

Università degli Studi di Padova – Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in Ingegneria Chimica e dei Materiali

Relazione per la prova finale
***«Analisi e sviluppo del reattore a flusso Taylor-Couette
per la sintesi di nanoparticelle silicee su larga scala»***

Tutor universitario: Prof. Alessandro Martucci

Laureando: Niki Balestrieri

ID 2001512

Padova, 18/07/2023

Analisi e sviluppo di un **prototipo** sperimentale
di reattore a flusso **Taylor-Couette**



Passaggio da **un processo
in batch** a uno **in continuo**



Utilizzato per la sintesi di **nanoparticelle silicee**
ad uso farmaceutico



Tramite **metodo sol-gel**



Valutazione di **scale-up**



Per aumentare la **produzione industriale**

Analisi e sviluppo di un **prototipo** sperimentale
di reattore a flusso **Taylor-Couette**



Passaggio da **un processo
in batch** a uno **in continuo**



Primo aspetto sperimentale



Utilizzato per la sintesi di **nanoparticelle silicee**
ad uso farmaceutico



Tramite **metodo sol-gel**



Secondo aspetto sperimentale



Valutazione di **scale-up**



Per aumentare la **produzione industriale**



Terzo aspetto sperimentale

Ricerca di un reattore in continuo
adatto allo scopo aziendale



Reattore a **flusso Taylor-Couette**

Studiare la **fluidodinamica**
e le **condizioni operative**



Parametri operativi per ottenere un flusso
stabile, controllato e riproducibile

Analisi della **chimica di processo**



Reattore **conciliabile** con una produzione
tramite metodo **sol-gel**

Dimensionamento e
geometria del prototipo



Parametri strutturali coerenti e
su ratios costanti per scalabilità

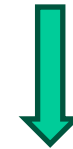


Materiali di produzione

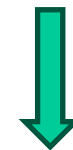
Ricerca di un reattore in continuo
adatto allo scopo aziendale



Reattore a **flusso Taylor-Couette**



Reattore **versatile e modellabile** in
base alle necessità produttive



Challenge:
complessità fenomenologica
dei regimi di moto



Controllo del flusso



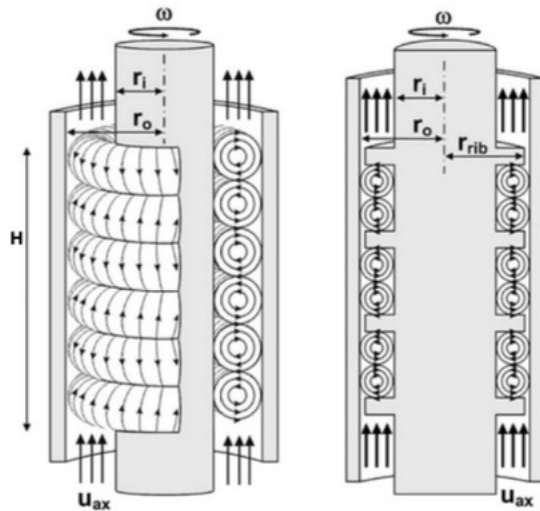
Efficienza



Sicurezza



Riproducibilità



Due cilindri concentrici in cui il fluido si trova in movimento nella cavità anulare



Cilindro **esterno**: guscio fisso
Cilindro **interno**: rotore



I reagenti vengono **continuamente profusi**



Si genera una **differenza di pressione**

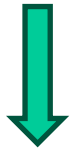


Flusso generato dalla rotazione del rotore + Flusso generato dalla differenza di pressione

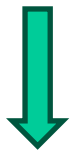


FLUSSO DI TAYLOR-COUETTE + FLUSSO ASSIALE

Numero di Taylor



$$Ta = Re_{cyl} = \frac{\omega_i \cdot r_i \cdot d}{\nu}$$



$$Ta = 4 \cdot Re^2 \cdot \left(\frac{1 - \Lambda}{1 + \Lambda} \right)$$



Numero caratteristico



Anche noto come numero di Reynolds
del cilindro



Mette in relazione le **forze centrifughe**
con le **forze viscosse**

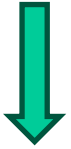


Valori crescenti di Ta rappresentano
crescenti valori di **turbolenza**

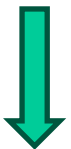


Caso specifico per sezione anulare

**Numero di
Reynolds assiale**



$$Re_{ax} = \frac{u_{ax} \cdot 2 \cdot d_{eq}}{\nu}$$



$$Re = \frac{\omega_i \cdot r_i (r_o - r_i)}{\nu}$$



Importante fattore adimensionale



Mette in relazione la **velocità assiale**
con le **forze viscosse**



Indicativo del passaggio da un **moto laminare** a uno **turbolento**



Valori crescenti di Re rappresentano
crescenti valori di **turbolenza**



Caso specifico per sezione anulare

Velocità angolare (ω_i)
aumenta



Numero di Taylor (Ta)
aumenta



**Ta raggiunge
valore critico**

$$Ta_{c1} = \frac{1}{0.1556^2} \cdot \frac{(1 + \Lambda)^2}{2\Lambda \sqrt{(1 - \Lambda)(3 + \Lambda)}}$$



