

## Resumo

O sucesso e eficiência de muitos processos industriais dependem das condições em que são misturadas as matérias primas. O problema da mistura já se coloca há vários anos, tendo sido desenvolvidas diversas formas de mistura e estudados os factores que directa ou indirectamente a influenciam no sentido de rentabilizar a produção e minimizar os custos nela envolvidos. A caracterização do grau de mistura de um reactor constitui um ponto importante para a optimização de qualquer processo que envolva o contacto de várias correntes de reagentes. Os problemas de mistura à escala local, tornam-se mais importantes quando a viscosidade da solução em que são misturados os reagentes é elevada (da ordem dos 100 mPa.s). Para caracterizar os níveis de mistura a esta escala, existem as denominadas reacções teste, que apresentam uma distribuição de produtos que depende desses níveis. Para a implementação destas reacções, em estudos deste tipo, é necessário conhecer a respectiva cinética. Por sua vez, um estudo cinético requer um equipamento apropriado, visto que umas das características essenciais das reacções teste é a sua rapidez.

Nesta dissertação a reacção teste estudada foi a reacção de acoplamento azo entre o l-naftol e o ácido sulfanílico diazotizado.

Numa primeira fase fez-se uma avaliação da aplicabilidade em meios viscosos da técnica de "stopped flow" geralmente usada para efectuar estudos cinéticos de reacções rápidas em meios aquosos. Conclui-se deste estudo que irão surgir problemas de micromistura (segregação) que invalidarão a aplicação desta técnica em meios viscosos.

Uma técnica alternativa, de determinação da cinética em reactor semi-fechado, foi então desenvolvida e o respectivo equipamento dimensionado.

## Abstract

The success and efficiency of many industrial processes depend on the mixing conditions of the raw materials. This problem has been studied for many years and several techniques of mixing were developed and the factors that directly or indirectly influence this phenomenon have been studied, with the aim of improving the production and minimizing its costs. The characterisation of the degree of mixing in a reactor is an important goal in the optimization of processes involving various reactant streams. The problems related with the local mixing scale are more important for high reactant mixture viscosities (of the order of 100 mPa.s). To characterise the degree of mixing at this scale, test reactions that present a product distribution sensitive to mixing were developed. To implement this kind of reactions it is necessary to know the chemicals kinetics, which, in turn, requires appropriate equipment, due to the high velocities of the test reactions.

In this study, it has been considered the azo coupling reactions between the 1-naphthol and diazotized sulfanilic acid.

An evaluation of the applicability of the stopped flow technique in viscous aqueous solutions was done. This technique is generally used to study the kinetics of fast reactions only in aqueous solutions. It was concluded that micromixing problems (segregation) will appear, which will invalidate the application of this technique in viscous solutions.

An alternative technique for the determination of the kinetics in a semi-batch reactor was developed and its apparatus was designed.