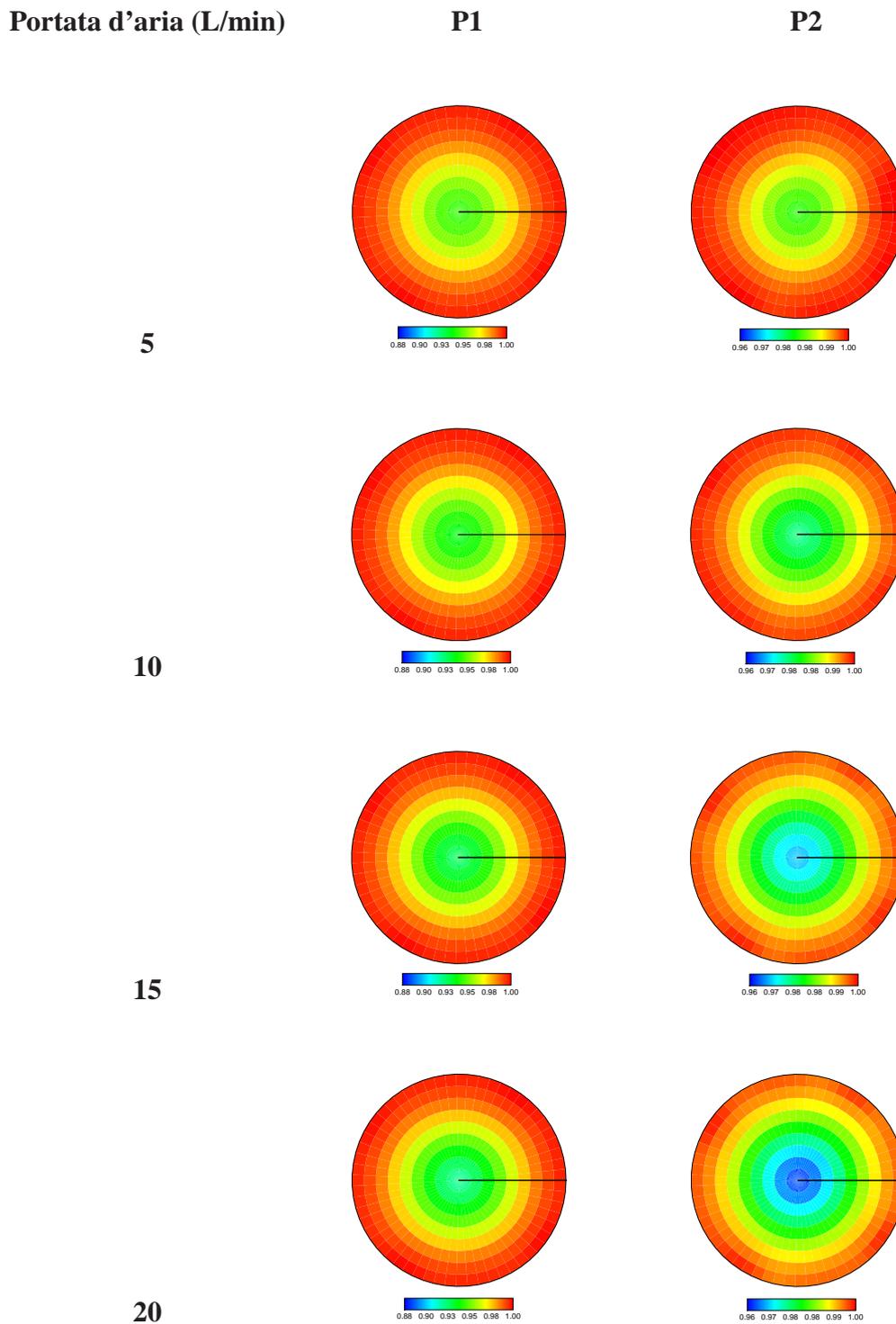
Portata d'aria (L/min)

P1

P2



**Figura 8.20:** Tomogrammi per la girante A310 a 200 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2



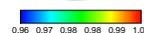
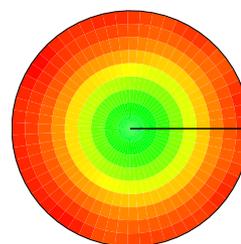
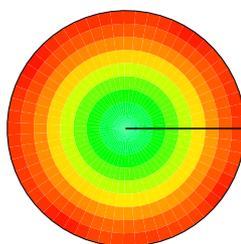
**Figura 8.21:** Tomogrammi per la girante A310 a 300 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

Portata d'aria (L/min)

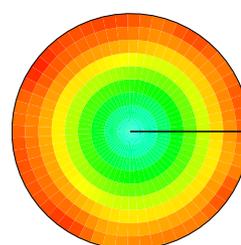
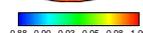
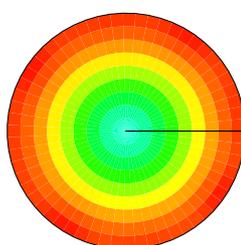
P1

P2

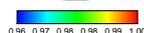
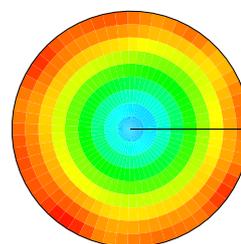
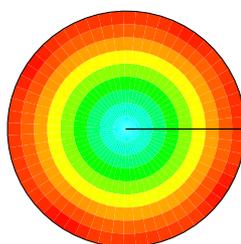
5



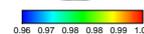
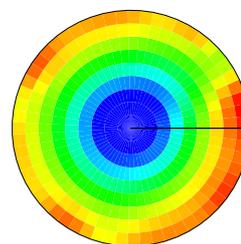
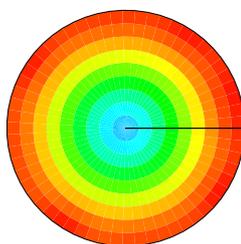
10



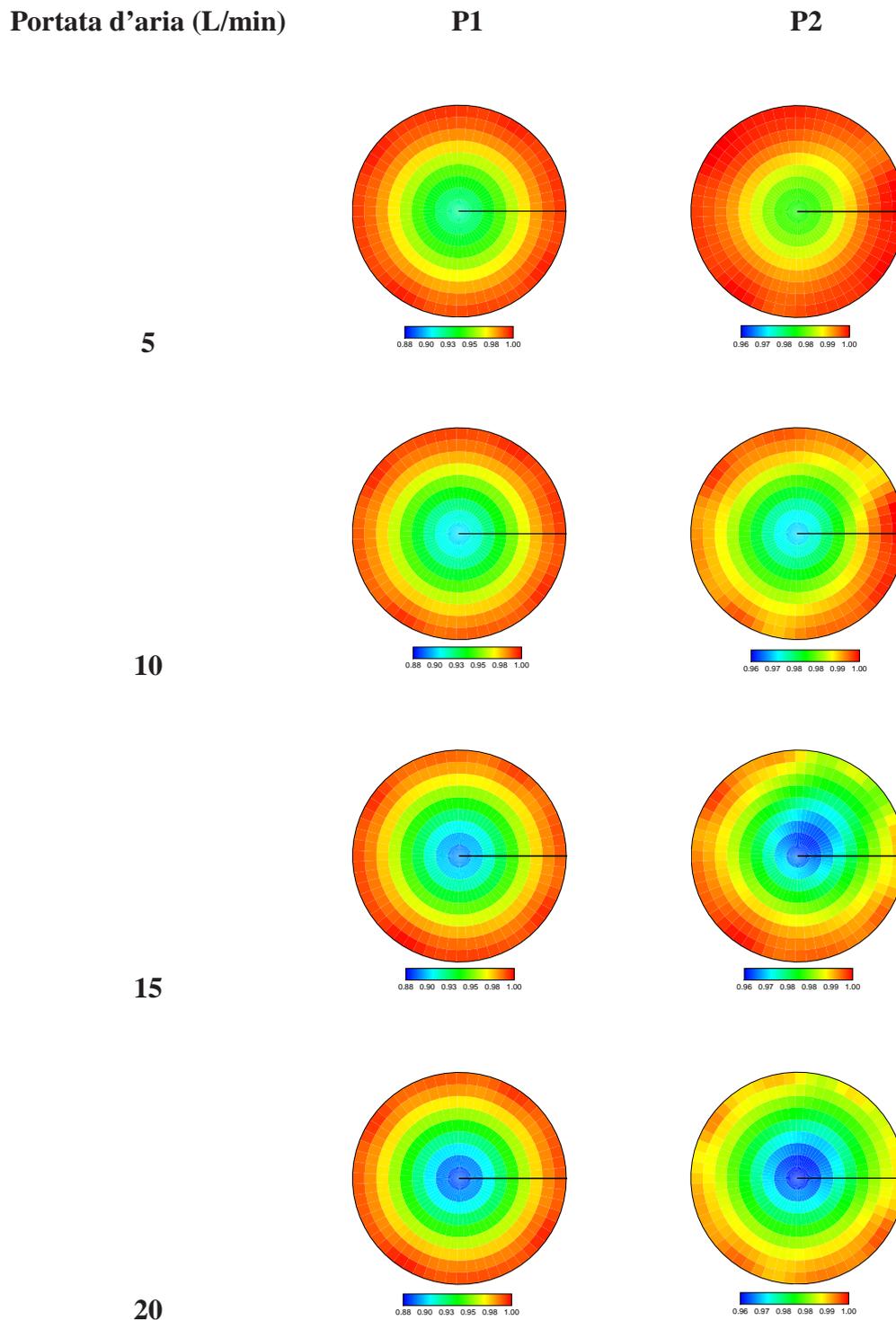
15



20



**Figura 8.22:** Tomogrammi per la girante A310 a 400 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2



**Figura 8.23:** Tomogrammi per la girante A310 a 500 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

## 8.6 Analisi tomogrammi PBT\_DOWN

La girante PBT\_DOWN possiede anch'essa un profilo assiale analogo alla turbina A310. Si possono, quindi, applicare le stesse considerazioni fatte in precedenza sui regimi possibili per questo tipo di turbine, si faccia quindi riferimento alle figure Fig:8.18(a) e (b) per la classificazione dei regimi.

### 100 rpm

I tomogrammi riportati in figura 8.24 mostrano come la turbina PBT operi in regime di alimentazione diretta, in quanto al di sotto della girante in prossimità della parete si ha la presenza della sola fase liquida, zona caratterizzata dal colore rosso. La miscelazione del gas nel piano 1 è praticamente assente in quanto le aree di colore giallo al centro del reattore sono dovute al gas insufflato tramite il distributore.

### 200 rpm

A 200 rpm si nota come nel piano 1 il valore di hold-up della fase gassosa sia maggiore rispetto a quella per il piano 1 a 100 rpm. Anche in questo caso però la girante opera nel regime di carico diretto della fase gassosa e quest'ultima non viene dispersa in modo omogeneo all'interno del reattore (Fig:8.25).

### 300 rpm

Nei tomogrammi in figura 8.26, è possibile notare la transizione dal regime a carico diretto a quello a carico indiretto. Infatti, dal confronto delle conducibilità adimensionizzate registrate nei due piani, emerge come l'hold-up della fase gassosa sia maggiore nel piano 2 rispetto a quella misurata sul piano 1 a causa del moto verso il basso impresso al fluido dalla girante.

### 400 rpm

Per  $N$  pari a 400 rpm, il regime di flusso appare essere quello caratterizzato dal carico diretto della turbina. Dal confronto dei tomogrammi riportati in figura 8.27 e 8.25 è facilmente osservabile che il gas, sul piano inferiore alla girante, per  $N = 400$  rpm, è presente anche in prossimità della parete mentre per  $N = 200$  rpm in prossimità della parete è presente la sola fase liquida.

La presenza di zone ad alto valore di hold-up della fase gassosa al centro del reattore per i piani p1 in figura 8.27, è indice della presenza di rilevanti moti convettivi all'interno del reattore che ricircolano grandi quantitativi di gas alla turbina facendo aumentare l'hold-up e di gas registrato sul piano P1.

L'andamento registrato al piano 2, indica come la fase gassosa sia ben miscelata ma come quest'ultima non sia completamente dispersa su tutta la sezione analizzata. Infatti, è possibile ravvisare in prossimità delle pareti, alcune zone a conducibilità unitaria dovute alla presenza del solo liquido.

### 500 rpm

Alla massima velocità di rotazione della girante scelta per questo tipo di analisi, si nota come in questo caso, il regime sia quello a carico indiretto.

L'andamento del piano p2 in figura 8.28 mostra come la fase gassosa venga ben dispersa fino alle pareti del reattore.

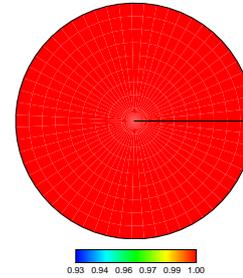
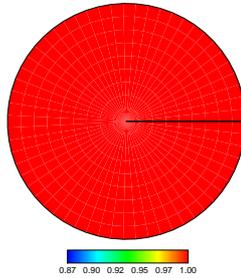
Per il piano P1 si nota come già al valore di portata di 5 L/min, la fase gassosa venga spinta verso il basso dai moti convettivi. Nonostante l'elevato numero di rotazioni al minuto, la girante non è però in grado di distribuire la fase gassosa in modo uniforme sul fondo del reattore.

Portata d'aria (L/min)

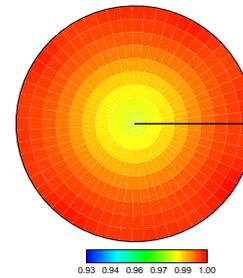
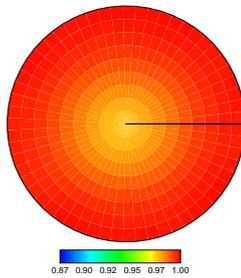
P1

P2

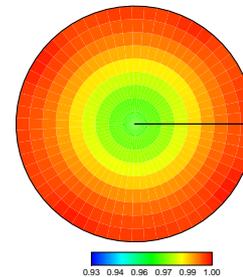
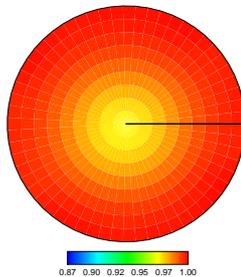
5



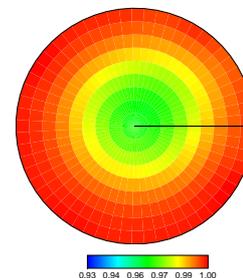
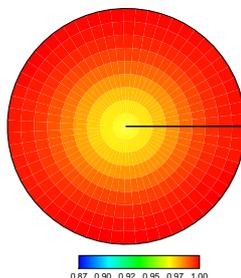
10



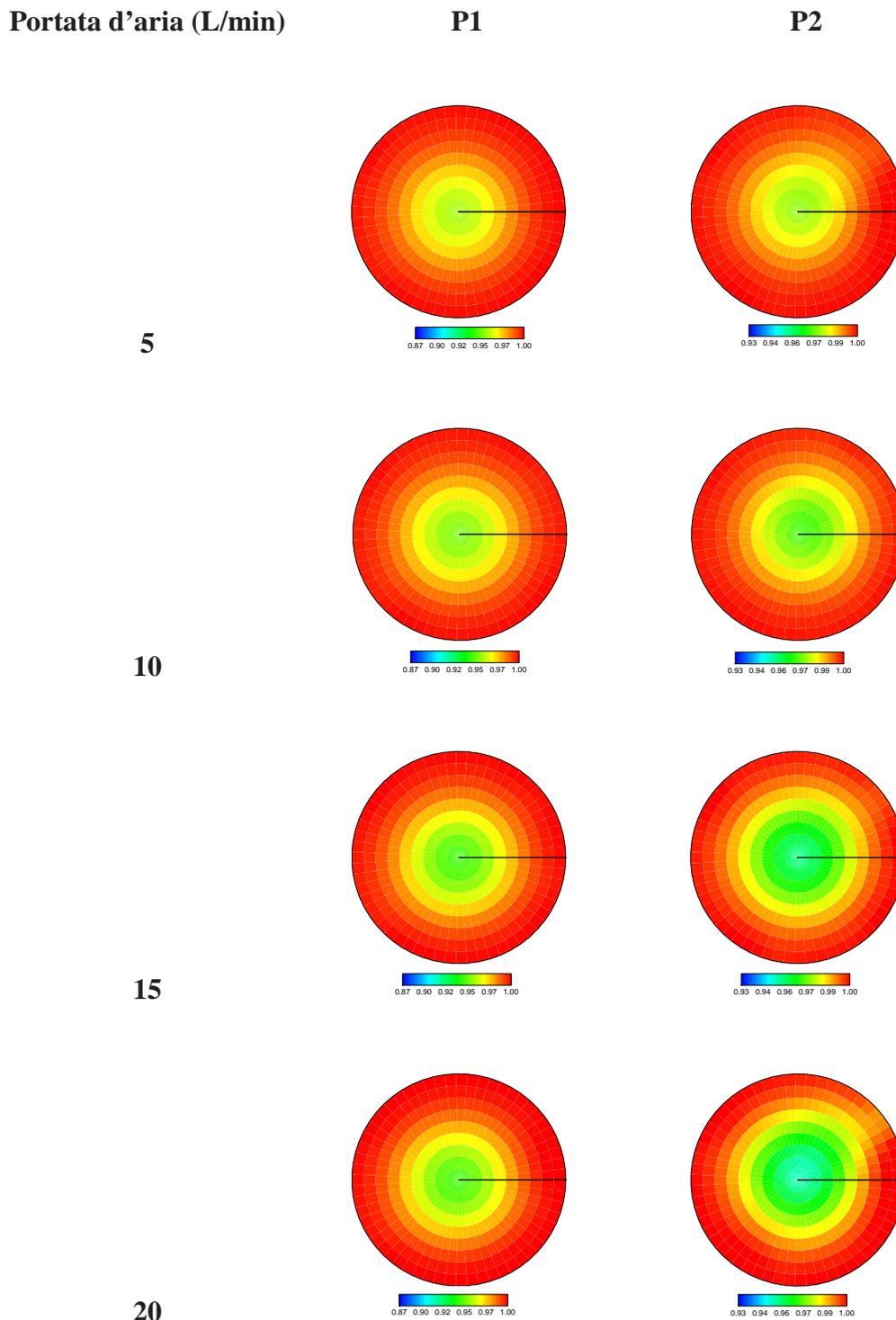
15



20



**Figura 8.24:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN a 100 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

