

Mestrado Integrado em Engenharia Química

*Estudo de transferência de massa em sistemas
multifásicos numa coluna air-lift*

Tese de Mestrado

de

Ângela Filipa Campos Pereira

Desenvolvida no âmbito da unidade curricular de Dissertação

realizado na

Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto

Orientador na FEUP: **Prof. Fernando Alberto Nogueira da Rocha**

Coorientador: **Doutor António Manuel Azevedo Ferreira**



Universidade do Porto

Faculdade de Engenharia

FEUP

Departamento de Engenharia Química

Julho de 2012

Agradecimentos

Este trabalho não seria possível sem o apoio de algumas pessoas.

Gostaria de agradecer ao Professor Fernando Rocha, por me ter dado a oportunidade de realizar com ele este trabalho e ao Doutor António Ferreira por todo o apoio e orientação durante a realização do trabalho experimental e escrito.

Para a minha família vai a minha profunda gratidão, por me apoiarem em todos os meus sonhos e ajudar-me a torná-los uma realidade. E, finalmente, aos amigos que procuraram sempre oferecer uma palavra de conforto e ajuda, para todos eles vai o meu agradecimento.

“O encanto da vida depende unicamente
das boas amizades que cultivamos”

(Malba Taham)

Resumo

O presente trabalho foi desenvolvido no âmbito da unidade curricular Projeto de Desenvolvimento em Ambiente Académico (PDAA) de Março a Junho de 2012.

O objetivo consistiu em estudar fatores que podem promover ou dificultar o fenómeno de transferência de massa num *air-lift*. Os aspetos mais relevantes estudados foram o efeito da temperatura e a influência da fase sólida. Quanto à fase sólida variou-se o tipo de partículas utilizadas (EPS e PVC) e a sua carga (1%, 3% e 5%). Para esse fim foram usadas partículas de EPS (P424 e P324) cujo diâmetro médio foi de 769,8 μm para as partículas P324, de 591,2 μm para as partículas P424 e de 619,0 μm para o PVC. Todas as partículas utilizadas têm carácter hidrofóbico.

Foi determinado o coeficiente volumétrico $k_L a$, através do método dinâmico, sendo o erro relativo médio de 5%. A divisão de $k_L a$ nos seus componentes individuais foi efetuada, combinando os seus resultados com os obtidos para a recorrendo à ferramenta de análise de imagem.

Verificou-se que o $k_L a$ é influenciado pela temperatura, exibindo valores ligeiramente superiores para temperaturas mais elevadas. A adição dos diferentes sólidos ao sistema bifásico influencia, geralmente, de uma forma negativa o $k_L a$, no entanto registou-se para o PVC influência no $k_L a$ apenas para cargas sólidas superiores a 1%.

Pela técnica de análise de imagem verificou-se que o aumento da temperatura causa um ligeiro aumento do tamanho das bolhas e como consequência existe uma diminuição da área interfacial. A introdução de sólidos de EPS conduz também a uma diminuição da área interfacial, embora a alteração da temperatura não produza diferenças significativas na área interfacial. Tal como referido anteriormente, com os valores da área interfacial foi possível avaliar o coeficiente pelicular k_L , constatando-se que este é mais elevado para 35 °C face aos valores obtidos a 25 °C. Com a introdução de sólidos, os valores de k_L decrescem, especialmente, quando se opera a 35 °C.

Palavras-chave (Tema): Transferência de massa; *air-lift*; $k_L a$; sistema trifásico; temperatura; sólidos

Abstract

This work was developed under the Project Development Course in Academic Environment (PDAA) from March to June 2012.

The aim of this project was to study what promote or hinder the phenomenon of mass transfer in an air-lift. The most important aspects studied were the effect of temperature and the influence of the solid phase. Regarding the solid phase, different types of particles (EPS and PVC) and loads (1%, 3% and 5%) were used. To this end, the EPS particles (P424 and P324) had average diameter of 769,8 μm for the P324 particles, 591,2 μm for the P424 particles and 619,0 μm for PVC. All particles used have hydrophobic character.