Comparsa di **vortici toroidali**
simmetrici e contro-rotanti



Instabilità centrifuga

Influenza del **flusso assiale**
sui vortici

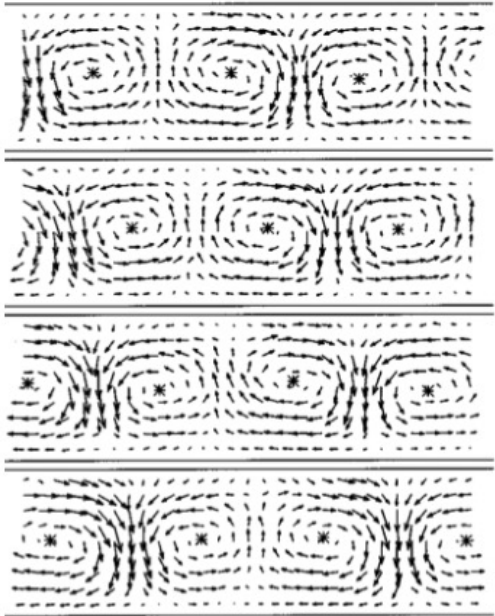
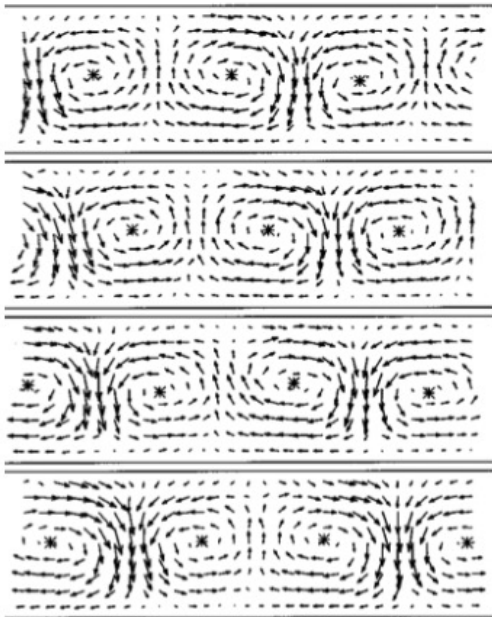
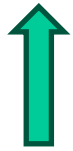


Figura 2.6: Vortici toroidali contro-rotativi nel flusso Taylor-Couette.

La miscelazione avviene non all'interno del singolo vortice ma **tra molteplici**



Comparsa di **vortici toroidali**
simmetrici e contro-rotanti



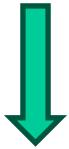
Instabilità centrifuga

Influenza del **flusso assiale**
sui vortici



Figura 2.6: Vortici toroidali contro-rotativi nel flusso Taylor-Couette.

Percorso verso la turbolenza



(a)



Flusso laminare
a vortici

$$Ta_{c1}$$



(b)

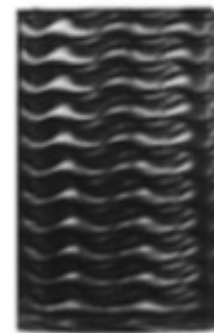


Flusso laminare
a vortici ondulati

$$Ta_{c2}$$



(c)

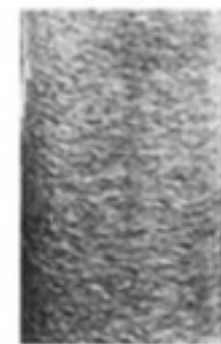


Flusso laminare
a vortici
ondulati modulati

$$Ta_{c3}$$



(d)