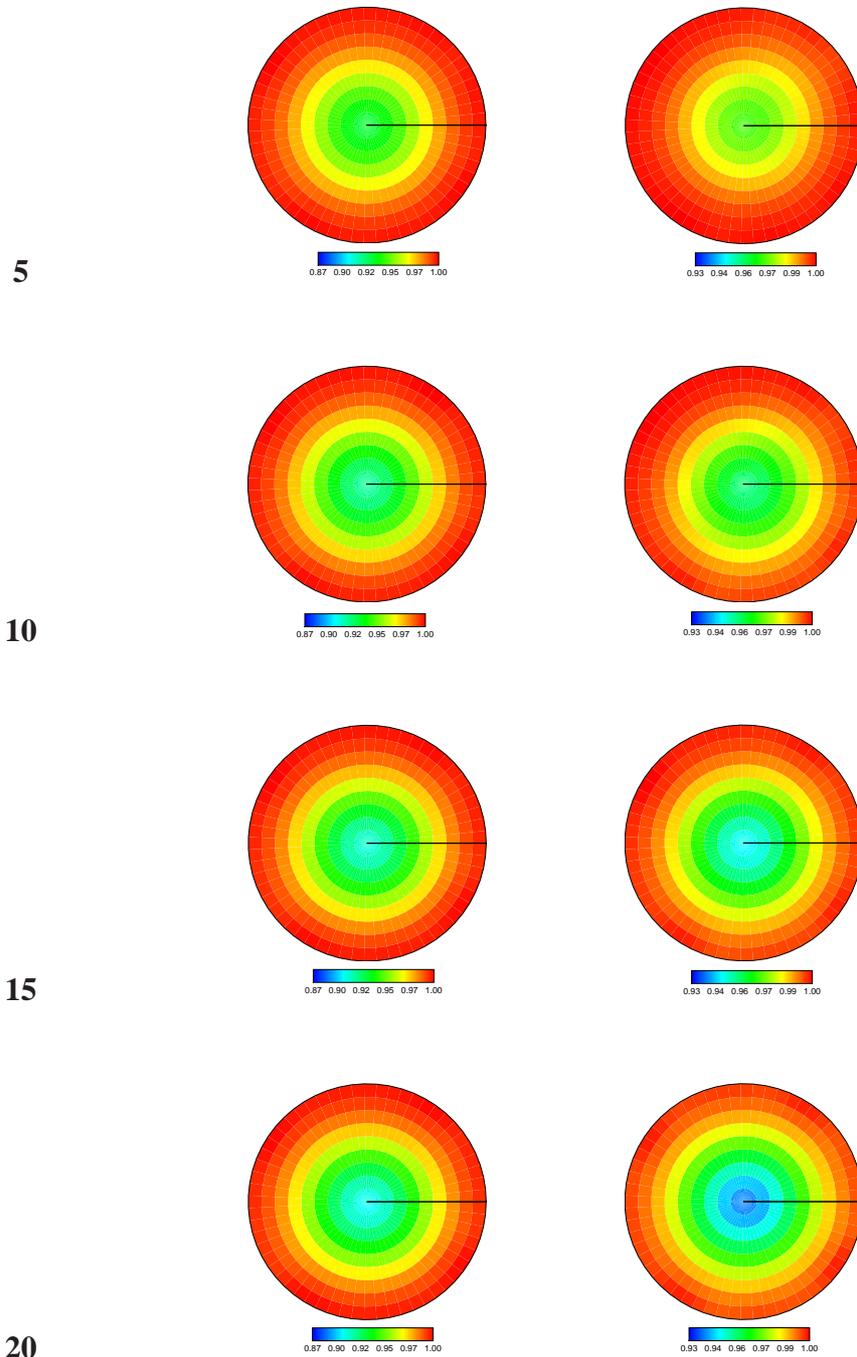


**Figura 8.25:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN a 200 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

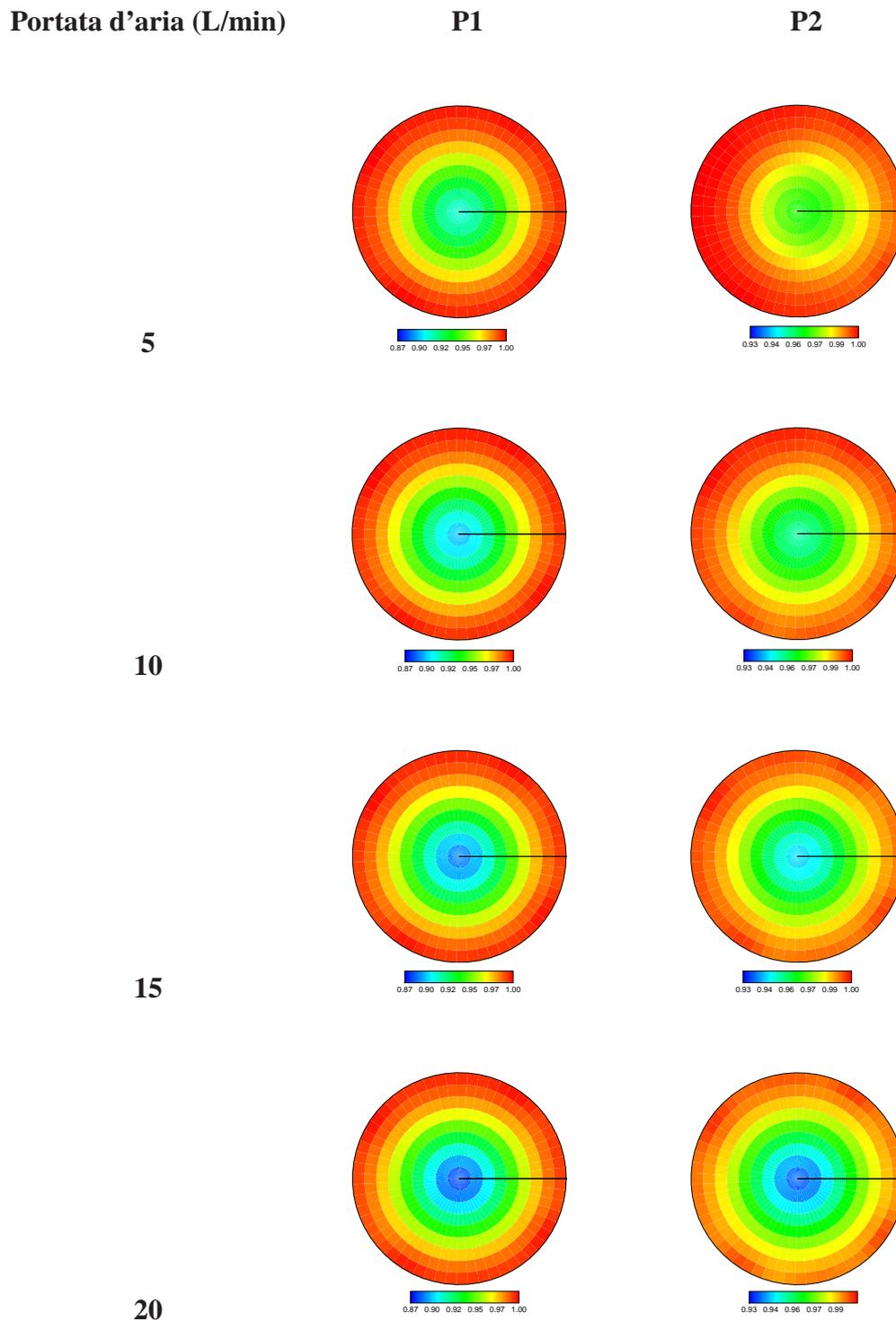
Portata d'aria (L/min)

P1

P2



**Figura 8.26:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN a 300 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2



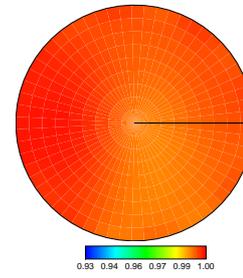
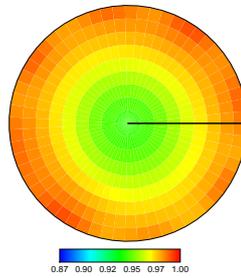
**Figura 8.27:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN a 400 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

Portata d'aria (L/min)

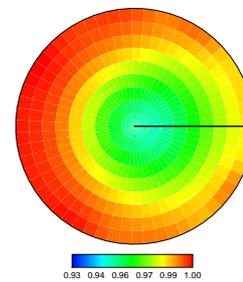
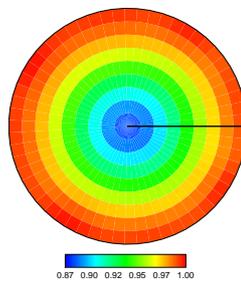
P1

P2

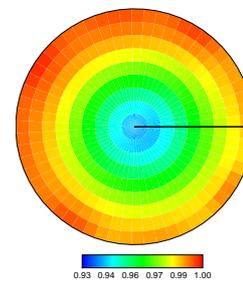
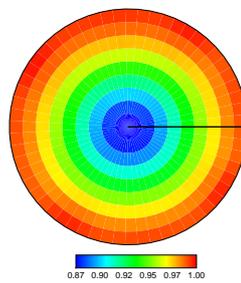
5



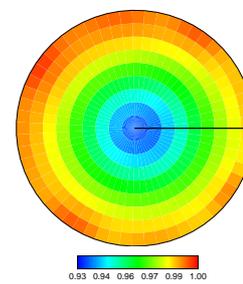
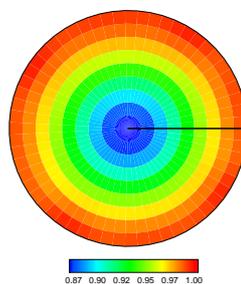
10



15



20



**Figura 8.28:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN a 500 rpm alle diverse portate d'aria per i piani P1 e P2

## **Capitolo 9**

# **Analisi Tempi di Miscelazione di un Sistema Monofase**

Obiettivo di questo capitolo è quello di valutare il tempo necessario per ottenere la completa miscelazione di una soluzione salina satura in un reattore agitato meccanicamente. La miscelazione di fasi completamente miscibili tra loro è un processo estremamente rapido nei reattori agitati, per questo motivo, le informazioni circa le variazioni di conducibilità all'interno del reattore devono essere raccolte il più velocemente possibile. La tecnica della tomografia a resistenza elettrica, permette agevolmente di seguire operazioni di questo tipo, in quanto è in grado di raccogliere fino a 20 misure indipendenti al secondo per un singolo piano di analisi. Nel nostro caso, viste le caratteristiche tecniche del reattore e del sistema d'analisi in nostro possesso, sono stati utilizzati i settaggi sperimentali riportati in tabella 9.1.

Parametri Analisi Sistema Monofase	
Intervallo campionamento (ms)	10
Number of frames	600
Piani utilizzati	2
Elettrodi per piano	16
Campioni per frame	4
Frames per download	600
Corrente iniettata (mA)	15
Frequenza corrente (kHz)	9.6
Sale disciolto (g)	1.1
Cicli di delay	2
Velocità girante (rpm)	100, 200, 300, 400, 500

**Tabella 9.1:** Parametri strumentali utilizzati per le analisi del sistema monofase

## 9.1 Scelta dei parametri strumentali

Il campionamento effettuato ogni 10 *ms*, con 2 cicli di delay tra una misura e l'altra ha permesso di ottenere una velocità di 6.58 frames al secondo.

Per le acquisizioni riportate in questo paragrafo si è utilizzata una quantità di sale pari a 1.1 g, disciolta negli 11 L d'acqua demineralizzata. Questo valore è di poco maggiore rispetto a quello utilizzato nelle prove per il gas liquido (0.8 g) riportato nel capitolo 7.3. E' stato infatti necessario garantire un valore di conducibilità di fondo maggiore in modo da poter selezionare sul DAS il più alto range di amperaggio per la corrente iniettata nel reattore.

La base teorica sulla quale si basano tutte le misure eseguite con la tomografia a resistenza elettrica, è sulla legge di Ohm 9.1:

$$V = IR \quad (9.1)$$

che esprime la relazione che intercorre tra corrente, tensione e resistenza. Dalla seconda legge di Ohm 9.2

$$R = \frac{\rho l}{S} \quad (9.2)$$

è possibile calcolare la resistenza di un materiale al passaggio di corrente in base alle

sue dimensioni e alla sua sezione, in cui  $\rho$  è la resistività del materiale.

Andando ad iniettare la soluzione salina all'interno del reattore, si va ad aumentare la conducibilità elettrica del sistema e, quindi, a diminuirne la resistività. Il DAS applica un potenziale costante agli elettrodi posti a diretto contatto con il fluido di processo, quindi una diminuzione della resistività del mezzo nel quale sono immersi, causa un aumento dell'ampereaggio della corrente richiesto per mantenere valida la prima legge di Ohm.

Poiché gli amperaggi selezionabili sullo strumento sono divisi in 3 range da 0-1.5, 1.5-15, 15-75 mA in 256 step come spiegato nel capitolo 6.3, è stato necessario selezionare il range da 15-75 mA per fare in modo che la risposta dello strumento non andasse fuori scala e tagliasse tutti i valori di resistività associati ad un amperaggio maggiore di 75 mA.

Per queste ragioni, è stata introdotta una quantità di sale pari a 1.1 g in modo da garantire una conducibilità di background pari a circa 15mA.

## 9.2 Configurazione reattore

Lo sparger della soluzione salina è stato appositamente costruito cercando di non andare a variare la fluidodinamica all'interno del reattore. Per questo motivo si è scelto di utilizzare un tubo in rame dal diametro esterno di 3 mm a disposizione del laboratorio e di posizionarlo nel centro del reattore nelle vicinanze dello sparger del gas.

Questa configurazione è risultata essere la meno invasiva e ha consentito di iniettare la soluzione salina direttamente al centro del reattore e al di sopra del distributore del gas. E' stato così possibile seguire la miscelazione della soluzione salina in funzione sia della portata di gas che del numero di giri della girante.

## 9.3 Dati Sperimentali del Sistema Monofase

Come descritto in precedenza, il range di valori di conducibilità gestiti dal DAS ha dei limiti ben precisi, dovuti al valore massimo dell'ampereaggio gestito dallo strumento.

Si è cercato di capire quante iniezioni di sale fosse possibile effettuare nello stesso vo-

lume d'acqua, prima di dover scaricare completamente il reattore, lavarlo e caricarlo nuovamente con acqua demineralizzata.

Una iniezione da 2.5 ml di una soluzione satura di NaCl in un volume di acqua demineralizzata pari a circa 11 L, provoca una variazione della conducibilità registrata per ogni piano di circa il 150%-200%. Lo strumento garantisce un range compreso tra 15mA e 75 mA, quindi sono state effettuate due iniezioni della soluzione salina all'interno del reattore e sono stati confrontati i tempi di miscelazione in modo da capire quale fosse la riproducibilità delle analisi e la risposta dello strumento alla seconda iniezione. Le prove di riproducibilità sono state effettuate utilizzando tutte le giranti a nostra disposizione ed utilizzando gli stessi range di rotazioni per minuto (100-500 rpm) e di portate d'aria utilizzati nello studio del sistema gas-liquido (5-20 L/min).

La figura 9.1 mostra l'andamento tipico della resistività durante il corso dell'analisi per i piani 1 e 2 per la turbina Rushton a 200 rpm. I valori invece riportati in figura 9.2 sono frutto dell'elaborazione dati effettuata per ricavare i tempi di miscelazione dai valori grezzi di resistività.

La costruzione dei grafici è stata ottenuta importando all'interno di un foglio di calcolo i valori di resistività medi; tali valori sono poi stati adimensionalizzati ottenendo il parametro  $R'$  riportato nell'equazione 9.3.

$$R' = \frac{R_1 - R_\infty}{R_\infty - R_0} \quad (9.3)$$

In cui  $R_1$  è il valore di conducibilità medio registrato per ogni singolo frame,  $R_\infty$  è il valore di resistività ottenuto con la media aritmetica dei valori di resistività degli ultimi 200 frames dell'analisi ed  $R_0$  è il valore della resistività della soluzione prima dell'iniezione della soluzione salina. Si è deciso di utilizzare la media aritmetica dei valori di resistività degli ultimi 200 frames per ogni singola analisi per calcolare  $R_\infty$  in quanto, tali valori sono asintotici al valore della resistività al termine dell'analisi e quindi sono indice della completa miscelazione della soluzione salina del reattore. I valori di  $R'$  sono stati poi graficati in funzione del numero di frames dell'analisi ottenendo i grafici riportati in figura 9.2, in cui si riporta la variazione della resistività normalizzata. La determinazione del

tempo di miscelazione della soluzione salina nel reattore, definito in letteratura come  $\theta_M$  (Edward *et al.* 2003 ), viene calcolato sulla base del tempo richiesto affinché la variabile monitorata (concentrazione, conducibilità o resistività) raggiunga un valore prossimo a quello di completa miscelazione.

Per determinare  $\theta_M$  in modo affidabile, oggettivo e riproducibile, si è costruita una carta di controllo in cui sono state identificate le linee del limite di controllo superiore pari al 105% di  $R_\infty$  e del limite di controllo inferiore pari al 95% di  $R_\infty$ . Il valore di  $\theta_M$  è stato individuato con il tempo al di sopra del quale tutti i valori di  $R_1$  rientrano nell'intervallo definito dai limiti di controllo superiore ed inferiore.

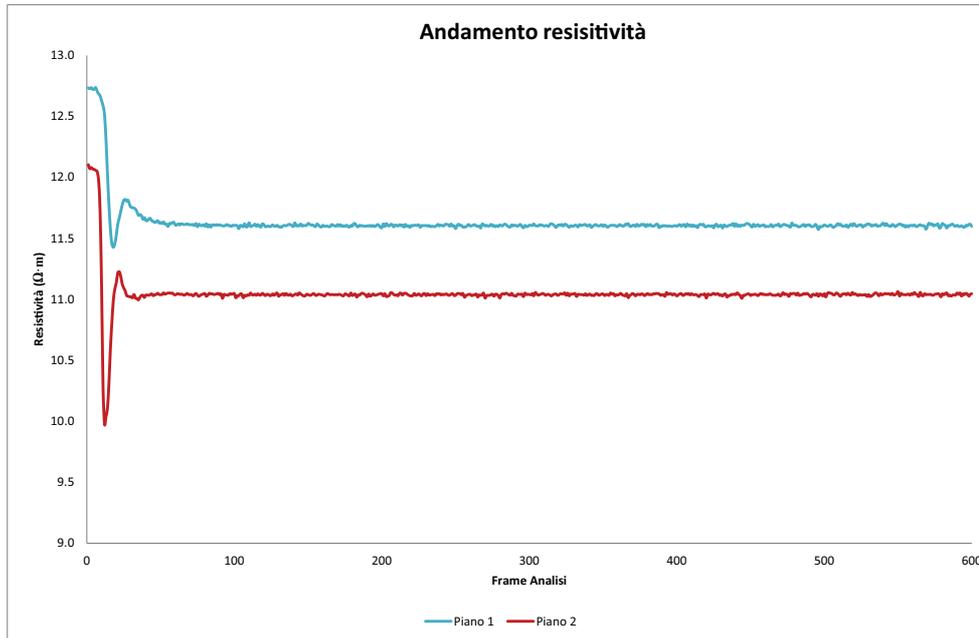
I valori di  $\theta_M$  ottenuti per ogni girante al variare del numero di giri, sono riportati in tabella 9.2 per la prima ed in tabella 9.3 per la seconda prova. I grafici 9.3 e 9.4 mostrano rispettivamente, l'andamento per il piano P1 e per il piano P2, del tempo di miscelazione registrato durante le due prove effettuate per la turbina PBT\_DOWN.

L'andamento per tutte le turbine analizzate è pressoché analogo a quello della turbina PBT\_DOWN, si nota una riduzione dei tempi di miscelazione con il crescere del numero di rotazioni per minuto. Le uniche differenze si notano a 100 rpm, in quanto per questo numero di giri al minuto, l'incertezza nella misura di  $\theta_M$  è dovuta al ridotto valore della portata di liquido ricircolata dalla girante.

I doppi set di prove eseguiti riportati nei grafici 9.3 e 9.4 per la girante PBT\_DOWN, confermano la buona riproducibilità delle analisi dei tempi di miscelazione, anche dopo la seconda iniezione da 2.5 ml di soluzione salina.

La figura 9.5 mostra una ricostruzione tridimensionale del reattore nella zona individuata tra il piano 1 posto sotto la girante ed il piano 2. Grazie al software p2+, è possibile ottenere dei tomogrammi tridimensionali che consentono di seguire l'evoluzione del processo di miscelazione nello spazio compreso tra i piani.