The volumetric coefficient $k_L a$ was determined through the dynamic method, with a relative error of 5%. The division of $k_L a$ in its individual components was performed by combining their results with those obtained using the tool for image analysis.

It was found that the $k_L a$ is influenced by temperature, showing slightly higher values for higher temperatures. The addition of the solid phase influences generally in a negative way the $k_L a$, however the PVC influence was registered only for loads higher than 1%.

With the image analysis technique was verified that the increase in temperature causes a slight increase in the size of the bubbles and consequently creates a decrease in interfacial area. The introduction of the solid EPS also leads to a decrease in interfacial area, although the temperature change does not produce significant differences in the interface area. As mentioned above, with the values for interfacial area it was possible to evaluate the k_L coefficient, confirming that this is higher at 35 °C than the values obtained at 25 °C. With the introduction of solid, the k_L values decrease, particularly when operating at 35 °C.

Keywords: mass transfer; *air-lift*; $k_L a$; three-phase system; temperature; solids

Declaração

Declara, sob compromisso de honra, que este trabalho é original e que todas as contribuições não originais foram devidamente referenciadas com identificação da fonte.

Índice

Notação e glossário	i
Lista de figuras	iv
Lista de tabelas	vii
1. Introdução	1
1.1 Transferência de massa.....	1
1.1.1 Transferência de massa gás-líquido	1
1.2 Método para a determinação de $k_L a$.....	3
1.3 <i>Air-lift</i>.....	4
1.3.1 Regimes de operação	6
1.3.2 Gás <i>hold-up</i>	8
1.3.3 Sistemas gás-líquido-sólido	8
1.4 Reatores biológicos	10
1.5 Organização da tese	11
2. Estado da arte	13
3. Descrição técnica	16
3.1 Descrição do equipamento experimental	16
3.1.1 Poliestireno expandido (EPS).....	19
3.1.2 Policloreto de vinilo (PVC).....	19
3.1.3 Instalação para análise de imagem	19
3.2 Descrição do procedimento experimental	20
3.2.1 Descrição do procedimento experimental para análise de imagem.....	21
4. Resultados e discussão.....	23
4.1 Sistema bifásico	23
4.1.1 Comparação entre coluna de bolhas e <i>air-lift</i>	23
4.1.2 Influência da temperatura	24
4.2 Sistema trifásico	25
4.2.1 Influência da carga de sólidos PVC	25

4.2.2	Influência da carga de sólidos P424.....	27
4.2.3	Influência da carga de sólidos P324.....	30
4.2.4	Influência do volume	32
4.2.5	Comparação entre partículas	34
4.2.6	Análise de imagem	35
5.	Conclusões	38
6.	Avaliação do trabalho realizado	39
6.1	Objetivos realizados.....	39
6.2	Limitações e trabalho futuro	39
7.	Referências bibliográficas.....	40
Anexo A	42
Anexo B	45
Anexo C	46
C.1	Determinação da massa de sólidos	46
C.2	Determinação do coeficiente $k_L a$ a partir dos dados experimentais	46
C.3	Determinação do gás <i>hold-up</i>	48
Anexo D	49
D.1	Exemplos do tratamento de imagem	49
D.2	Parâmetros utilizados para descrever as bolhas	50
D.3	Determinação da área interfacial gás-líquido	51
D.4	Imagens obtidas pela técnica de análise de imagem	52