Flusso **turbolento**

Percorso verso la turbolenza



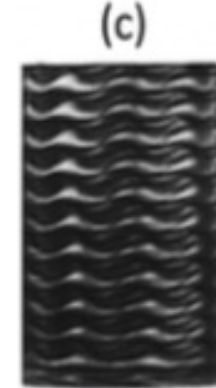
Flusso laminare
a vortici

$$Ta_c < Ta < 800$$



Flusso laminare
a vortici ondulati

$$800 < Ta < 2000$$



Flusso laminare
**a vortici
ondulati modulati**

$$2000 < Ta < 10000$$



Flusso **turbolento**

$$15000 < Ta$$

Percorso verso la turbolenza

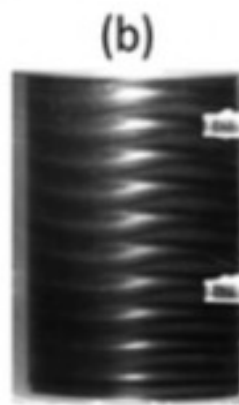
$Re = 93$



Flusso laminare
a vortici

$Ta_c < Ta < 800$

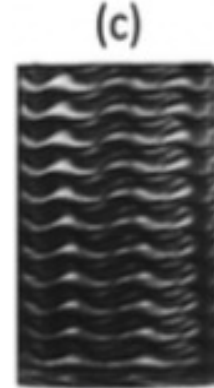
$Re = 104$



Flusso laminare
a vortici ondulati

$800 < Ta < 2000$

$Re = 301$



Flusso laminare
**a vortici
ondulati modulati**

$2000 < Ta < 10000$

$Re = 601$



Flusso **turbolento**

$15000 < Ta$

➔ Soluzione delle equazioni
di **Navier-Stokes**

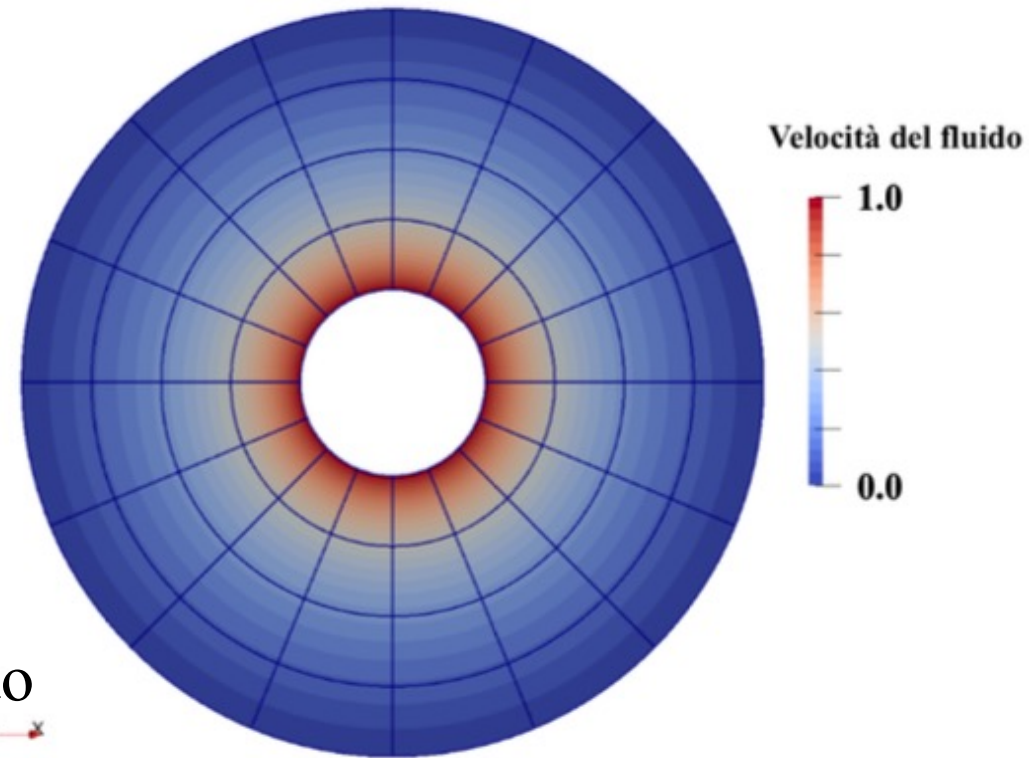
➔
$$\frac{\delta^2 u_\theta}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta u_\theta}{\delta r} - \frac{u_\theta}{r^2} = 0$$

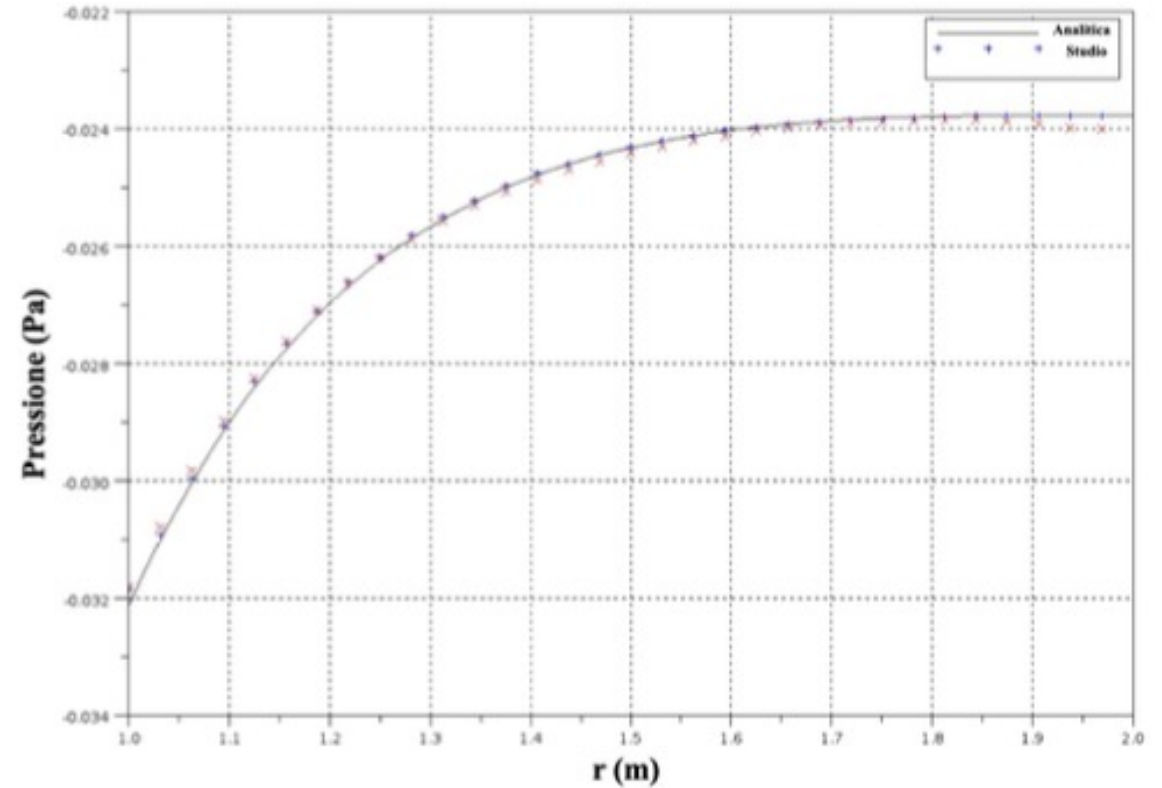
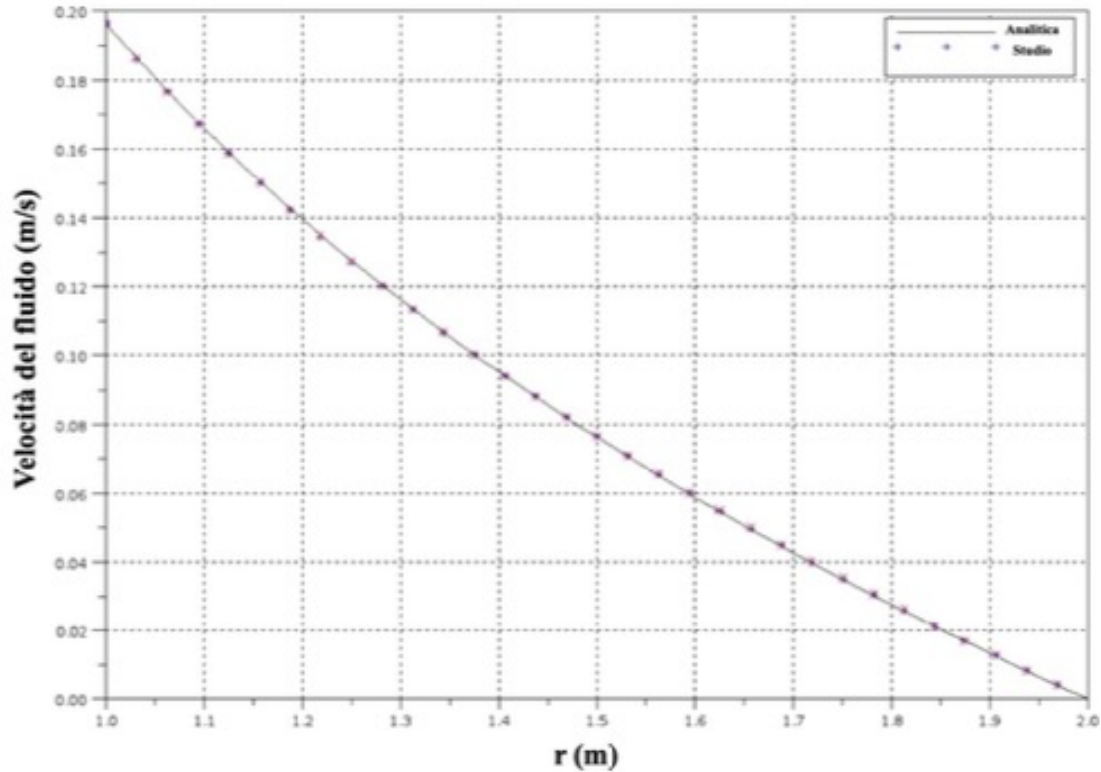
➔
$$\frac{\rho \cdot u_\theta^2}{r} = \frac{-\delta P}{\delta r}$$