Tramite un'opportuna selezione della scala cromatica da utilizzare, è stato possibile evi-



**Figura 9.1:** Andamento tipico della resistività

**Tempi di miscelazione (s) Prova 1**

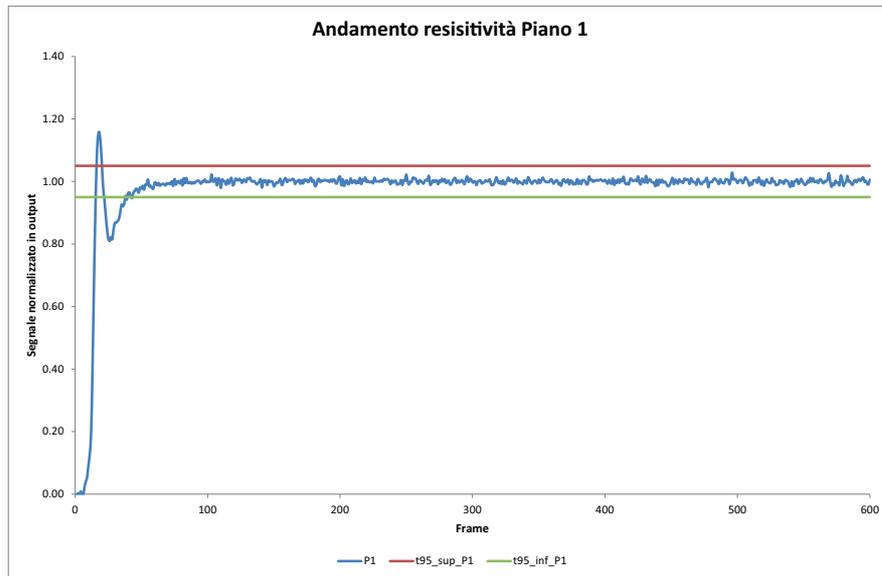
	PBT_DOWN		PBT_UP		A310		RUSHTON	
	P1	P2	P1	P2	P1	P2	P1	P2
<b>100 rpm</b>	45.05	36.46	16.93	15.10	26.30	32.55	22.66	16.41
<b>200 rpm</b>	20.57	18.75	11.98	7.29	8.59	11.20	9.64	9.38
<b>300 rpm</b>	13.28	13.28	7.55	4.95	10.16	9.90	5.21	6.25
<b>400 rpm</b>	10.16	10.94	7.29	5.73	10.94	10.68	5.73	5.47
<b>500 rpm</b>	9.64	8.85	7.55	5.73	6.51	6.51	5.47	5.21

**Tabella 9.2:** Tempi di miscelazione per la prima iniezione

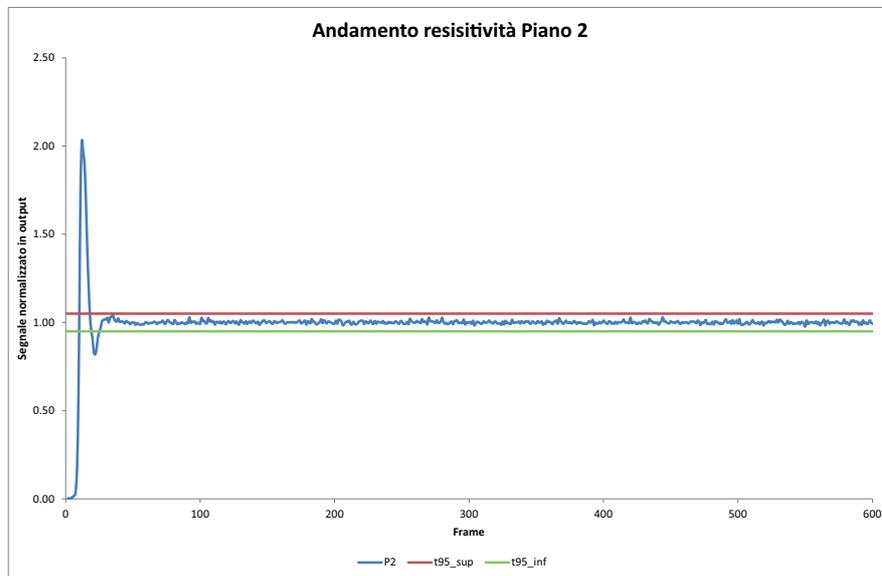
**Tempi di miscelazione (s) Prova 2**

	PBT_DOWN		PBT_UP		A310		RUSHTON	
	P1	P2	P1	P2	P1	P2	P1	P2
<b>100 rpm</b>	49.22	38.28	18.75	12.76	33.07	31.25	16.93	16.93
<b>200 rpm</b>	21.88	23.96	10.16	8.59	12.24	9.90	9.64	9.38
<b>300 rpm</b>	13.54	11.98	9.11	7.03	13.28	12.50	7.55	8.59
<b>400 rpm</b>	12.24	11.98	9.38	7.03	12.50	8.33	6.25	6.25
<b>500 rpm</b>	10.16	9.90	8.33	5.73	6.51	6.51	5.99	5.73

**Tabella 9.3:** Tempi di miscelazione per la seconda iniezione

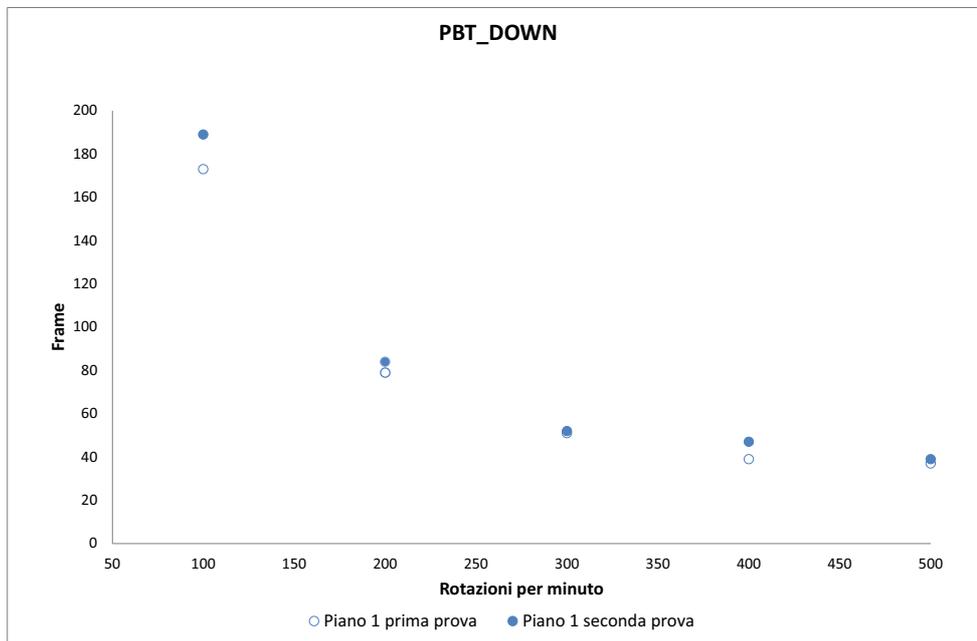


(a)

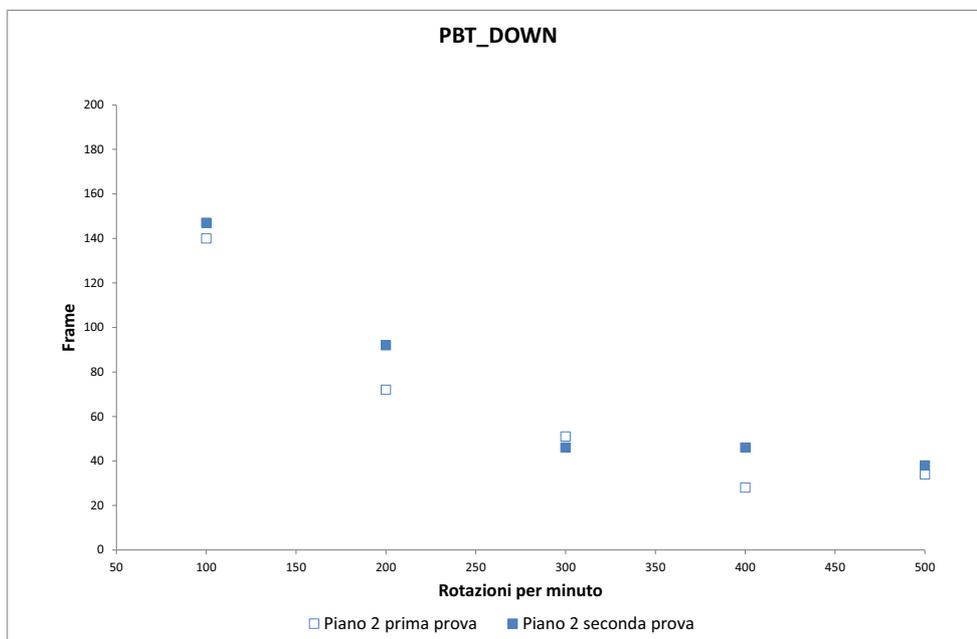


(b)

**Figura 9.2:** Andamento tipico della resistività per il Piano 1 (A) ed il Piano 2 (B)



**Figura 9.3:** Tempi di miscelazione per il piano p1 in funzione del numero di giri della girante per la prima e seconda prova.

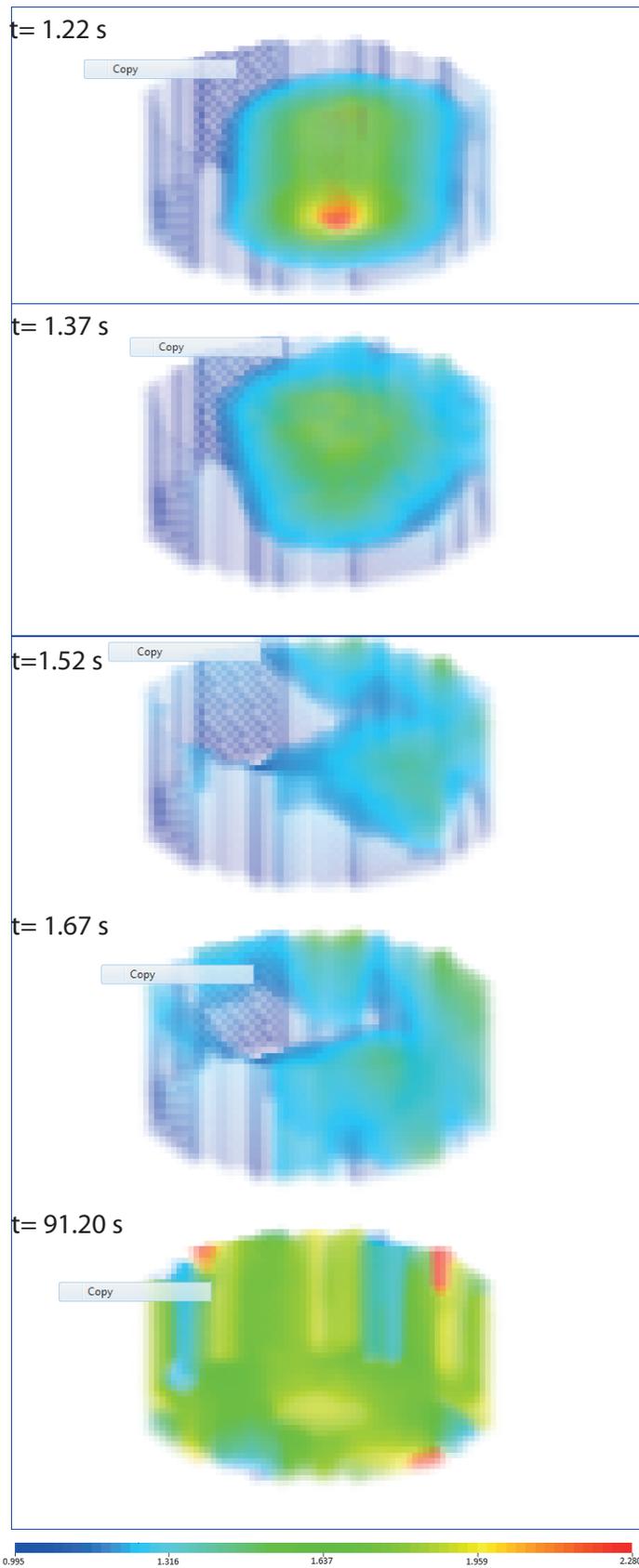


**Figura 9.4:** Tempi di miscelazione per il piano p2 in funzione del numero di giri della girante per la prima e seconda prova.

denziare, frame per frame, l'iniezione della soluzione salina nel reattore. E' infatti possibile visualizzare nel primo tomogramma in figura 9.5, il momento in cui il gradiente di conducibilità raggiunge il suo massimo nella zona in cui è presente il tubo d'alimentazione della soluzione salina, identificata dal colore rosso.

Si nota come al tempo  $t = 1.37s$ , il colore rosso sia svanito dal tomogramma a causa del processo di diluizione, mentre sia presente un cono di colore verde, attorno al punto di iniezione caratterizzato da un minor valore di concentrazione. Nel tomogramma a  $t = 1.52s$ , è stata evidenziata la zona a conducibilità più alta per evidenziare il moto del fluido lungo le pareti del reattore.

Si noti come per  $t = 1.67s$ , la soluzione salina formi una specie di ciambella intorno alla zona della girante. Per  $t = 91.30s$  la soluzione è uniformemente distribuita nel reattore, l'analisi della conducibilità della miscela, indotta dall'iniezione della soluzione salina, permette di identificare anche la presenza dei frangi vortice identificabili con le zone a bassa conducibilità di colore azzurro.



**Figura 9.5:** Visualizzazione tridimensionale dell'iniezione della soluzione salina.

## 9.4 Analisi Risultati Sperimentali del Sistema Monofase

I valori di  $\theta_M$  ricavati sperimentalmente dall'analisi dei tomogrammi per la turbina Rushton, sono stati confrontati con l'equazione 9.4 proposta da Ruszkowski (1994).

$$\theta_M = A \left( \frac{1}{N} \right) \left( \frac{1}{P_0^{1/3}} \right) \left( \frac{D}{T} \right)^{-2} \quad (9.4)$$

In questa equazione i parametri presenti sono: il numero di rotazioni per minuto della girante  $N$ , il numero di potenza  $P_0$  della girante, il diametro  $D$  della girante stessa ed infine il diametro  $T$  del reattore. E' presente una costante empirica  $A$  il cui valore è pari a 5.3 ed è stato definito da Ruszkowski (1994) e da Grenville *et al.* (1995). In tabella 9.4 sono riportati i parametri descritti in precedenza per le giranti utilizzate. Non è stata analizzata la PBT\_UP poiché in letteratura non è presente alcuna correlazione sperimentale utilizzabile per la valutazione del numero di potenza.

	Rushton	PBT_DOWN	A310
$P_0$	5.0	1.7	0.3
D (m)	0.077	0.078	0.097
T (m)	0.232	0.232	0.232

**Tabella 9.4:** Parametri delle giranti utilizzate

I valori dei tempi di miscelazione per sistemi monofase ricavati con questa equazione 9.4 sono riportati in tabella 9.5.

	Rushton	PBT_DOWN	A310
$N$ (rpm)		$\theta_M$ (s)	
100	16.59	23.17	26.71
200	8.30	11.58	13.35
300	5.53	7.72	8.90
400	4.15	5.79	6.68
500	3.32	4.63	5.34

**Tabella 9.5:** Valori di tempi di miscelazione calcolati tramite l'equazione di Ruszkowski (1994)

I valori ricavati sperimentalmente sono stati ottenuti da grafici simili a quelli riportati in figura:9.2. Il piano 1, posto al di sotto della girante, è stato utilizzato come riferimento per la valutazione dell'istante in cui avviene l'iniezione della soluzione salina, in quanto è il primo piano a risentire della variazione di conducibilità. In particolare, come valore di riferimento è stato utilizzato il punto di flesso della curva di  $R'$  dovuto all'iniezione del sale (Figura:9.1).

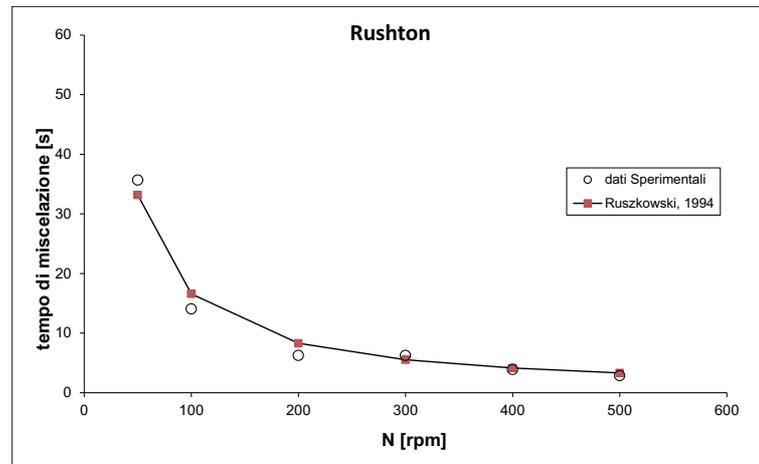
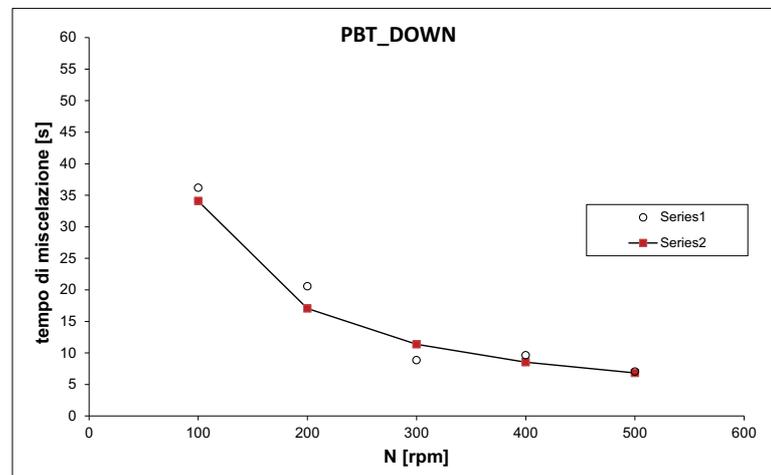
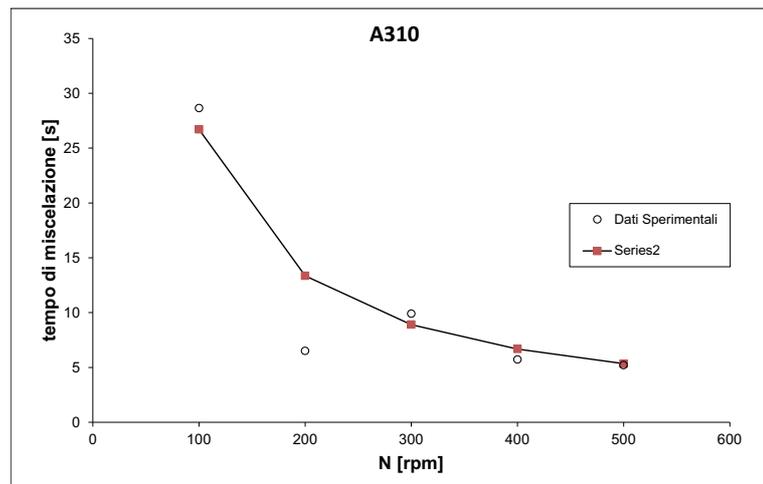
Con i valori dei tempi di miscelazione calcolati sul piano 2 posto al di sopra della girante, è stata costruita la tabella 9.6 utilizzata poi per il confronto con i dati ottenuti con l'equazione 9.4.

	PBT_DOWN	A310	RUSHTON
N (rpm)		$\theta_M$ (s)	
100	35.94	28.65	14.06
200	20.57	6.51	6.25
300	8.85	9.90	6.25
400	9.64	5.73	3.91
500	7.03	5.21	2.86

**Tabella 9.6:** Tempi di miscelazione sperimentali

Il confronto proposto in figura 9.6 mostra come l'accordo tra i dati sperimentali sulla miscelazione di un sistema monofase sia generalmente buono per la Rushton (a), mentre la turbina PBT\_DOWN, presenta un andamento dei tempi di miscelazione confrontabile con quello previsto dall'equazione empirica di Ruszkowski aumentando il valore della costante empirica  $A$ , utilizzata nell'equazione 9.4, a 7.8.

Per quanto riguarda la girante A310 (c) si nota come i valori dei tempi di miscelazione siano generalmente più bassi di quelli previsti dall'equazione 9.4.

(a)  $\theta_M$  Rushton(b)  $\theta_M$  PBT\_DOWN(c)  $\theta_M$  A310

**Figura 9.6:** Andamento dei dati sperimentali rispetto a quelli calcolati ottenuti dall'equazione empirica 9.4 di Ruszkowski.