➔ **Condizioni iniziali e condizioni a contorno**
(eventuali slide approfondite a fine presentazione)

➔ **Variazione della velocità azimutale del fluido
e della pressione**

(Tramite CFD Solver)





Variazione della **velocità azimutale** del fluido
e della **pressione**

(Tramite CFD Solver)



Reagenti:

Acqua
Ammoniaca
Etanolo
Fruttosio
TEOS



Stato liquido

Sistema multifase

(eventuali slide approfondite a fine presentazione)



Prodotto:
Nanoparticelle
di silice



Stato solido

**Numero di
Sherwood**

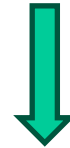
$$Sh = \frac{k_l \cdot b}{D_i}$$



**Rapporto tra trasferimento di massa
sulla lunghezza caratteristica su
trasferimento di massa diffusivo**



**Diminuisce
all'aumentare di Re_{ax}**



**Aumenta
all'aumentare di Ta**

Metodo SOL-GEL



Materiali **solidi** da
precursori **liquidi**



**Idrolisi e
condensazione**



Controllo:

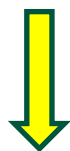
- **Dimensione**
- **Dispersità**
- **Forma**
- **Porosità**



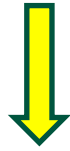
Soluzione
colloidale



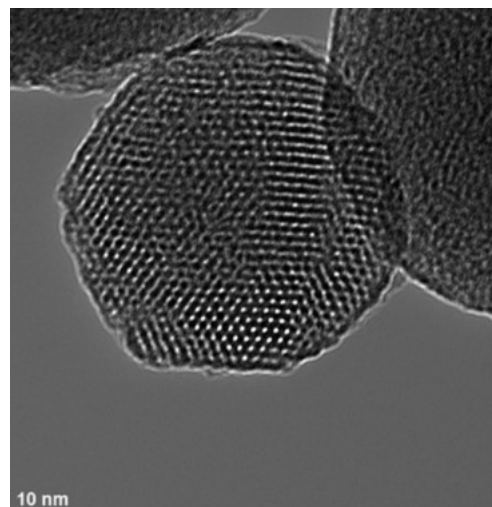
Condizioni
basiche



Reticolo
tridimensionale



Condizioni
acide



**Metodo
SOL-GEL**



**Idrolisi e
condensazione** dei
reagenti per formare il
SOL



Etanolo: solvente
Acqua: idrolisi TEOS
Fruttosio: insolubile in etanolo
Ammoniaca: cinetica



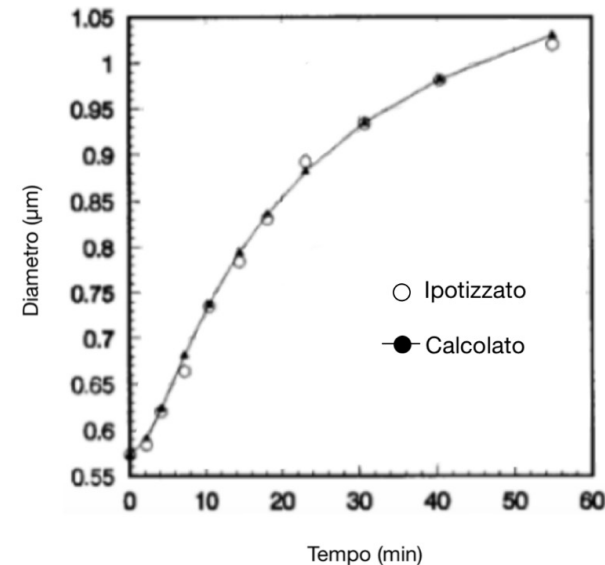
Formazione dei nuclei
di silice

+

TEOS: precursore della
silice



Crescita dei nuclei
GEL



**Metodo
SOL-GEL**



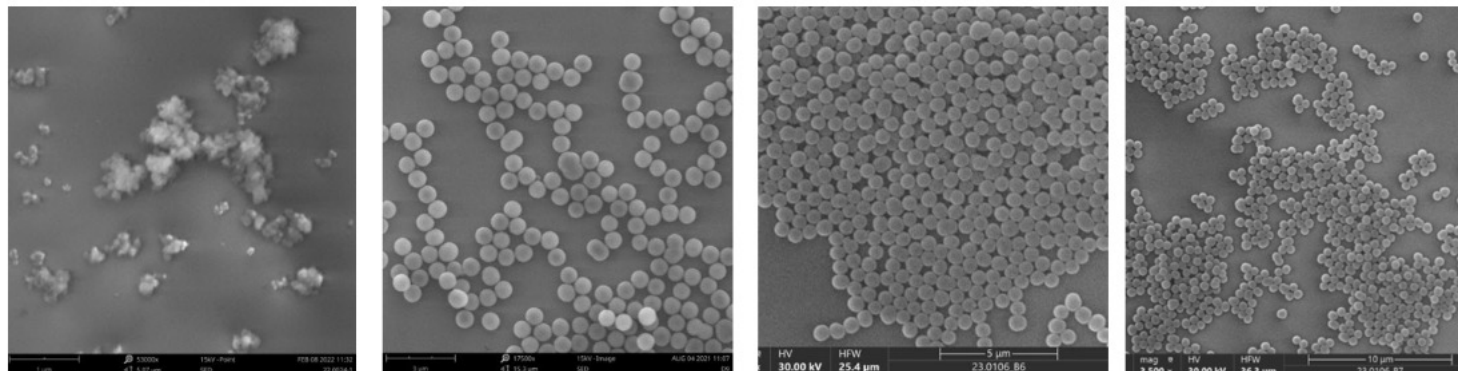
Condensazione dei
reagenti per formare il
SOL



Etanolo: solvente
Acqua: idrolisi TEOS
Fruttosio: insolubile in etanolo
Ammoniaca: cinetica

	BC-A0004-180	BC-A0007-043	BP-A00007-080	BP-A00007-083	BP-A00007-084
T(C)	25	25	25	25	25
Tempo (h)	20	6-7*	4-5	3-4	1-2
NH ₃ (mL)	0	1.5	4.5	6.0	7.5
pH	9.91	11.61	12.22	12.41	12.70
Area (m ² /g)	117	630	404	393	314
Dimensione del poro (nm)		4	3.4	3.4	3.9

*Dati ottenuti per estrapolazione



**Tempo
di permanenza**



Breve:

- particelle piccole e uniformi
- non ho formazione di aggregati

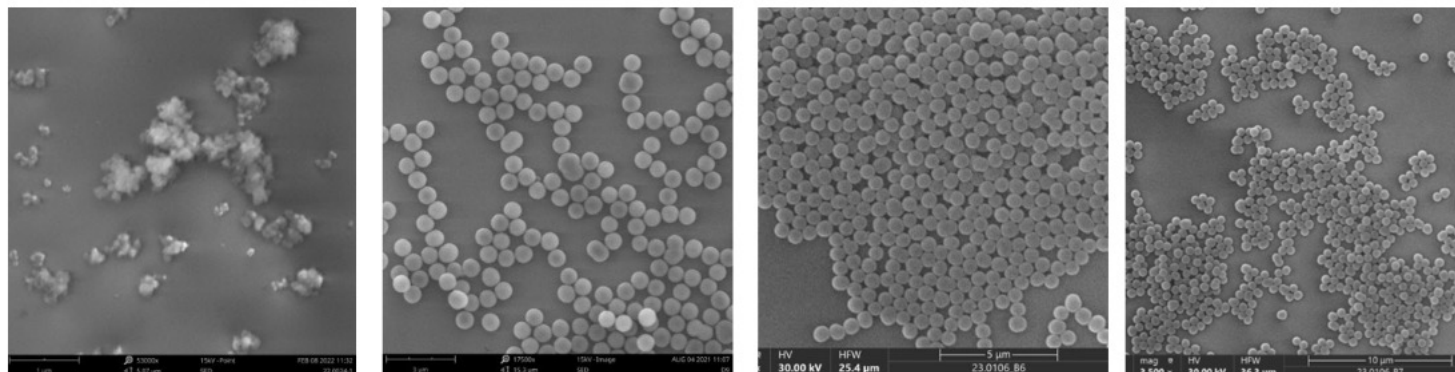


Troppo breve:
minor conversione

Eccessivo:
minor capacità produttiva

	BC-A0004-180	BC-A0007-043	BP-A00007-080	BP-A00007-083	BP-A00007-084
T(C)	25	25	25	25	25
Tempo (h)	20	6-7*	4-5	3-4	1-2
NH ₃ (mL)	0	1.5	4.5	6.0	7.5
pH	9.91	11.61	12.22	12.41	12.70
Area (m ² /g)	117	630	404	393	314
Dimensione del poro (nm)		4	3.4	3.4	3.9