# Capitolo 10

## Analisi Tempi di Miscelazione per un Sistema Bifase Gas-Liquido

In questo capitolo verrà analizzata l'influenza che ha la presenza di una seconda fase dispersa sui tempi di miscelazione di una soluzione salina satura all'interno di un reattore meccanicamente agitato. I risultati saranno confrontati con quelli ottenuti nel sistema monofase andando a mantenere invariati i parametri strumentali d'analisi utilizzati per il monofase. L'unico parametro che è stato fatto variare in funzione del numero di rotazioni per minuto della girante, è stato il valore della portata d'aria nel range compreso tra i 5L/min ed i 20 L/min.

Trattandosi di un sistema bifase, l'importanza dell'acquisizione del bianco ha avuto un peso importante nelle analisi. Al fine di analizzare solamente la miscelazione della soluzione salina nel reattore, è stato necessario effettuare il bianco prima di ogni analisi con il motore della girante acceso e con il valore della portata del gas già settato al valore utilizzato nell'analisi. Questo consente per il bianco, di registrare dei tomogrammi aventi lo stesso numero di frames dell'analisi (600) e di eliminare l'effetto del gas nel reattore. Andando infatti a valutare il valore medio di conducibilità per ogni singolo pixel dei piani 1 e 2 sui 600 frames, è stato possibile rimuovere l'andamento tipico dei gradienti di conducibilità osservato nel capitolo 8.

L'analisi dei tomogrammi raccolti mostra come sia nel piano 1, posto sotto la girante,

Parametri Analisi Sistema Bifase	
Intervallo campionamento (ms)	10
Number of frames	600
Piani utilizzati	2
Elettrodi per piano	16
Campioni per frame	4
Frames per download	600
Corrente iniettata (mA)	15
Frequenza corrente (kHz)	9.6
Sale disciolto (g)	1.1
Cicli di delay	2
Volume soluzione salina (ml)	2.5
Velocità girante (rpm)	100, 200, 300, 400, 500

**Tabella 10.1:** Parametri strumentali utilizzati per le analisi del sistema monofase

che nel piano 2, siano presenti rilevanti valori del gradiente di conducibilità nella zona di iniezione della soluzione salina.

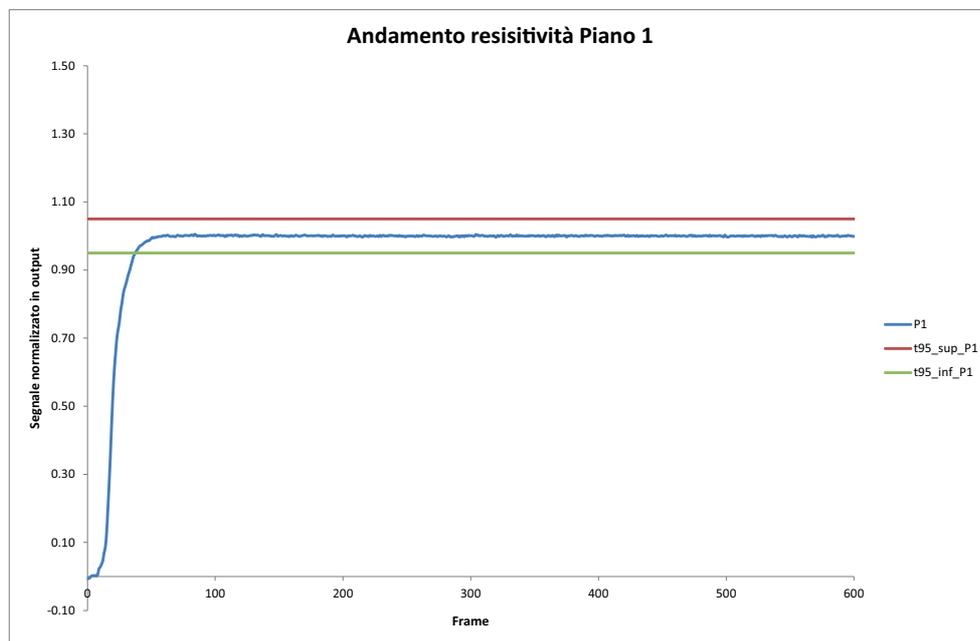
Dall'analisi delle figure 10.1 e 10.2 si può osservare che l'aumento del valore di conducibilità avvenga con qualche frame di ritardo rispetto all'istante di inizio acquisizione. Nella zona di iniezione si registrano valori maggiori anche del 250% rispetto al valore del bianco di riferimento.

Per la valutazione sperimentale del tempo di miscelazione  $\theta_M$  si è fatto ricorso alle stesse analisi già presentate per il flusso monofase, introducendo il valore di conducibilità adimensionale,  $R'$ , definito secondo l'equazione 9.3.

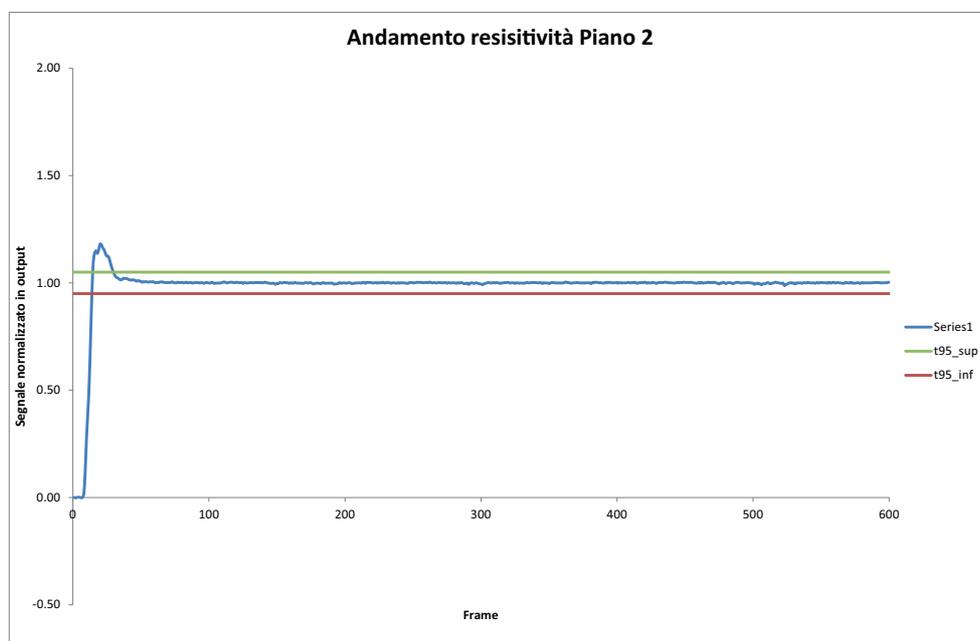
La tabella 10.2 riporta i valori dei tempi di miscelazione ricavati dalla conducibilità media misurata sul piano 1 e sul piano 2.

Il confronto tra i tempi di miscelazione ottenuti nel capitolo 9 per il sistema monofase con i dati ricavati per il sistema oggetto di studio in questo capitolo, consente di valutare l'effetto della presenza di una seconda fase miscelata all'interno del reattore.

Si nota chiaramente come la presenza dell'aria, indipendentemente dal valore della portata  $Q_G$  provochi una sostanziale diminuzione dei tempi di miscelazione per le turbine analizzate.



**Figura 10.1:** Andamento della resistività per il sistema gas-liquido piano 1 per la turbina PBT\_DOWN



**Figura 10.2:** Andamento della resistività per il sistema gas-liquido piano 2 PBT\_DOWN

N (rpm)	$Q_G$ (L/min)	PBT_DOWN		PBT_UP		A310		RUSHTON	
		P1	P2	P1	P2	P1	P2	P1	P2
100	5	8.81	9.12	12.01	10.49	12.77	6.08	11.55	7.29
	10	11.09	8.05	13.83	11.85	12.16	5.02	5.32	3.34
	15	8.36	5.93	5.02	5.47	8.97	6.23	5.32	6.53
	20	10.49	6.53	3.80	4.41	8.81	5.93	6.53	5.78
200	5	7.45	6.69	11.85	10.49	8.21	7.75	1.52	4.71
	10	3.80	3.50	10.79	8.97	8.97	7.90	4.26	3.50
	15	5.78	5.02	5.47	2.74	5.32	4.56	5.02	5.32
	20	5.62	5.32	7.29	7.29	4.71	4.71	5.93	6.08
300	5	4.71	3.95	9.57	8.21	6.23	6.08	6.38	5.93
	10	4.41	3.19	7.75	7.29	7.75	6.23	5.47	5.47
	15	5.17	4.10	4.41	4.26	5.93	4.56	3.80	3.34
	20	4.26	2.28	5.78	5.02	5.17	5.32	5.32	4.56
400	5	2.58	2.58	3.80	4.56	7.29	6.53	4.10	3.65
	10	2.74	1.37	4.71	3.65	6.69	6.69	5.62	4.71
	15	3.19	2.13	1.98	2.58	5.32	5.32	5.78	5.32
	20	3.65	2.74	5.17	5.02	4.56	5.17	5.62	4.56

**Tabella 10.2:** Valori dei tempi di miscelazione per le giranti utilizzate in funzione di N (rpm) e della portata di gas  $Q_G$  (L/min)

## Rushton

Si noti come il trend dei tempi di miscelazione della soluzione salina iniettata nel reattore faccia sì che, a una portata di 5L/min, la riduzione del tempo di miscelazione misurato per la turbina Rushton per il sistema monofase, pari a 16.59 s per 100 giri al minuto, si riduca a soli 7.29 s.

All'aumentare della portata d'aria insufflata nel reattore, la diminuzione dei tempi di miscelazione risulta essere meno marcata rispetto ai valori misurati per il sistema monofase.

La maggiore differenza tra il valore misurato nel sistema bifase e quello misurato nel sistema monofase si riscontra per piccoli valori di  $N$ , indipendentemente dalla portata di gas.

Questo trend subisce delle fluttuazioni con l'aumentare della portata d'aria fino al raggiungimento del valore di miscelazione ottenuto sperimentalmente per il sistema monofase con il valore di portata pari a 10 L/min a 300 rpm.

La ragione della riduzione di  $\theta_M$ , rispetto al caso monofase, misurata nel sistema bifase a bassi  $N$  è certamente dovuta alla miscelazione indotta dalla presenza delle bolle di gas che si muovono dal fondo del reattore verso il pelo libero.

Questo fenomeno perde importanza per  $N$  elevati a causa della forte ricircolazione del liquido indotta dal moto della girante.

## A310

L'andamento dei tempi di miscelazione per la turbina A310 presenta un andamento diverso rispetto a quello ottenuto per la Rushton.

Il valore del tempo di miscelazione è generalmente molto minore rispetto a quello misurato per un sistema monofase a parità del numero di giri per minuto della girante.

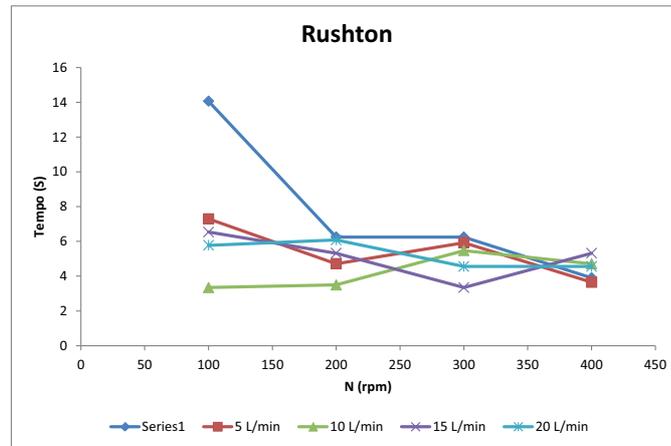
Il trend dei dati risulta essere più omogeneo, con una generale diminuzione dei valori di  $\theta_M$  fino a 400 rpm.

Alla massima velocità di rotazione della girante, si ha che il moto della fase gassosa dispersa nel reattore, provoca un leggero aumento dei tempi di miscelazione.

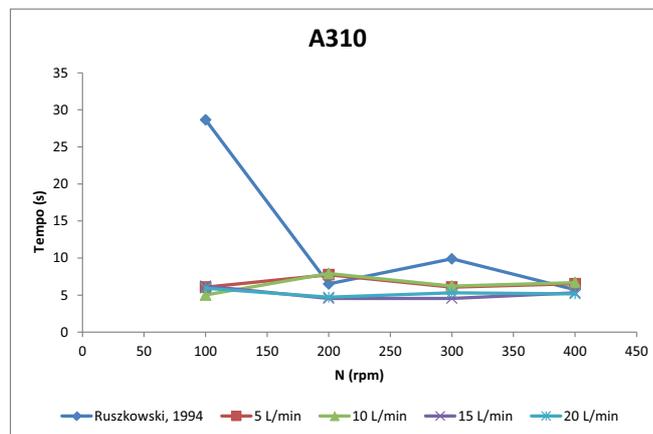
**PBT\_DOWN**

I tempi di miscelazione della soluzione salina per la girante PBT\_DOWN nel sistema bifase, risultano essere per tutti i valori di portata del gas al di sotto dei valori sperimentali nel sistema monofase.

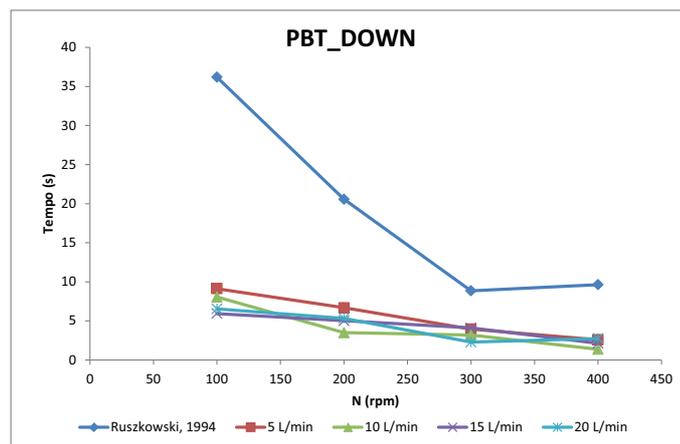
L'incremento del numero di rotazioni per minuto e della portata di gas causano una generale diminuzione dei tempi di miscelazione, ottenendo dei valori di  $\theta_M$  minori rispetto al valore ricavato per il sistema monofase anche per 400 rpm, valore al quale, per le altre turbine, i tempi di miscelazione del sistema bifase risultano essere analoghi a quelli misurati nel sistema monofase.



(a) Comparativo P2 per la turbina Rushton



(b) Comparativo P2 per la turbina A310



(c) Comparativo P2 per la turbina PBT\_DOWN

**Figura 10.3:** Confronto tra i dati sperimentali raccolti alle diverse portate d'aria rispetto ai valori calcolati per il sistema monofase.



# Capitolo 11

## Analisi di un Sistema Solido-Liquido

L'analisi del sistema solido liquido è l'oggetto d'analisi in questo capitolo del lavoro di tesi. L'utilizzo della tomografia a resistenza elettrica, nell'analisi di sistemi bifase ad alte concentrazioni di solido, risulta essere di vitale importanza per comprendere come avvenga la miscelazione all'interno di questo tipo di reattori agitati meccanicamente.

La tomografia a resistenza elettrica è una tecnica non invasiva che permette di analizzare sistemi bifase ad alte concentrazioni di solido, inaccessibili alle tecniche di analisi dei campi di moto basate su misure ottiche.

La sospensione di particelle solide in un reattore agitato meccanicamente, viene classificata nei 3 regimi, riportati in figura 11.1.

### Sospensione Parziale

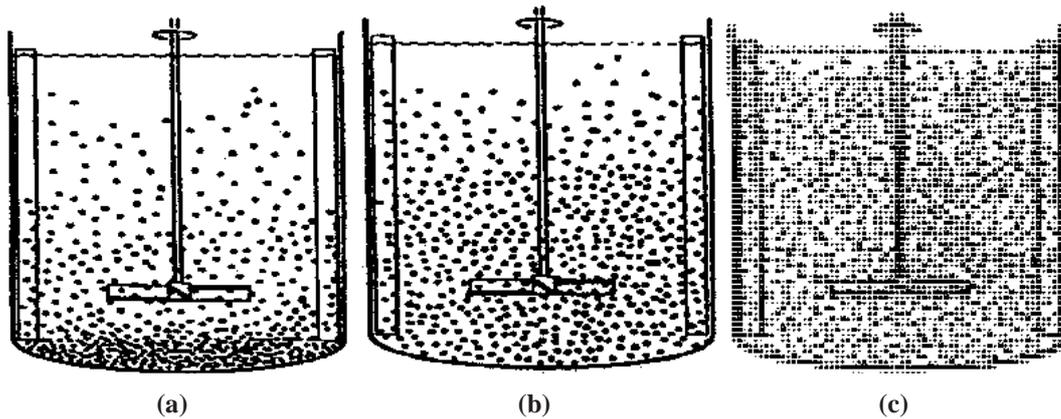
Questo stato è caratterizzato dalla presenza (Fig:11.1a) , sul fondo del reattore, di rilevanti quantità di solido che eventualmente si muovono lungo le pareti del reattore. Questo regime è certamente da evitare poiché una parte delle particelle in soluzione non è sospesa e quindi è sicuramente non disponibile per eventuali reazioni chimiche o trasferimenti di materia in soluzione.

### Sospensione Completa

La sospensione completa è caratterizzata dalla sospensione di tutte le particelle presenti all'interno del reattore, in particolare, non vi deve essere la presenza di solido depositato sul fondo del reattore (Fig:11.1b).

### Sospensione Uniforme

Corrisponde allo stato in cui la concentrazione delle particelle in soluzione è uniforme in tutto il reattore, aumentando il numero di rotazioni per minuto della girante, in questa situazione, non è apprezzabile alcuna variazione nella distribuzione delle particelle nel fluido (Fig:11.1b).



**Figura 11.1:** Gradi di sospensione delle particelle solide. (a) Sospensione parziale, (b) Sospensione Completa, (c) Sospensione Completa ed Uniforme.

## 11.1 Parametri Sperimentali

### Analisi Sistema Solido-Liquido

Le analisi condotte in questo capitolo, sono state eseguite introducendo nel reattore diversi quantitativi di solido, quest'ultimo costituito da sfere di vetro dal diametro di 330  $\mu\text{m}$ , accuratamente setacciate in precedenza in modo da ottenere la più stretta distribuzione possibile dei diametri delle particelle stesse.

Le concentrazioni di solido utilizzate in questo capitolo sono espresse come percentuali volumetriche solido/liquido. I valori sono stati calcolati sul volume totale d'acqua contenuto nel reattore, pari a circa 11 L. Conoscendo poi il valore della densità delle sfere di vetro  $\rho = 2500 \text{ kg/m}^3$ , sono state calcolate le percentuali volumetriche del solido da inserire nel reattore, riportate in tabella 11.1.

Le analisi sono state condotte utilizzando i parametri indicati nella tabella 11.2.

Solido pesato (Kg)	Percentuale $v_S/v_L$
2.50	10.00
5.00	22.22
6.30	29.71

**Tabella 11.1:** Valore delle pesate delle particelle di solido e le corrispondenti % volumetriche

Parametri Analisi Sistema Monofase	
Intervallo campionamento (ms)	10
Number of frames	400
Piani utilizzati	2
Elettrodi per piano	16
Campioni per frame	4
Frames per download	400
Corrente iniettata (mA)	15
Frequenza corrente (kHz)	9.6
Sale disciolto (g)	1.1
Cicli di delay	2
Velocità girante (rpm)	400, 600, 700, 800, 900
Percentuale solido (w/w)	10, 20, 30

**Tabella 11.2:** Parametri strumentali utilizzati per le analisi del sistema bifase solido-liquido

Come precedentemente illustrato nel capitolo 8, anche per il solido, è possibile calcolare il valore dell'hold-up della fase solida utilizzando l'equazione di Maxwell 8.1. Anche in questo caso, come nel sistema bifase gas-liquido, si ha che i valori di conducibilità ricavati con la ERT, la frazione volumetrica del solido  $\epsilon_{s,i}$  può essere determinata avendo a disposizione i valori di  $\sigma_1$  per la conducibilità della fase acquosa e  $\sigma_{mc}$  per la

conducibilità misurata della miscela. I tomogrammi illustrati e discussi in questo capitolo, secondo a quanto detto in precedenza, illustrano quindi delle variazioni di conducibilità adimensionali, in quanto alla fase acquosa è stato dato il valore di conducibilità 1 mS/cm e al solido introdotto il valore di 0mS/cm. Così facendo, si ottiene una scala di valori che varia da 0% presenza di solo solido, al 100% presenza di solo liquido. Le giranti utilizzate sono state la A310 e la PBT\_DOWN, in quanto la turbina Rushton e la PBT\_UP, non sono adatte alla miscelazione di fasi solide in reattori agitati.

Le analisi utilizzate come bianco sono state effettuate a girante spenta e con il solido uniformemente depositato sul fondo del reattore.

## 11.2 Analisi tomogrammi A310

I tomogrammi in figura 11.2, rappresentano i dati sperimentali raccolti per la girante A310 ad un regime di rotazione costante ( $N = 800$  rpm) alle concentrazioni di solido riportate in tabella 11.1.

L'andamento del piano 2 a crescenti percentuali di solido, mostra come la girante non sia in grado di disperdere il solido in modo uniforme nel piano 2. La conducibilità adimensionalizzata utilizzando i valori registrati con la girante ferma, mostra come nel piano P2 la presenza di solido sia poco rilevante.

Andamento diverso ha il piano 1 posto al di sotto della girante. Si nota come la dispersione delle particelle di vetro non sia omogenea nella sezione considerata. I valori di concentrazione presenti suggeriscono come le particelle vengano trascinate sul fondo del reattore come in figura 11.1(a), si noti come per il valore della percentuale di solido al 30 % siano presenti delle zone di colore blu in prossimità delle pareti del reattore, indice di un elevato valore dell'hold-up del solido.

Questo suggerisce come il movimento della girante, disperda le particelle di solido verso l'esterno del reattore e di come quest'ultime vadano a depositarsi contro le pareti andando a creare delle zone a bassa conducibilità. Questo fenomeno risulta meno marcato per la concentrazione di solido al 20% e del tutto assente per il valore più basso al 10%.

I tomogrammi in figura 11.3 raccolti per la percentuale di solido al 20% ma ad una diversa velocità di rotazione della girante, mostrano come non vi sia alcuna differenza apprezzabile nel caso per  $N = 800$  rpm rispetto al caso a 900 rpm. Per entrambe le configurazioni sperimentali, la girante non è in grado di sospendere il solido nella sezione individuata dal piano P2, mentre sul piano 1, posto al di sotto della girante, si notano delle zone di colore verde dovute al solido p sul fondo del reattore e delle zone a conducibilità più alta di colore rosso dovute alla presenza di acqua.

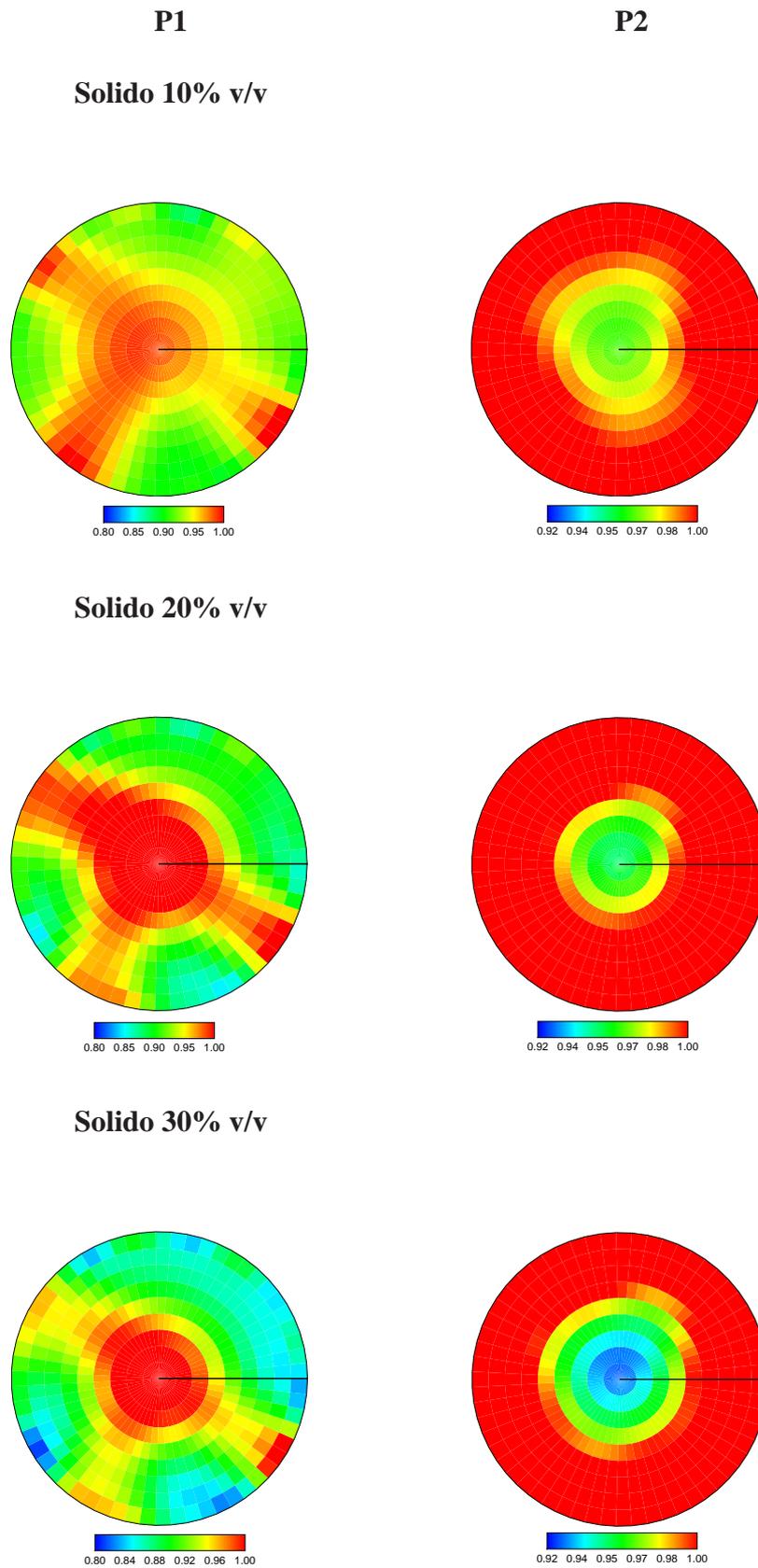
I tomogrammi riportati in figura 11.4 sono stati raccolti per la più alta percentuale di solido (30%) a diverse velocità di rotazione della girante, pari a 700, 800 e 900 rpm.

In tutti e 3 i casi presentati, nonostante l'aumento della velocità di rotazione da 700 a 900 rpm, non è possibile un aumento della sospensione del solido sul piano p2. Si noti come le aree a bassa conducibilità sono concentrate nel centro del reattore e di come procedendo verso l'esterno si abbiano valori di conducibilità unitari dovuti alla presenza di sola acqua.

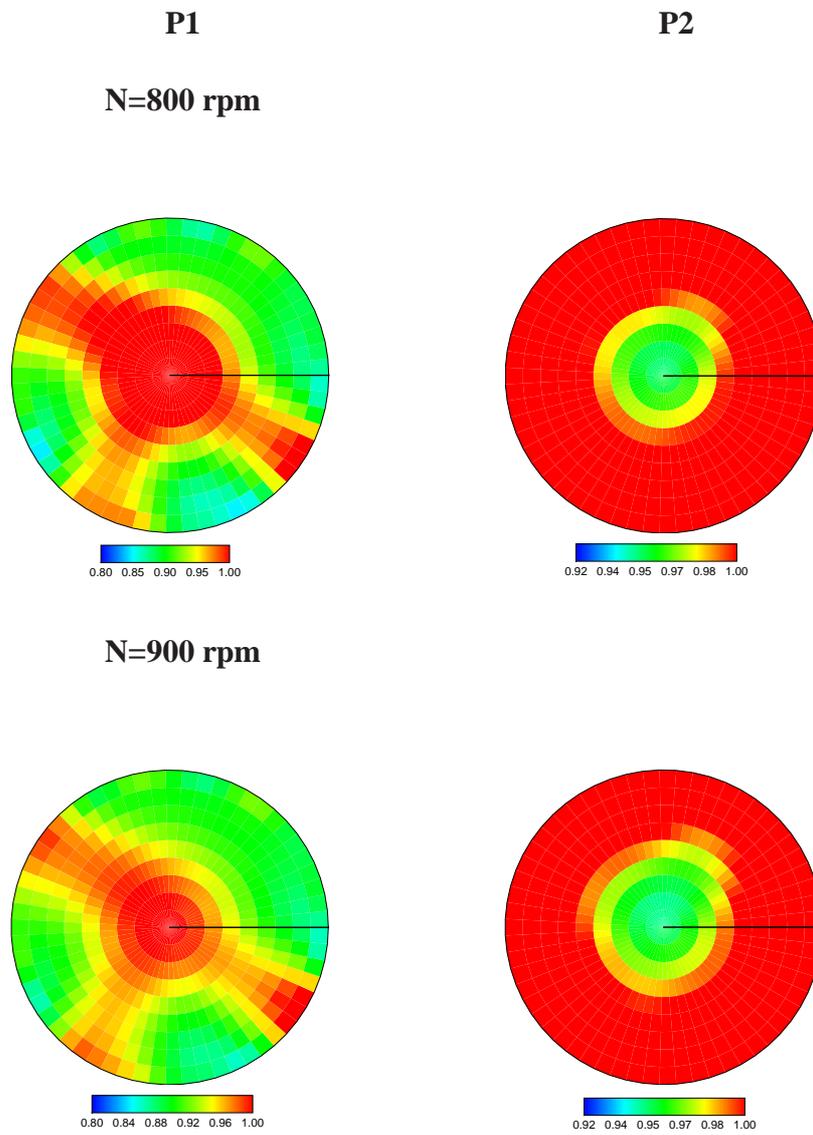
Per il piano 1 invece, si nota come in prossimità della parete del reattore, all'aumentare della velocità di rotazione, la conducibilità media tende ad aumentare, indice di una maggiore sospensione della fase solida. Poiché per tutte le velocità di rotazione analizzate si nota, nel piano P1, la presenza di zone di colore azzurro Questo indica come la girante A310 in questi casi, non sia in grado di sospendere completamente il solido dal fondo del reattore. Si ha quindi che l'unica condizione osservata per la girante sia quella di parziale sospensione del solido riportata in figura 11.1(a).

Nella figura 11.5 si riporta l'andamento del profilo radiale nominale della variazione percentuale di conducibilità registrata per le analisi a 800 rpm a tutte le concentrazioni di solido utilizzate per queste analisi.

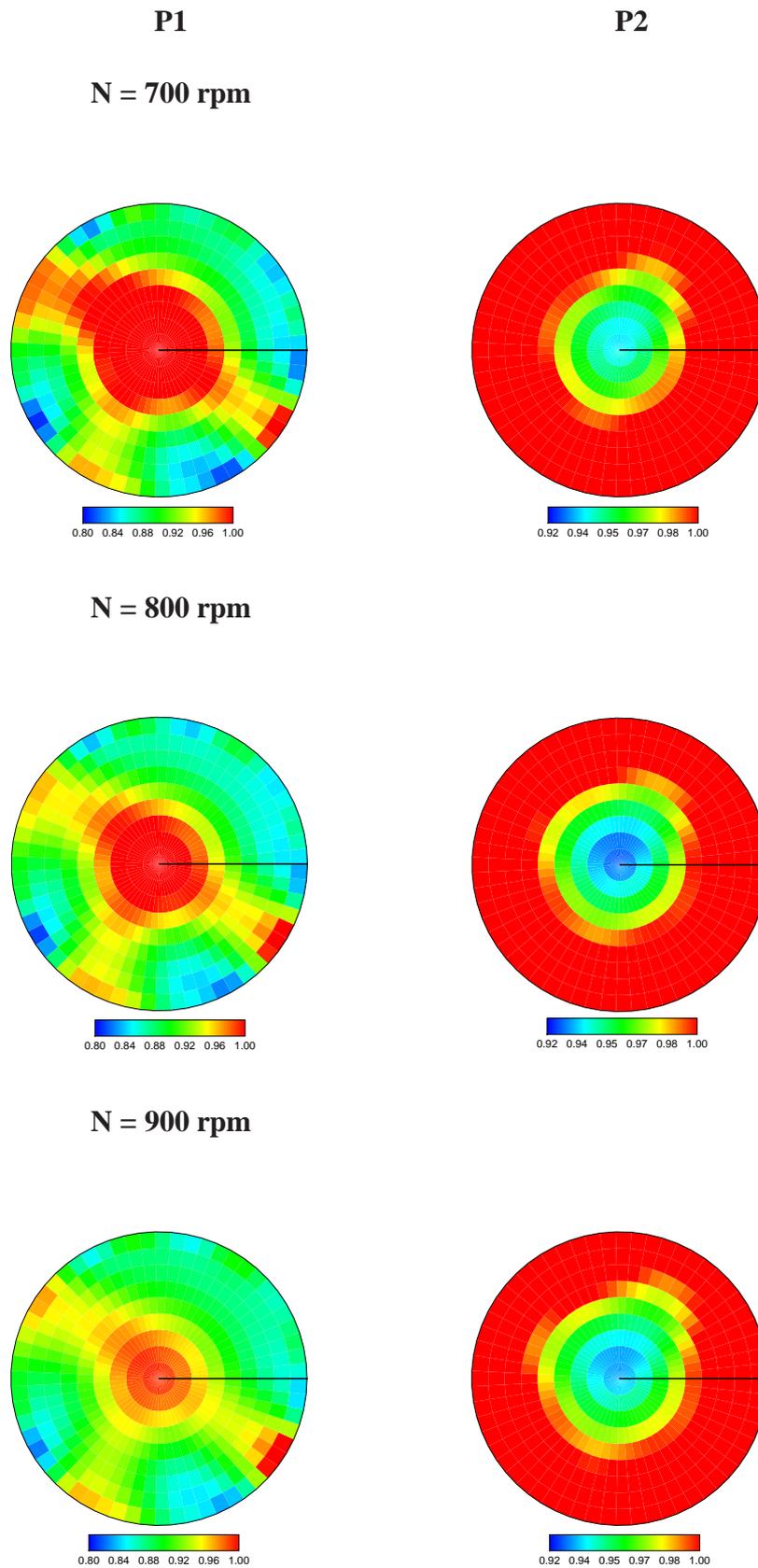
Si osservi come nel piano P2 la conducibilità non vari apprezzabilmente rispetto al valore registrato con la girante ferma, indice di un valore di hold-up di solido poco rilevante. Viceversa, nel piano 1 si riscontra, vicino alle pareti del reattore, una apprezzabile riduzione del valore di conducibilità, indice della presenza di particelle di solido e quindi



**Figura 11.2:** Tomogrammi per la girante A310 per  $N = 800$  rpm con il solido al 10, 20 e 30 % v/v

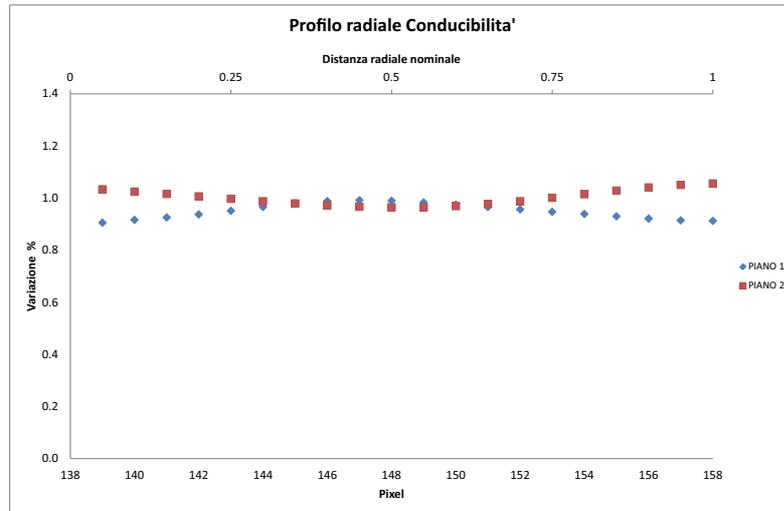


**Figura 11.3:** Tomogrammi per la girante A310 per  $N = 800$  e  $900$  rpm con il solido al 20 % v/v

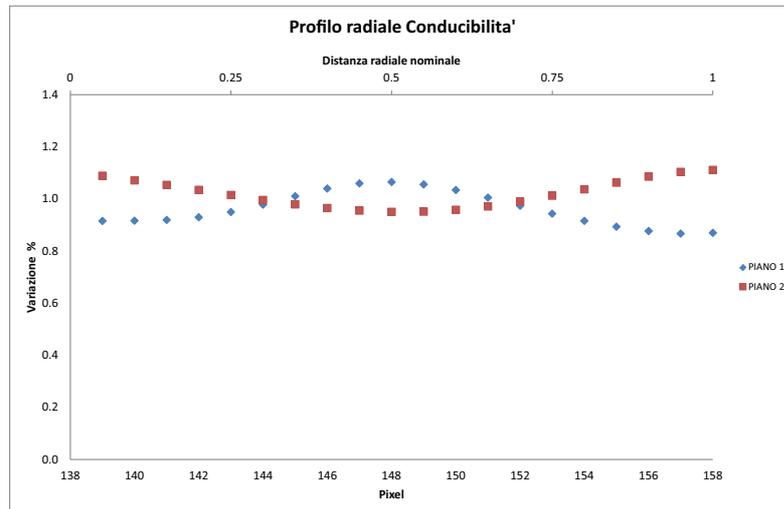


**Figura 11.4:** Tomogrammi per la girante A310 per  $N = 700, 800$  e  $900$  rpm con il solido al 30 % v/v

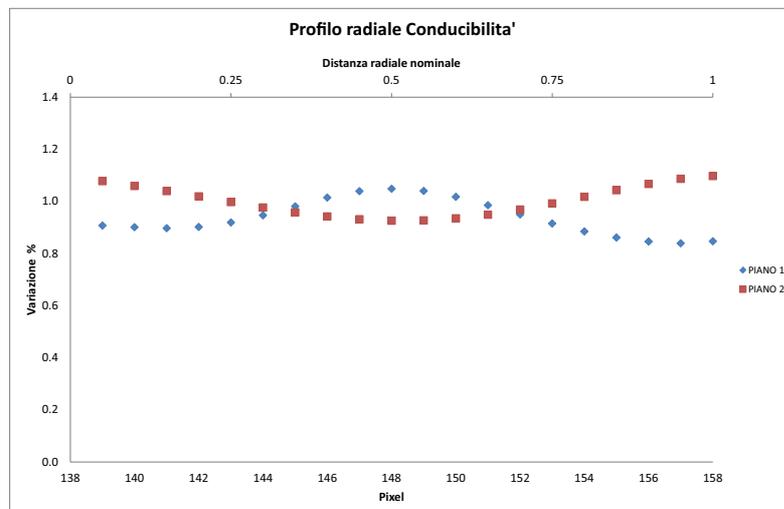
di una non completa sospensione della fase solida.