*Dati ottenuti per estrapolazione



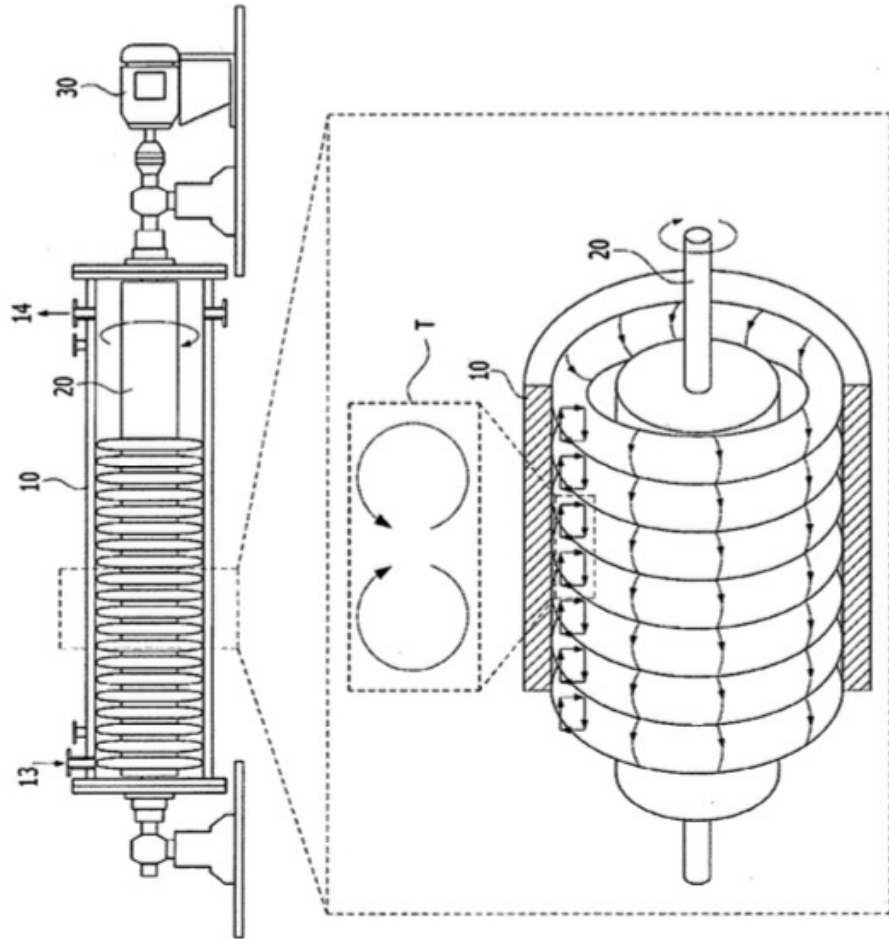


Figura 4.3: Modello schematico del TCR.

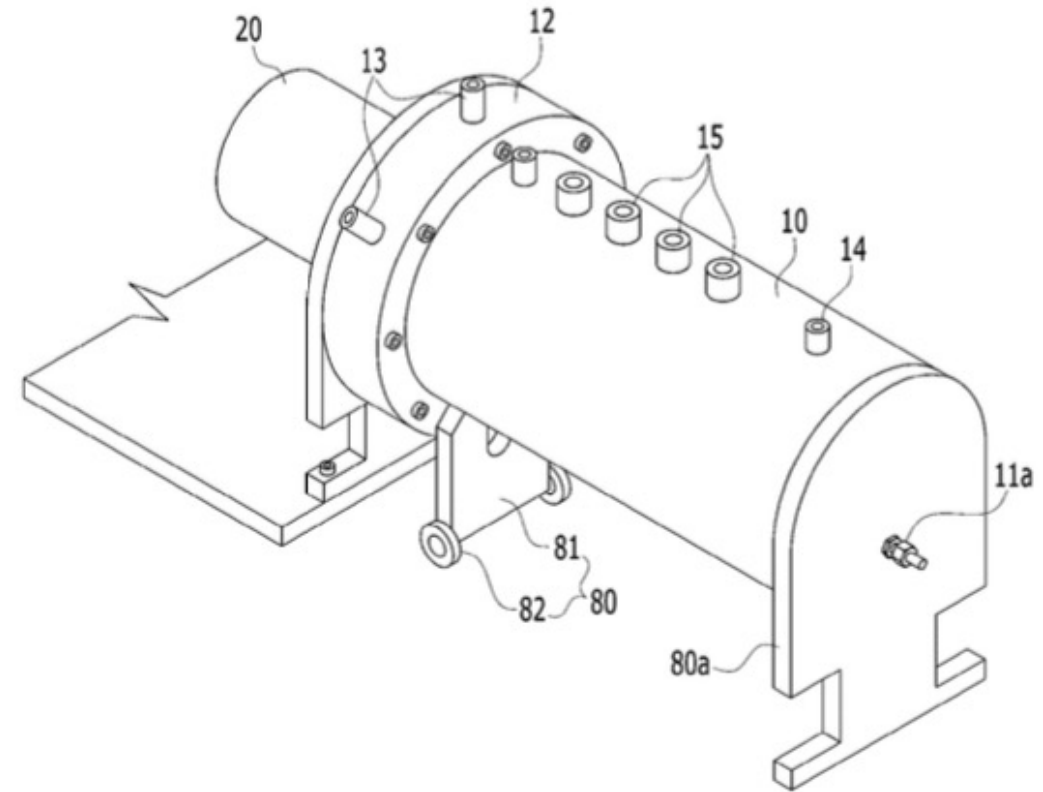


Figura 4.4: Visione prospettica del modello.

Numero	Descrizione
10	Cilindro esterno
11a	Scarico fluidi per pulizia
12	Rivestimento di sostegno al rotore
13	Porte di alimentazione
14	Porta di scarico
15	Porte ausiliarie
20	Cilindro interno
30	Motore di agitazione
80	Primo sostegno
80a	Secondo sostegno
81	Porzione inferiore supporto
82	Rullo di rotolamento
T	Flusso Taylor-Couette