(a)



(b)



(c)

**Figura 11.5:** Profili radiali per il sistema solido-liquido al 10, 20 e 30% w/w con la girante A310 a 800 rpm

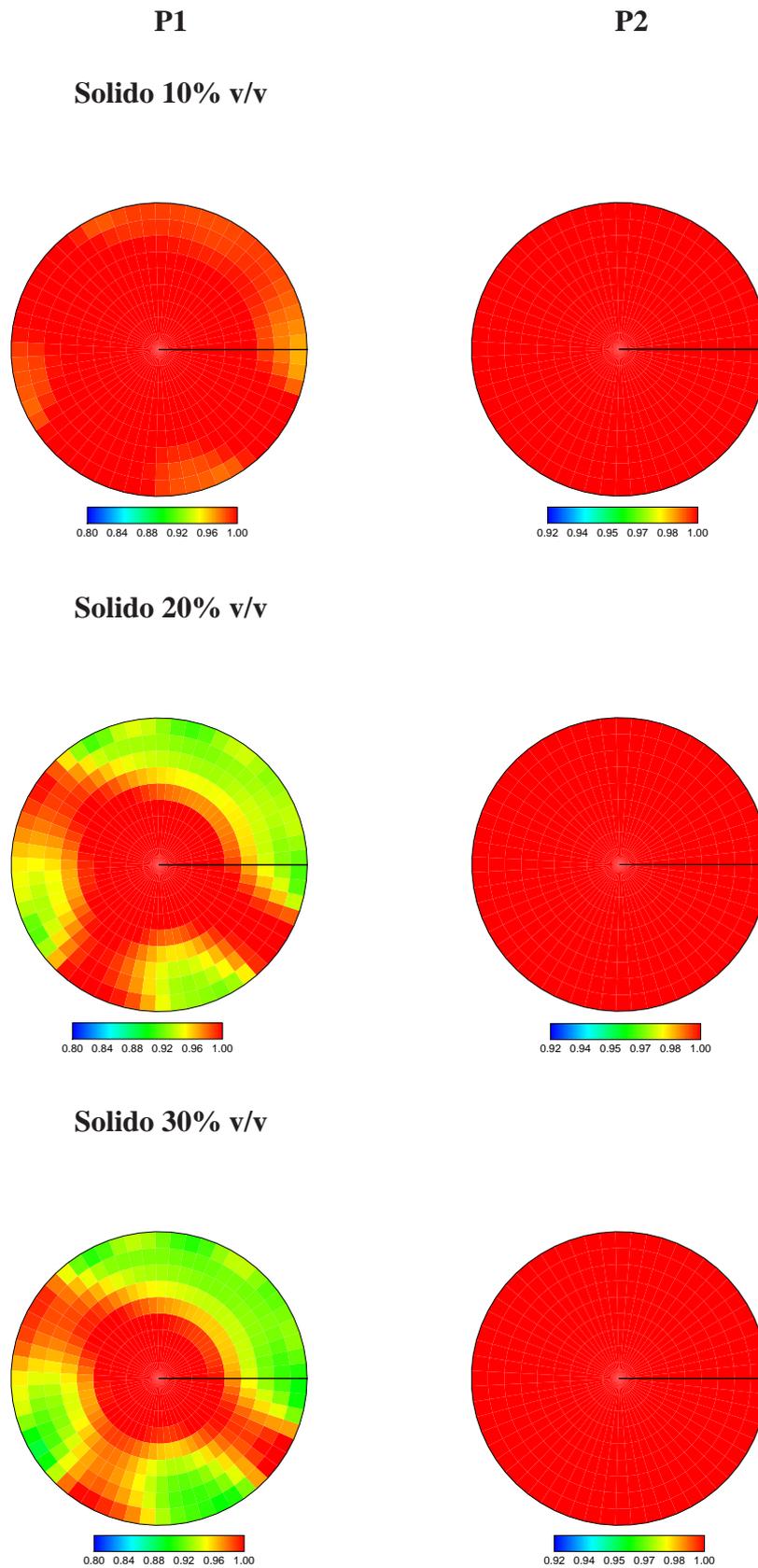
## 11.3 Analisi tomogrammi PBT\_DOWN

In figura 11.6, sono riportati i tomogrammi relativi alle analisi condotte con la girante PBT\_DOWN a velocità di rotazione costante pari a 800 rpm e facendo variare il carico di solido nel reattore. Si nota come nei piani p1 e p2 per il carico al 10% di solido, la conducibilità media sia unitaria. In questi due tomogrammi si ravvisa come la girante non sia in grado di sospendere il solido e di come l'hold-up della fase solida sia molto basso per il p1 e praticamente nulla nel piano 2.

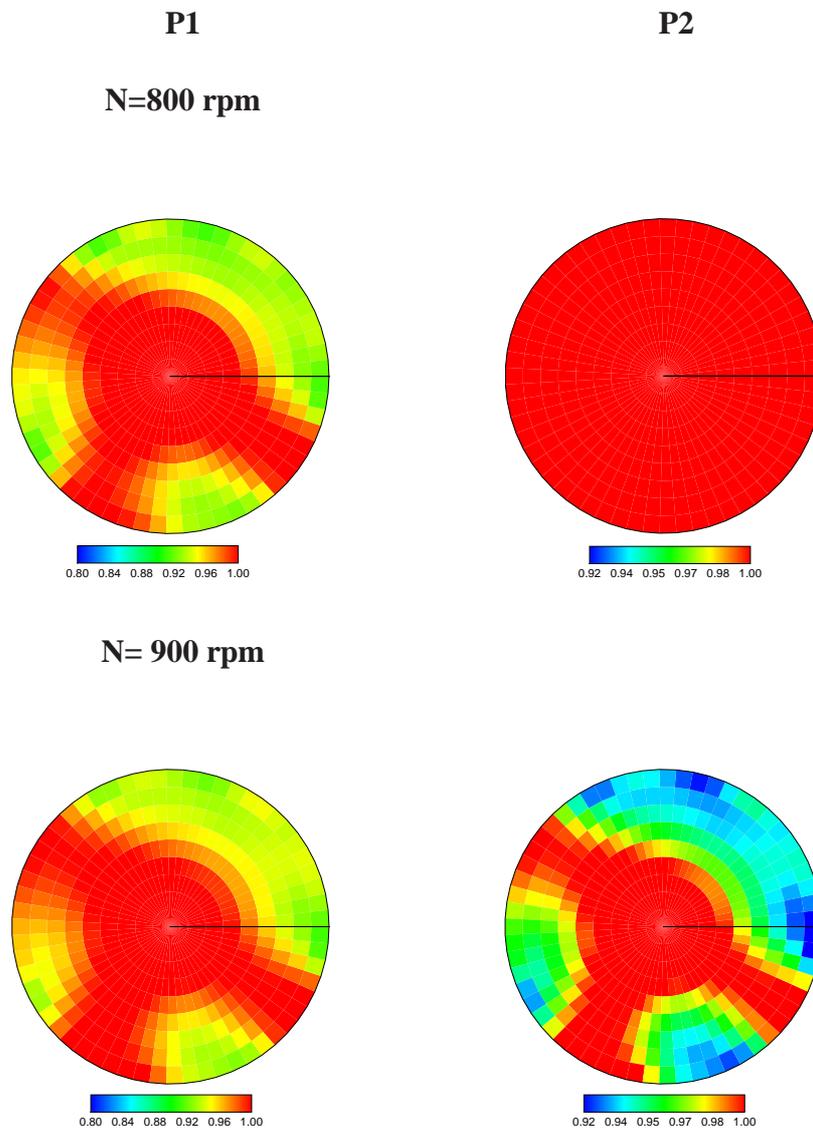
Nelle analisi condotte a concentrazioni superiori di solido, l'andamento dei tomogrammi relativi al p1, presenta dei gradienti di concentrazioni simili a quelli analizzati precedentemente per la A310. Anche in questo caso, si nota per il p1 la presenza di aree a concentrazione unitaria al centro del piano dovute all'acqua e di aree di colore verde, in prossimità delle pareti, a causa del deposito delle particelle di solido nelle vicinanze dei frangi vortice.

Nel caso al 30 % della concentrazione di solido, la mappa di conducibilità per il piano 1 è sostanzialmente analoga al caso precedente, stesse considerazioni vanno effettuate per il piano p2, nel quale, per tutti e 3 i casi analizzati, si nota la totale assenza della fase solida sospesa. I tomogrammi in figura 11.7 relativi alle analisi effettuate a 800 e 900 rpm con un carico di solido pari al 20% v/v, mostrano un'inversione di tendenza, per il piano 2 a 900 rpm, rispetto a quanto misurato nel piano P2 alla velocità inferiore.

E' evidente, infatti, come il solido venga sospeso anche nel piano 2 aumentando la velocità di rotazione della girante a 900 rpm. Si noti inoltre la presenza di una regione di colore rosso al centro del reattore dovuta alla presenza della sola fase acquosa. Il moto che la girante imprime al fluido e alla fase solida, fa sì che i valori di conducibilità maggiori si abbiano verso le pareti del reattore ed in particolare, in prossimità dei frangi vortice identificati dalle aree blu. Si può quindi dire che la girante, secondo i regimi identificati in figura 11.1, operi nella condizione di sospensione parziale. La figura 11.8 raccoglie i tomogrammi ottenuti alla massima concentrazione volumetrica del solido e a diverse velocità di rotazione della girante. I tomogrammi relativi, mostrano come a 700 rpm per il 30% di solido, nel P2 non vi sia presente del solido ma solamente acqua. Nel



**Figura 11.6:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN per  $N = 800$  rpm con il solido al 10, 20 e 30 % v/v



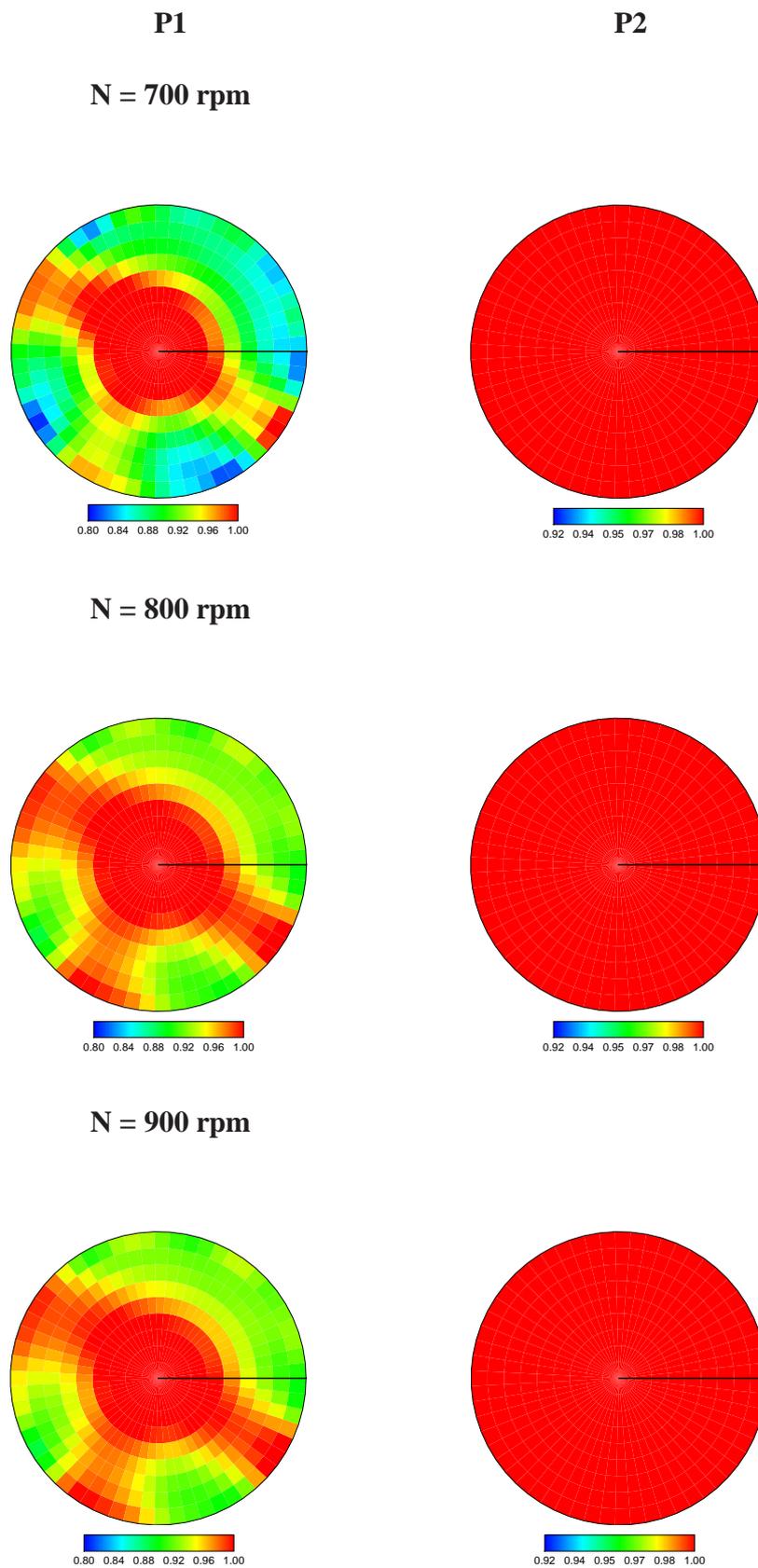
**Figura 11.7:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN per  $N = 800$  e  $900$  rpm con il solido al 20 % v/v

piano 1 invece, si nota come il solido vada, anche in questo caso come per la A310, a depositarsi sulle pareti del reattore in presenza dei frangi vortice identificati dalle aree di colore blu.

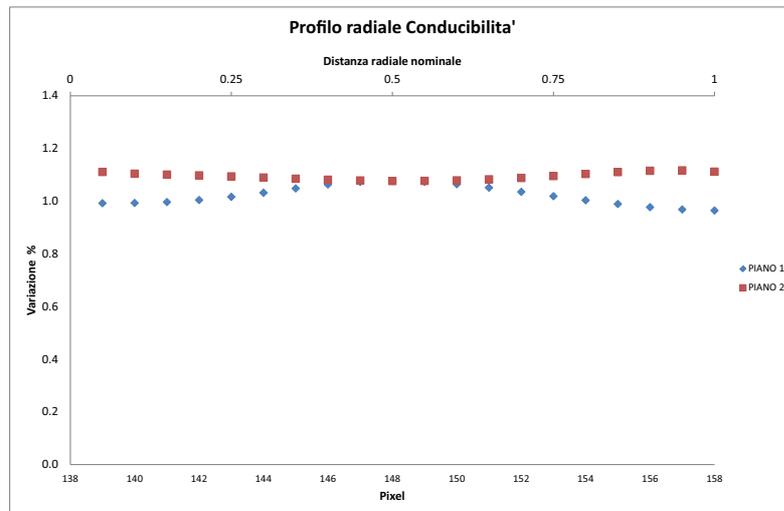
Aumentando la velocità della girante, si nota come i tomogrammi a 800 e 900 rpm siano analoghi a quelli per la girante A310 alle stesse condizioni sperimentali. L'andamento rilevato nel piano 1 indica come il solido presente sul fondo sia parzialmente sospeso e si vada ad accumulare, seppur in modo minore, in prossimità dei frangi vortice.

Si noti, infine, di come la velocità di 900 rpm, non sia ancora sufficiente per garantire la completa sospensione del solido anche al livello del piano P2 posto sopra la girante.

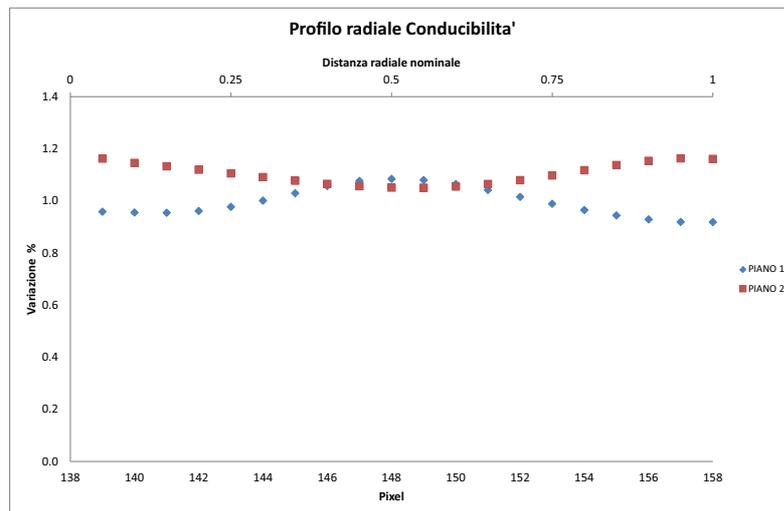
Dai profili radiali di conducibilità per le analisi al 30 % di solido, si nota come le differenze tra l'analisi condotta a 800 rpm e quella a 900 rpm, siano davvero minime. Si capisce, quindi, come l'incremento di velocità, non sia sufficiente a causare significative variazioni in termini di distribuzione del solido, sia sul piano p1 che sul piano p2 posto sopra la girante.



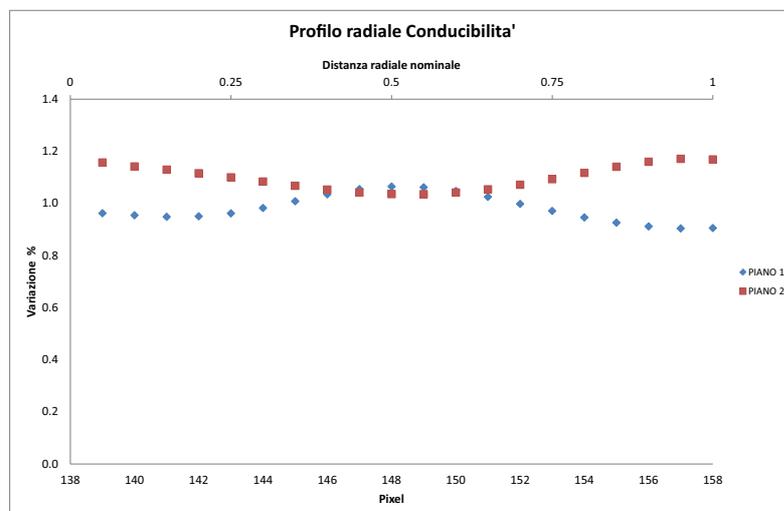
**Figura 11.8:** Tomogrammi per la girante PBT\_DOWN per  $N = 700, 800$  e  $900$  rpm con il solido al 30 % v/v



(a)



(b)



(c)

**Figura 11.9:** Profili radiali per il sistema solido-liquido al 10, 20 e 30% w/w con la girante PBT\_DOWN

# Capitolo 12

## Analisi Tempi di Miscelazione per un Sistema Bifase Solido-Liquido

In questo capitolo è stata analizzata l'influenza che la presenza della fase solida all'interno del reattore ha sul valore sperimentale dei tempi di miscelazione della soluzione salina satura utilizzata per le analisi nel capitolo 10. Grazie ai risultati ottenuti nel capitolo precedente per il sistema bifase solido-liquido, è stato deciso di operare in un range di velocità di rotazione della girante tra i 600 e gli 800 rpm in modo da non sovraccaricare il motore.

Le giranti utilizzate per queste analisi sono state la A310 e la PBT\_DOWN, in quanto la Rushton e la PBT\_UP non sono adatte alla sospensione dei solidi.

Trattandosi di un sistema bifase, l'importanza dell'acquisizione del bianco ha avuto un peso importante nelle analisi. Al fine di analizzare solamente la miscelazione della soluzione salina nel reattore, è stato necessario effettuare il bianco prima di ogni analisi con il motore della girante acceso per permettere la sospensione del solido. Questo consente per il bianco, di registrare dei tomogrammi aventi lo stesso numero di frames dell'analisi (700) e di rimuovere l'effetto dovuto al solido sospeso nel reattore. Andando infatti a valutare il valore medio di conducibilità per ogni singolo pixel dei piani 1 e 2 sui 600 frames, è stato possibile annullare l'effetto che la presenza della fase solida ha sul valore di conducibilità registrato. I tomogrammi raccolti per il sistema solido-liquido relativi

alla miscelazione della soluzione salina, sono del tutto analoghi a quelli ottenuti per il sistema bifase gas-liquido nel capitolo 10.

A causa della presenza del solido sul fondo, non è stato possibile effettuare le iniezioni della soluzione salina tramite il distributore utilizzato nell'analisi del sistema bifase gas-liquido, ma la si è dovuta iniettare sul pelo libero ad una distanza di 5cm dal centro del reattore. Così facendo, il piano 2, posto più in alto nel reattore, è stato utilizzato come piano di riferimento per la definizione del  $t_0$  dell'iniezione.

Parametri Analisi Sistema Monofase	
Intervallo campionamento (ms)	10
Number of frames	700
Piani utilizzati	2
Elettrodi per piano	16
Campioni per frame	4
Frames per download	700
Corrente iniettata (mA)	15
Frequenza corrente (kHz)	9.6
Sale disciolto (g)	1.1
Cicli di delay	2
Volume soluzione salina (ml)	2.5
Velocità girante (rpm)	600, 700, 800
Percentuale solido (w/w)	10, 20, 30

**Tabella 12.1:** Parametri strumentali utilizzati per le analisi del sistema bifase solido-liquido

N (rpm)	A310				PBT			
	Monofase	10	20	30	Monofase	10	20	30
700	5.615041	24.92401	17.17325	13.67781	4.870774	27.20365	29.78723	21.42857
750	5.24				4.55			
800	4.913161	24.77204	34.3465	36.01824	4.261927	18.69301	23.1003	23.40426

**Tabella 12.2:** Tempi di miscelazione  $\theta_M$  per la girante A310 e la PBT\_DOWN

## 12.1 Analisi Risultati Tempi di Miscelazione A310

Come si nota dai grafici relativi alla girante A310 riportati nelle figure 12.1 e 12.3, l'andamento del parametro  $R'$  definito dall'equazione 9.3, presenta un andamento analogo a quello rilevato per le analisi sul sistema bifase gas-liquido.

Si noti come la presenza del solido sospeso, disturbi il processo di miscelazione causando delle fluttuazioni dei valori di conducibilità della soluzione e di  $R'$  a causa del regime non stazionario del flusso all'interno del reattore.

Anche per queste analisi, è stata applicata la stessa procedura nella costruzione dei grafici di  $R'$  utilizzata nel capitolo 9. Aumentando la concentrazione volumetrica del solido presente all'interno del reattore, l'andamento di  $R'$  in funzione del numero di frame, rende difficile stabilire quale sia il valore corretto di  $\theta_M$  per la soluzione salina.

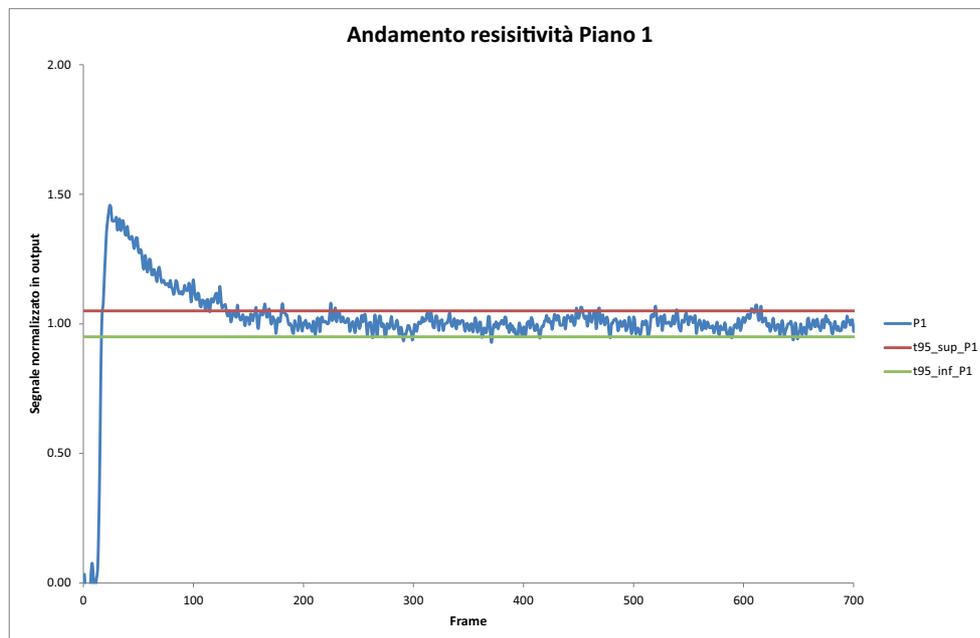
La presenza del solido all'interno del reattore, modifica il valore della densità media del liquido mosso dalla girante, questo fa sì che la potenza impressa dalla girante al fluido possa variare frame per frame causando dei moti turbolenti all'interno del reattore. Si nota infatti che alle concentrazioni di solido più elevate, pari al 20 e al 30 % in volume, queste fluttuazioni siano molto più marcate rispetto alle analisi condotte con il 10% di solido.

Si nota inoltre, come il segnale riportato per il piano 1 ed il piano 2 in figura 12.2, sia molto più disturbato rispetto ai grafici in figura 12.3 relativi alle analisi condotte a 800 rpm e con il 30 % di solido. Ci si attende infatti, che andando ad aumentare la quantità di solido presente in soluzione, la girante faccia più fatica a sospendere il solido e che, di conseguenza, il fluido all'interno del reattore risenta di queste fluttuazioni le quali si ripercuotono direttamente sui tempi di miscelazione.

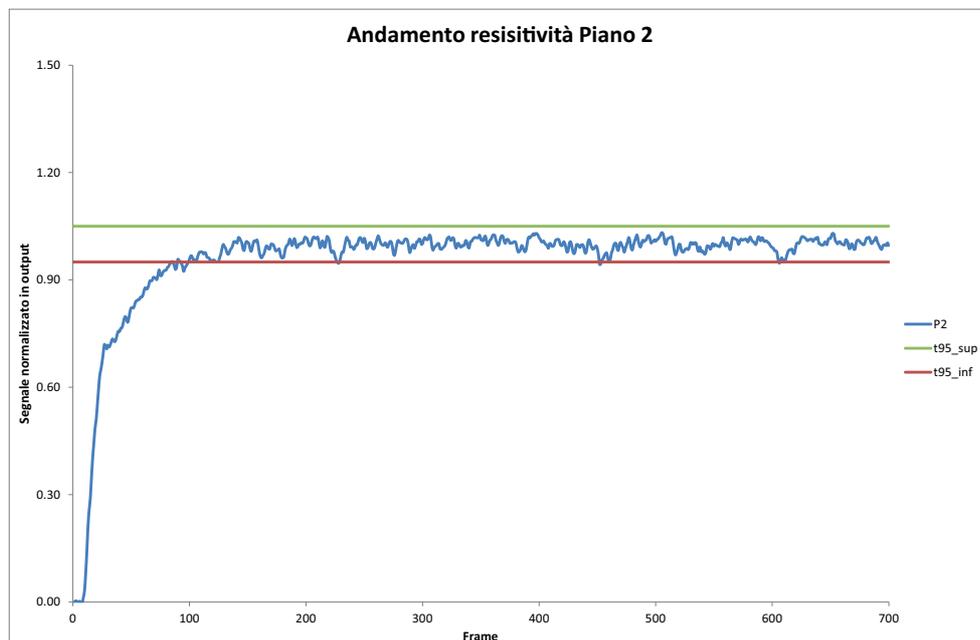
Dall'andamento dei grafici ottenuti per la girante A310 si può affermare come la velocità critica della girante sia quella 700 rpm, infatti a questo regime di rotazione, non si ha la potenza necessaria a garantire una sospensione uniforme del solido a causa dei moti convettivi sul fondo del reattore. Questo fa sì che la potenza della girante fluttui in base alla quantità di solido che si trova nelle vicinanze della girante stessa. Queste fluttuazioni causano di moti turbolenti diretti dal basso verso l'alto i quali caratterizzano

l'andamento dei valori di  $R'$ .

A  $N = 800$  rpm con il 30% di solido, le fluttuazioni indotte dal moto della fase solida, sono meno marcate, in quanto le sfere di vetro sono quasi completamente sospese dal fondo del reattore.

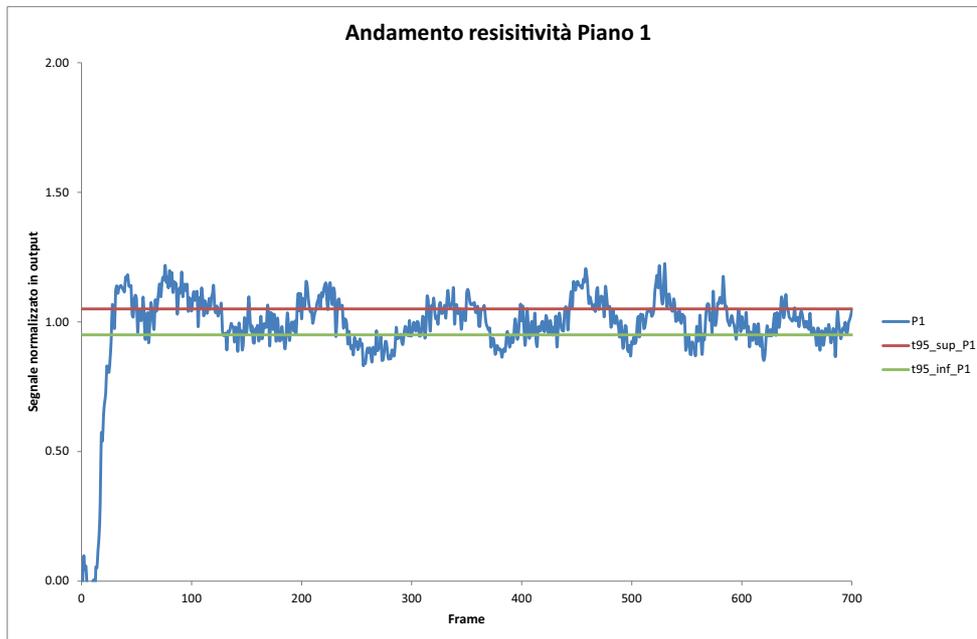


(a)

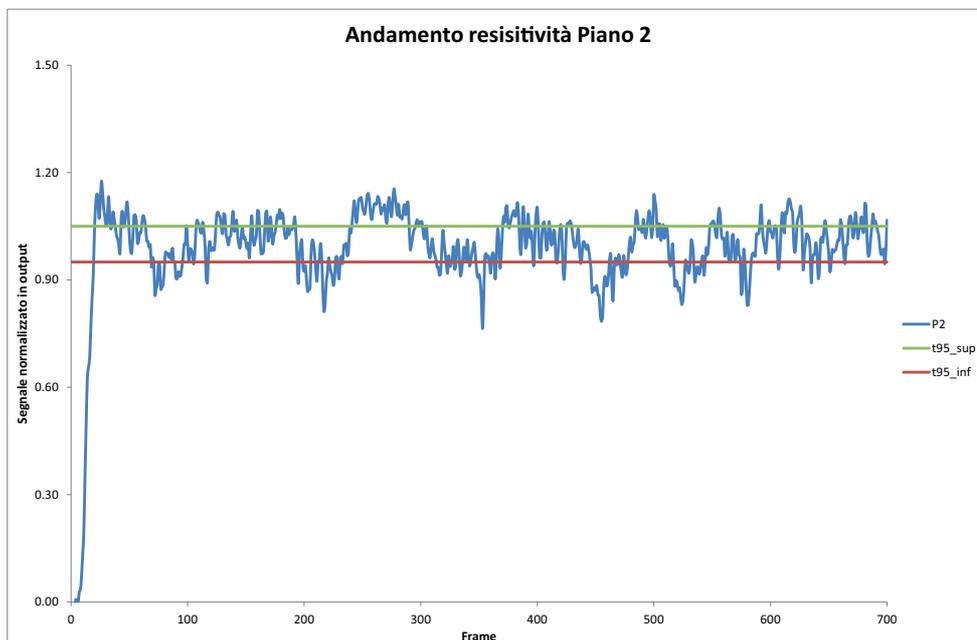


(b)

**Figura 12.1:** Andamento di  $R'$  in funzione del numero di frames dell'analisi per le analisi condotte per  $N = 600$  rpm al 10% di solido per il piano 1(a) ed il piano 2 (b)

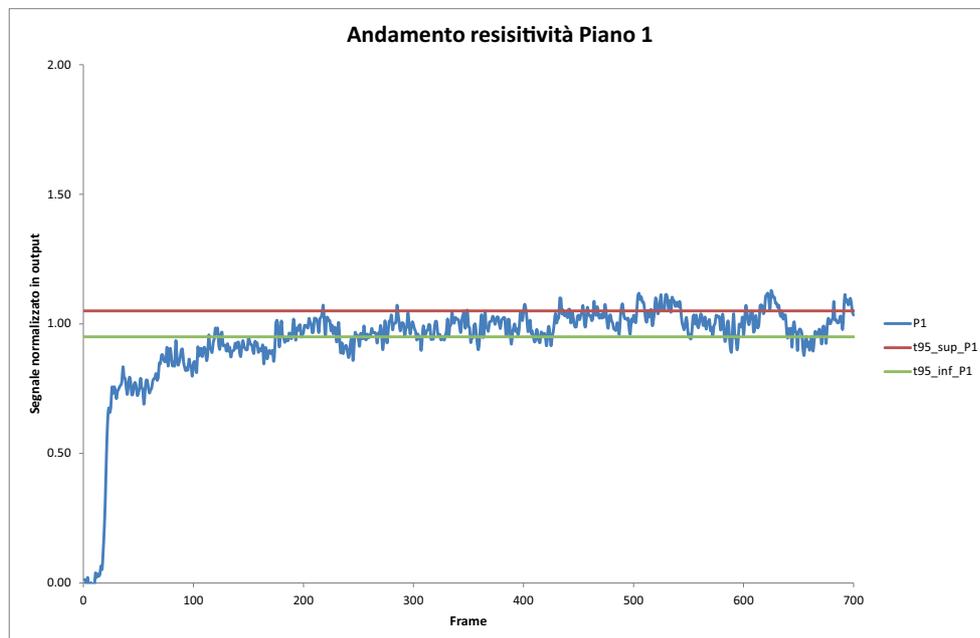


(a)

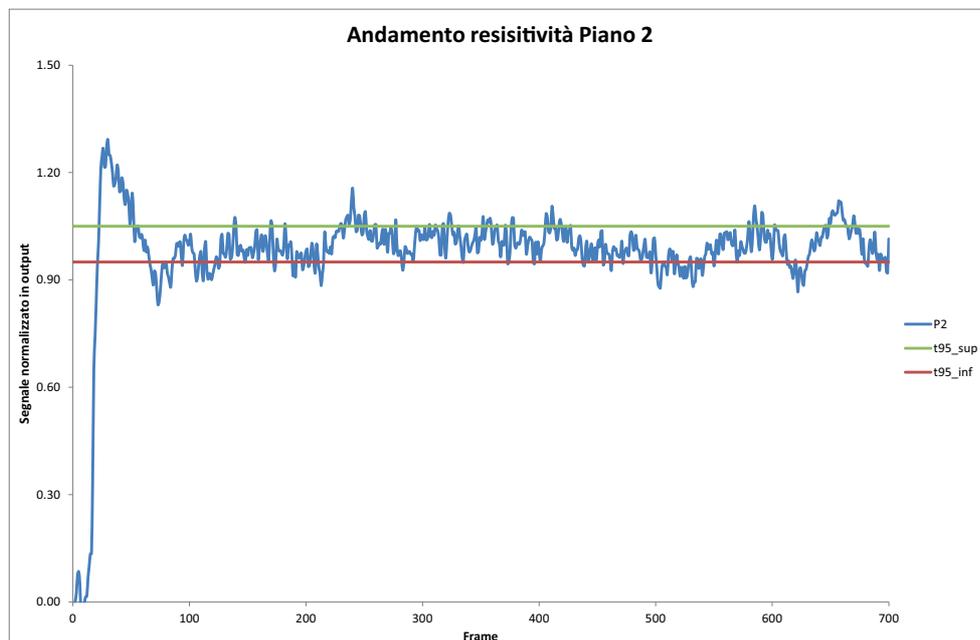


(b)

**Figura 12.2:** Andamento di  $R'$  in funzione del numero di frames dell'analisi per le analisi condotte per  $N = 700$  rpm al 20% di solido per il piano 1(a) ed il piano 2 (b)



(a)



(b)

**Figura 12.3:** Andamento di  $R'$  in funzione del numero di frames dell'analisi per le analisi condotte per  $N = 800$  rpm al 30% di solido per il piano 1(a) ed il piano 2 (b)

## 12.2 Analisi Risultati Tempi di Miscelazione PBT\_DOWN

Dall'andamento dei grafici riportati per le analisi a diversi regimi di rotazione della girante e a crescenti concentrazioni di solido, si nota come l'andamento del parametro  $R'$  non sia disturbato come nel caso della girante A310 nemmeno alle più alte concentrazioni di solido.

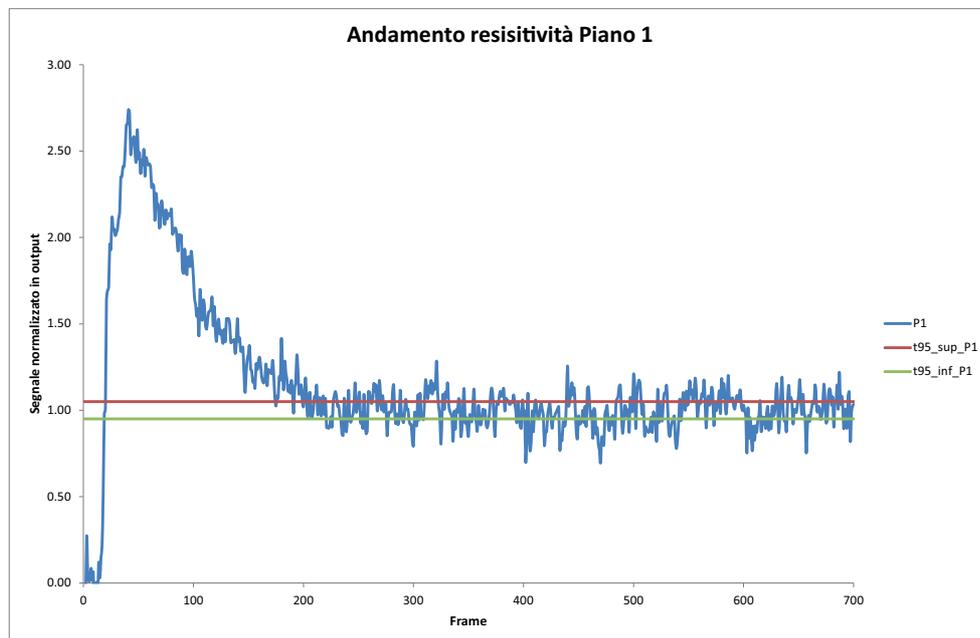
Anche in questo caso si nota come la presenza del solido, vada ad influire sui tempi di miscelazione  $\theta_M$  della soluzione salina iniettata.

Il numero di potenza  $P_0$  della PBT\_DOWN è maggiore rispetto a quello della turbina A310, quindi la girante è meno soggetta alle fluttuazioni dovute alle variazioni di densità del fluido pompato. Si noti infatti, come alle alte concentrazioni di solido, 20 e 30%, l'andamento della curva relativa a  $R'$  non sia disturbato come nel caso della A310 a parità della concentrazione di solido.

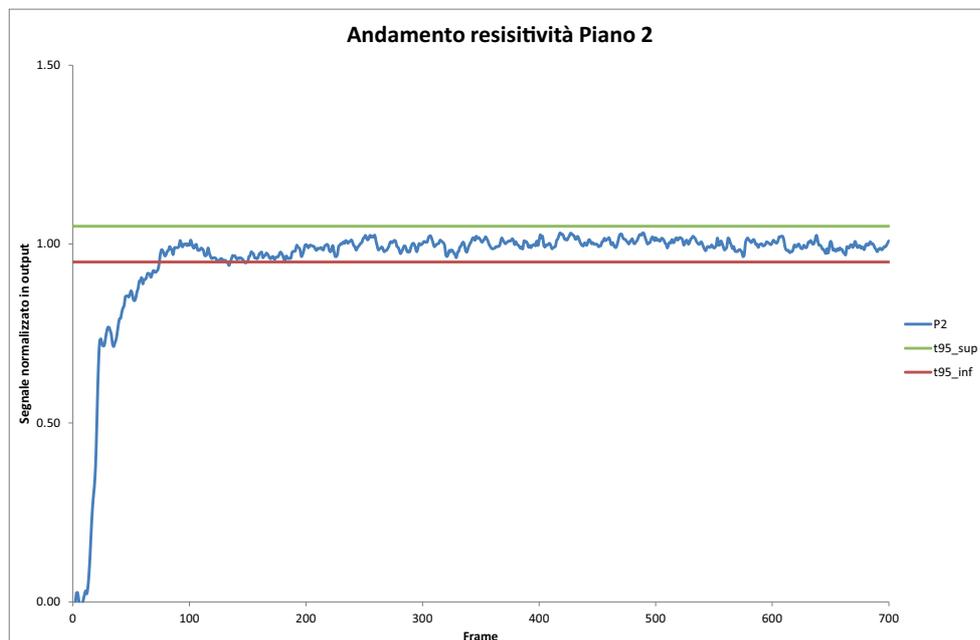
Questo permette di dire, come nel caso della PBT\_DOWN, i moti convettivi diretti dal basso verso l'alto, influiscano in modo minore i tempi di miscelazione.