Tabella 4.1: Legenda

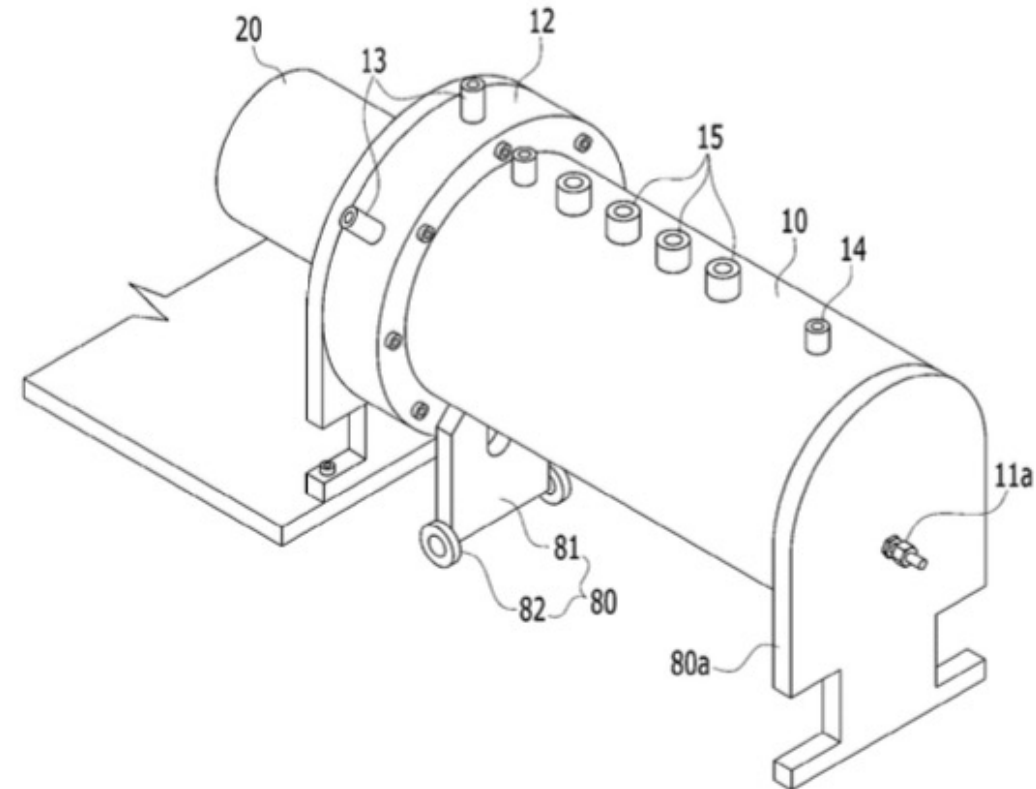


Figura 4.4: Visione prospettica del modello.

	Nomenclatura	Dimensioni	Unità di misura
Raggio interno	r_i	0.0342	m
Raggio esterno	r_o	0.0506	m
Diametro interno	d_i	0.068	m
Diametro esterno	d_o	0.101	m
Cavità anulare	d	0.0165	m
Diametro senza guscio	d_D	0.08585	m
Diametro equivalente	d_{eq}	0.0328	m
Spessore	s	0.01515	m
Lunghezza reattore	H	0.298	m
Aspect ratio	Γ	18.06	
Diameter ratio	Λ	0.673	
Portata volumetrica	\dot{V}	92	$mL \cdot min^{-1}$
Velocità assiale	u_{ax}	0.2363	m/s
Giri al minuto	n	80	rpm
Velocità angolare	ω	0.855	m/s
Numero di Reynolds	Re	10212	
Numero di Reynolds assiale	Re_{ax}	15.67	
Flow rate coefficient	C_W	14857	

Tabella 4.5: Parametri numerici strutturali riassunti.

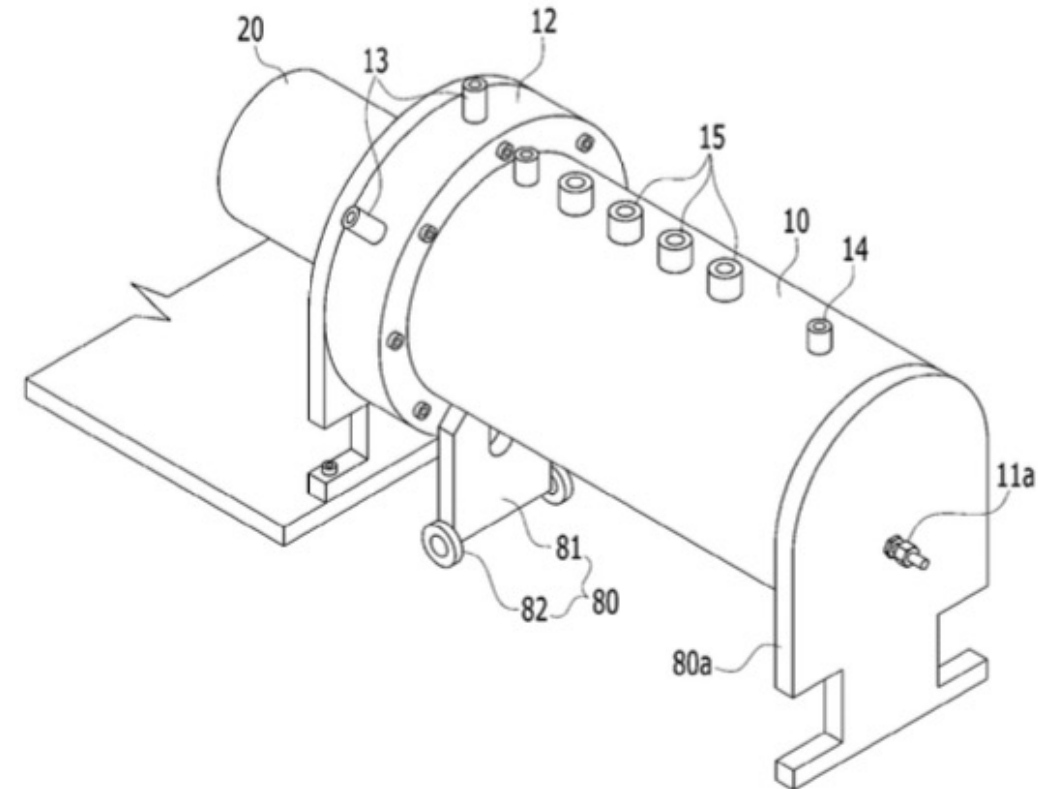


Figura 4.4: Visione prospettica del modello.

Materiali



Lavoro a un
 $\text{pH} \approx 11$



Materiali **resistenti** ad alte
concentrazioni di OH^-



Figura 4.5: Esempio di apparato da laboratorio costruito in Acciaio inossidabile 316L. Qui è mostrato un impianto di estrazione.