I grafici 12.8 e 12.7, riportano l'andamento dei dati sperimentali per il sistema bifase solido-liquido rispetto ai dati teorici calcolati con l'equazione 9.4. Si noti come a parità del numero di rotazioni per minuto della girante, il valore di  $\theta_M$  si sempre maggiore di quello calcolato per il sistema monofase come riportato in tabella 12.2.

E' chiaro quindi, come la presenza di una seconda fase dispersa di natura solida, ostacoli la miscelazione della soluzione salina all'interno del reattore.

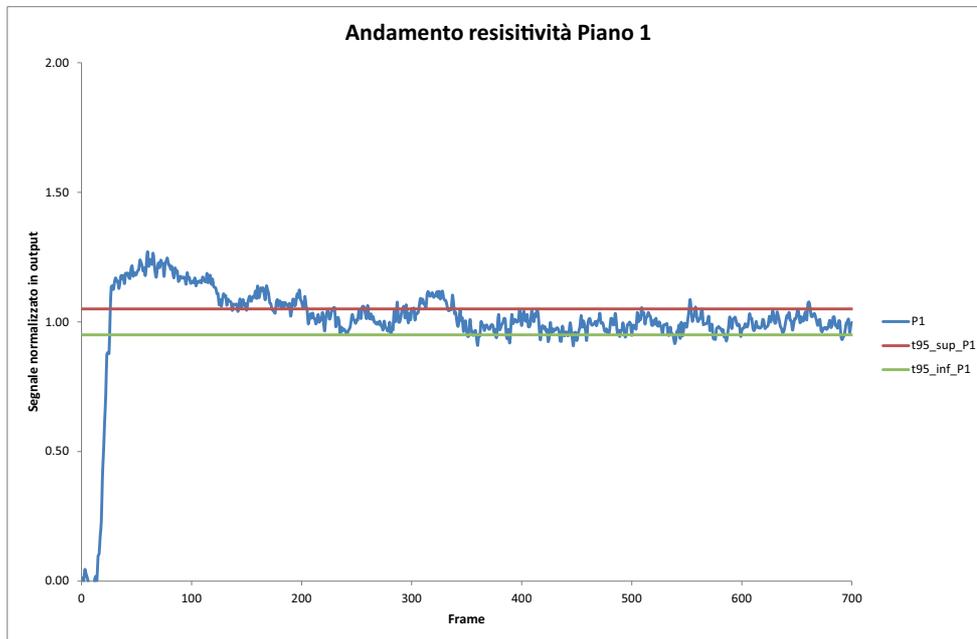


(a)

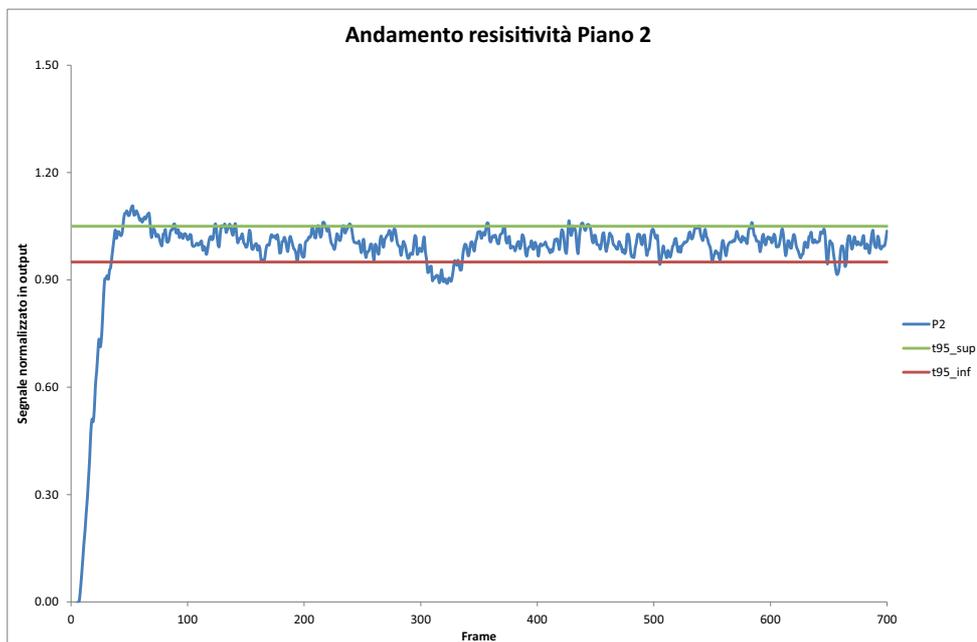


(b)

**Figura 12.4:** Andamento di  $R'$  in funzione del numero di frames dell'analisi per le analisi condotte per  $N = 600$  rpm al 30% di solido per il piano 1(a) ed il piano 2 (b)

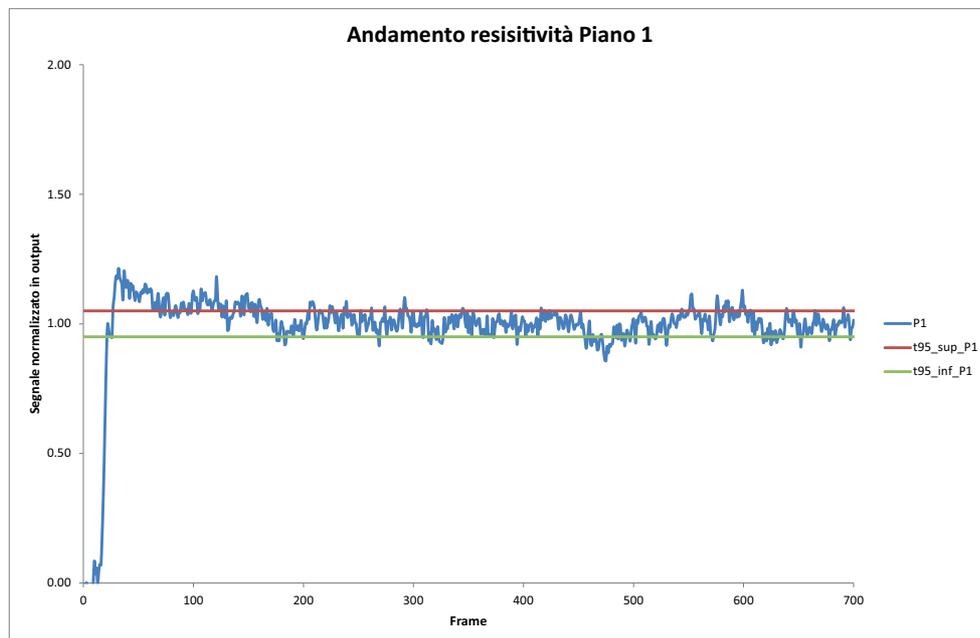


(a)

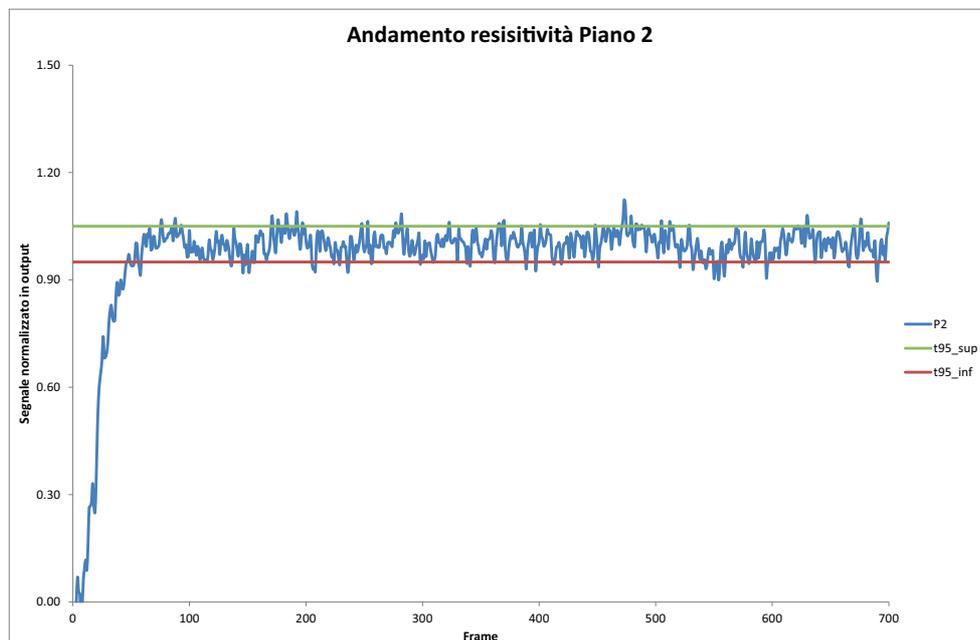


(b)

**Figura 12.5:** Andamento di  $R'$  in funzione del numero di frames dell'analisi per le analisi condotte per  $N = 700$  rpm al 20% di solido per il piano 1(a) ed il piano 2 (b)

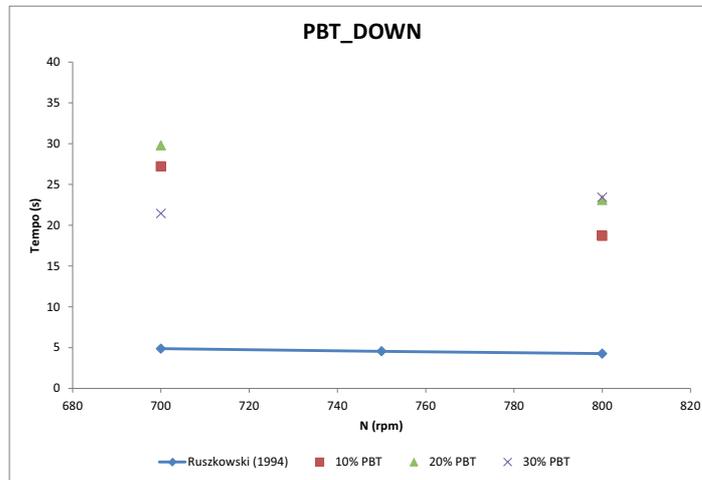


(a)

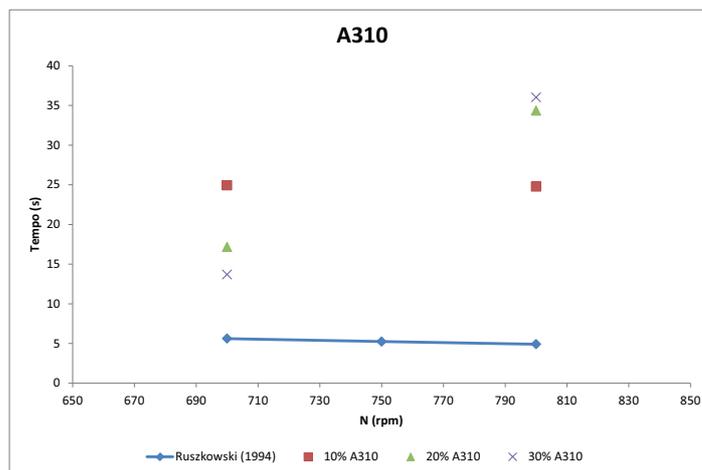


(b)

**Figura 12.6:** Andamento di  $R'$  in funzione del numero di frames dell'analisi per le analisi condotte per  $N = 800$  rpm al 30% di solido per il piano 1(a) ed il piano 2 (b)



**Figura 12.7:** Andamento dei dati sperimentali dei tempi di miscelazione per il sistema bifase solido-liquido rispetto al valore teorico per il monofase per la girante PBT\_DOWN



**Figura 12.8:** Andamento dei dati sperimentali dei tempi di miscelazione per il sistema bifase solido-liquido rispetto al valore teorico per il monofase per la girante A310

# Capitolo 13

## Conclusioni

Negli ultimi anni si è sviluppato nell'industria chimica un notevole interesse al miglioramento e allo sviluppo di nuove tecniche di misura per il monitoraggio in continuo dei reattori e delle varie apparecchiature che costituiscono un impianto chimico.

Il controllo di processo, richiede l'applicazione di tecniche non invasive e affidabili. Negli ultimi anni, vi è stato un notevole sforzo nella ricerca tramite l'applicazione di tecniche UV e NIR per il monitoraggio degli aspetti chimici del processo. Tuttavia, per comprendere appieno le performance di un impianto, è necessario monitorare anche gli aspetti fisici, in modo da correlare la chimica delle reazioni alle apparecchiature da utilizzare nello scale-up di un processo. Lo sviluppo, in anni recenti, della ERT come tecnica non invasiva, costituisce uno strumento potente per il monitoraggio a basso costo di una serie di parametri importanti per il controllo e l'analisi dei processi di miscelazione.

Questa tecnica è particolarmente adatta al monitoraggio di sistemi bifase e consente, in fase di scale-up, di identificare e predire quali siano i parametri critici da considerare nello studio della realizzazione di un nuovo processo, o nel miglioramento dei processi attuali. In questo lavoro di tesi, sono state analizzate diverse configurazioni possibili per un reattore agitato meccanicamente.

Si è analizzato un sistema bifase gas-liquido, ricavando dei profili di hold-up della fase gassosa per 4 diverse giranti. I risultati sperimentali ottenuti, hanno dimostrato una buona correlazione con la letteratura presente per la turbina Rushton e la PBT\_DOWN,

dimostrando come la tecnica ERT sia in grado di identificare i vari regimi di flusso e all'interno di un reattore carico delle giranti e le transizioni tra le condizioni di ingolfamento e di completa dispersione del gas, anche per le turbine A310 e PBT\_UP, per le quali la letteratura in merito è quasi assente.

Il sistema bifase solido-liquido, è stato successivamente studiato per verificare le potenzialità della tecnica ERT nel monitoraggio della sospensione di particelle solide in soluzione, confermando come la tecnica sia adatta alla misurazione in situ delle dinamiche di sospensione della fase solida a differenti percentuali volumetriche all'interno di un reattore agitato meccanicamente.

Gli ultimi casi studio considerati in questo lavoro di tesi, sono stati inerenti ai meccanismi di miscelazione di una soluzione salina satura in reattori bifase, costituiti dai sistemi considerati in precedenza.

I risultati sperimentali ottenuti per i tempi di miscelazione con le diverse giranti utilizzate, dimostrano essere in buon accordo con i dati presenti in letteratura. E' possibile quindi concludere che la tecnica ERT applicata in questo lavoro, sia estremamente versatile nel monitoraggio di diversi parametri tramite le proprietà elettriche del sistema oggetto di studio.

Trattandosi di una tecnica non invasiva, è possibile utilizzarla in modo trasversale e con gli stessi risultati, sia nello scale-up di un processo, sia nel monitoraggio di un impianto già avviato.

E' importante notare come, la maggior parte delle tecniche utilizzate per studiare la miscelazione in reattori agitati, si basi sulle proprietà ottiche del sistema. L'utilizzo di questi metodi di analisi, richiede che i reattori, almeno nella fase di scale up, siano costruiti in materiale trasparente come plexiglas o vetro.

Le tecniche ottiche hanno inoltre, la limitazione dovuta alla necessità di operare con miscele otticamente trasparenti e quindi con basse concentrazioni della fase dispersa.

Questo pone serie limitazioni alla casistica che è possibile studiare, infatti processi che richiedono elevate pressioni o temperature per essere portati a termine non possono essere studiati, nemmeno a livello di laboratorio con le tipologie di reattori descritte in prece-

denza.

Proprio per queste ragioni, la ERT sta acquistando piede nel monitoraggio online dei processi sin dallo scale up.



# Bibliografia

- [1] *Mixing in the Process Industry Second Edition*. Butterworth-Heinemann Ltd, 1992.
- [2] *Process Tomography: Principles, techniques and applications*. Butterworth-Heinemann Ltd, 1995.
- [3] *Handbook of Industrial Mixing: Science And Practice*. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2003.
- [4] R. L. Bates, P. L. Fondy, and R. R. Corpstein. An examination of some geometric parameters of impeller power. *IandEC Process Design and Development*, 2(4):310–314, 1963.
- [5] P. J. Holden, M. Wang, R. Mann, F. J. Dickin, and R. B. Edwards. Imaging stirred-vessel macromixing using electrical resistance tomography. *AIChE Journal*, 44(4):780–790, 1998.
- [6] H. Jin, M. Wang, and R. A. Williams. Analysis of bubble behaviors in bubble columns using electrical resistance tomography. *Chemical Engineering Journal*, 130(2-3):179–185, 2007.
- [7] H. Jin, S. Yang, M. Wang, and R. A. Williams. Measurement of gas holdup profiles in a gas liquid cocurrent bubble column using electrical resistance tomography. *Flow Measurement and Instrumentation*, 18(5-6):191–196, 2007.
- [8] R. Mann, F.J. Dickin, M. Wang, T. Dyakowski, R.A. Williams, R.B. Edwards, A.E. Forrest, and P.J. Holden. Application of electrical resistance tomography to interro-

- gate mixing processes at plant scale. *Chemical Engineering Science*, 52(13):2087–2097, 1997.
- [9] A. W. Nienow. On impeller circulation and mixing effectiveness in the turbulent flow regime. *Chemical Science and Engineering*, 52:2557–2565, 1997.
- [10] A. Paglianti. Simple model to evaluate loading/flooding transition in aerated vessels stirred by rushton disc turbines. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 80(4):660–664, 2002.
- [11] L. Pakzad, F. Ein-Mozaffari, and P. Chan. Measuring mixing time in the agitation of non-newtonian fluids through electrical resistance tomography. *Chemical Engineering and Technology*, 31(12):1838–1845, 2008.
- [12] L. Pazard. Using electrical resistance tomography ERT and computational fluid dynamics CFD to study the mixing of pseudoplastic fluids with a SCABA 6SRGT impeller. Master's thesis, Ryerson University.
- [13] T.L. Rodgers and A. Kowalski. An electrical resistance tomography method for determining mixing in batch addition with a level change. *Chemical Engineering Research and Design*, 88(2):204 – 212, 2010.
- [14] S. J. Stanley. Tomographic imaging during reactive precipitation in a stirred vessel: Mixing with chemical reaction. *Chemical Engineering Science*, 61(24):7850–7863, 2006.
- [15] S. J. Stanley and G. T. Bolton. A review of recent electrical resistance tomography ERT applications for wet particulate processing. *Particle and Particle Systems Characterization*, 25(3):207–215, 2008.
- [16] S. J Stanley, R. Mann, and K. Primrose. Tomographic imaging of fluid mixing in three dimensions for single-feed semi-batch operation of a stirred vessel. *Chemical Engineering Research and Design*, 80(8):903–909, 2002.

- 
- [17] M. S. Takriff, A. A. Hamzah, S. K. Kamarudin, and J. Abdullah. Electrical resistance tomography investigation of gas dispersion in gas-liquid mixing in an agitated vessel. *Journal of Applied Sciences*, 9(17), 2009.
- [18] M. Wang, A. Dorward, D. Vlaev, and R. Mann. Measurements of gas-liquid mixing in a stirred vessel using electrical resistance tomography ERT. *Chemical Engineering Journal*, 77(1-2):93–98, 2000.
- [19] M. Wang, R. Mann, and F. J. Dickin. Electrical resistance tomographic sensing systems for industrial applications. *Chemical Engineering Communications*, 175:49–70, 1999.