Figura 4.6: Esempio di reattore da laboratorio costruito in vetro borosilicato.

➡ **Acciaio inossidabile
316L**

➡ Facilmente lavorabile ➡

➡ **Titanio**

➡ Stress meccanico ➡

➡ **Hastelloy C-276**

➡ Eccellente resistenza
agli agenti chimici ➡

➡ **Vetro borosilicato**

➡ Trasparenza ➡

➡ **Polipropilene**


➡ Economico ➡

- Struttura del TCR
- Parti a contatto con la miscela
- Rotore
- Parti a contatto con la miscela
- Guscio fisso
- Valvole
- Tubazioni

VANTAGGI


 Versatile progettazione


 Parametri scalabili

 Struttura poco
complessa

SVANTAGGI


 Fluidodinamica
complessa

 Poca coerenza tra le
fonti

 Flussi difficilmente
controllabili su grande scala

 Studi effettuati solo su scala
laboratoriale

VANTAGGI

 Adatto alla produzione
con metodo sol-gel

 Miscelazione uniforme

SVANTAGGI

 Scarse o nulle
applicazioni industriali

 Alimentazione solo da
un lato del reattore

 Studi in fase di sviluppo

VANTAGGI



Basso tempo di
permanenza



Particelle piccole e
uniformi

SVANTAGGI



Poca coerenza tra le
fonti

Grazie per l'attenzione

➡ Soluzione delle equazioni
di **Navier-Stokes**

➡
$$\frac{\delta^2 u_\theta}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta u_\theta}{\delta r} - \frac{u_\theta}{r^2} = 0$$

➡
$$\frac{\rho \cdot u_\theta^2}{r} = \frac{-\delta P}{\delta r}$$

➡ **Condizioni iniziali e condizioni a contorno**

➡ **Condizioni iniziali:** velocità e pressione iniziali nulle

➡ **Condizioni a contorno:**

- velocità del fluido in ingresso fissa
- non-slip condition alla parete
- velocità e pressione indipendenti dalle coordinate z e ϑ

➔ Soluzione delle equazioni
di **Navier-Stokes**

➔
$$\frac{\delta^2 u_\theta}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta u_\theta}{\delta r} - \frac{u_\theta}{r^2} = 0$$

➔
$$\frac{\rho \cdot u_\theta^2}{r} = \frac{-\delta P}{\delta r}$$

➔ **Assunzioni**

➔ **Steady state**

➔ **Dominio:** $r \in [0, r]$; $z \in [0, H]$; $\vartheta \in [0, 2\pi]$

➔ **Coordinate:** cilindriche

→ Soluzione delle equazioni
di **Navier-Stokes**

→
$$\frac{\delta^2 u_\theta}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta u_\theta}{\delta r} - \frac{u_\theta}{r^2} = 0$$

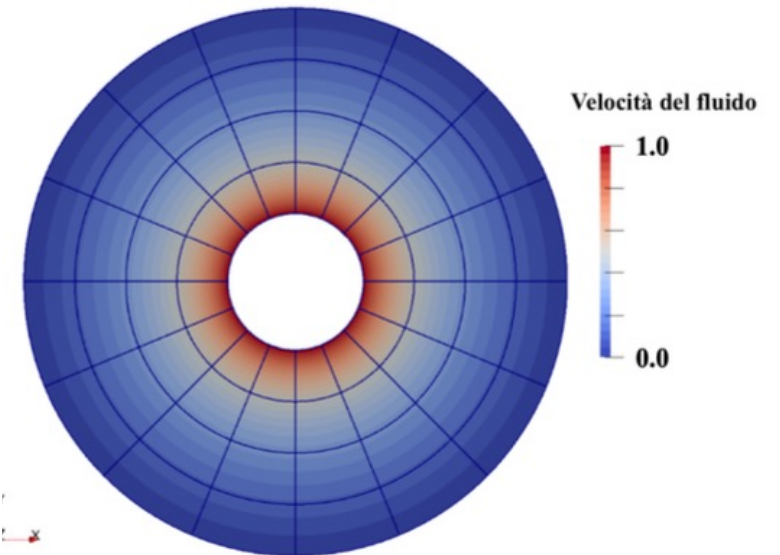
→
$$\frac{\rho \cdot u_\theta^2}{r} = \frac{-\delta P}{\delta r}$$

→
$$u_\theta = A \cdot r + \frac{B}{r}$$

→
$$P_\theta = A^2 \cdot \frac{r^2}{2} + 2A \cdot B \cdot \ln(r) - \frac{B^2}{2 \cdot r^2}$$

→
$$A = -\omega_i \cdot \frac{r_i^2}{r_o^2 - r_i^2}$$

$$B = \omega_i \cdot r_o^2 \cdot \frac{r_i^2}{r_o^2 - r_i^2}$$





Coefficiente di
trasferimento di massa

k



Lato gas trascurabile
Lato liquido no

k_l

Sistema **multifase**



Coefficiente di
trasferimento di massa
volumetrico

$k_l a$

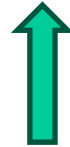


Usata direttamente per calcolare
il flusso di componenti su
interfaccia con la
teoria a due film di Whitman

Sistema **multifase**

Concentrazione
di **equilibrio**

Concentrazione al
confine di fase



Coefficiente di
trasferimento di massa
volumetrico

$$k_L a$$



Usata direttamente per calcolare
il flusso di componenti su
interfaccia con la
teoria a due film di Whitman

Concentrazioni
iniziali e
coefficienti
stechiometrici



Uso la costante
di equilibrio

K



Concentrazione
di equilibrio

Concentrazione
al confine di fase



Distribuzione
delle specie
chimiche **tra fasi**

Numero di
Sherwood



Rapporto tra **trasferimento di massa**
sulla **lunghezza caratteristica** su
trasferimento di massa diffusivo

$$Sh = \frac{k_l \cdot b}{D_i}$$