Notação e glossário

A	Área interfacial total	m^2
a	Área interfacial gás-líquido por unidade de volume	m^{-1}
A_d	Área de seção reta do <i>downcomer</i>	m^2
A_r	Área de seção reta do <i>riser</i>	m^2
A_R	Razão entre a área de seção reta do <i>riser</i> e do <i>downcomer</i>	
A_{sup}	Área superficial das bolhas	m^2
b	Parâmetro da regressão linear ($y = cx + b$)	
b_1	Declive ótimo da regressão linear do lado esquerdo	s^{-1}
b_2	Declive ótimo da regressão linear do lado direito	s^{-1}
c	Declive da regressão linear ($y = cx + b$)	s^{-1}
C_G	Concentração do soluto na fase gasosa	$mol.m^{-3}$
C_G^i	Concentração do soluto na interface, do lado do gás	$mol.m^{-3}$
C_L	Concentração do soluto na fase líquida	$mol.m^{-3}$
C_L^i	Concentração do soluto na interface, do lado do líquido	$mol.m^{-3}$
C_L^*	Concentração do soluto na fase líquida em equilíbrio com a fase gasosa	$mol.m^{-3}$
C_{L,O_2}^0	Concentração de oxigénio inicial	$mol.m^{-3}$
C_{L,O_2}^*	Concentração de saturação de oxigénio	$mol.m^{-3}$
d_b	Diâmetro da bolha	m
d_{eq}	Diâmetro equivalente	m
d_p	Diâmetro da partícula sólida	m
d_{32}	Diâmetro médio de Sauter	m
F	Diâmetro de Feret	m
F^*	Parâmetro do Teste F	
F_{max}	Diâmetro de Feret máximo	m
F_{min}	Diâmetro de Feret mínimo	m

H	Constante de Henry	
h_0	Altura do líquido	m
k_G	Coefficiente pelicular de transferência de massa do gás	m.s^{-1}
k_L	Coefficiente pelicular de transferência de massa do líquido	m.s^{-1}
K_L	Coefficiente global de transferência de massa do líquido	m.s^{-1}
$k_L a$	Coefficiente volumétrico de transferência de massa	s^{-1}
m_p	Massa das partículas sólidas	kg
N_C	Caudal molar do componente C	mol.s^{-1}
n_p	Número ótimo de pontos para a regressão linear	
n_{p1}	Número ótimo de pontos para a regressão linear do lado esquerdo	
n_{p2}	Número ótimo de pontos para a regressão linear do lado direito	
Q_{O_2}	Quantidade de oxigénio transferido por unidade de volume do reator	$\text{mol.m}^{-3}.\text{s}^{-1}$
S	Área projetada	m^2
T	Temperatura	$^{\circ}\text{C}$
t	Tempo	s
t_s	Tempo de subida da bolha	s
u_G	Velocidade da fase gasosa	m.s^{-1}
u_L	Velocidade da fase líquida	m.s^{-1}
V	Volume	m^3
V_L	Volume da fase líquida	m^3
V_p	Volume das partículas	m^3
V_{total}	Volume total (partículas + fase líquida)	m^3
y	Valor obtido pela regressão linear	
y_{est}	Valor experimental	

Letras gregas

ρ_G	Massa volúmica da fase gasosa	kg.m^{-3}
ρ_L	Massa volúmica da fase líquida	kg.m^{-3}

ρ_p Massa volúmica das partículas sólidas kg.m^{-3}

Abreviações

Esf. Formato esférico

EPS Poliestireno expandido

Irreg. Formato irregular

PVC Policloreto de vinilo

P324 Poliestireno expandido com diâmetro de 769,8 μm

P424 Poliestireno expandido com diâmetro de 591,2 μm

% v/v Percentagem volúmica

Lista de figuras

<i>Figura 1: Gradientes de concentração na bolha, no líquido e nos filmes adjacentes à interface adaptada de Fonseca e Teixeira (2007)</i>	2
<i>Figura 2: Configurações comuns de reatores air-lift; A) air-lift de circulação interna e tubo concêntricos; B) air-lift de circulação interna e corpo dividido; C) air-lift de circulação externa, adaptada de Fonseca e Teixeira (2007)</i>	5
<i>Figura 3: Regimes de escoamento mais comuns, adaptada de Jakobsen (2008)</i>	7
<i>Figura 4: Contaminação das bolhas e coalescência na presença de 3% volume de sólidos: (a) $u_G = 3 \times 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$; (b) $u_G = 5 \times 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$; (c) $u_G = 7 \times 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$, adaptada de Ferreira, et al., (2010)</i>	9
<i>Figura 5: Esquema do air-lift de circulação interna</i>	16
<i>Figura 6: Peça colocada na base do downcomer</i>	17
<i>Figura 7: Distribuição das agulhas no distribuidor gasoso, com as dimensões em mm, adaptada de Ferreira, et al. (2012)</i>	17
<i>Figura 8: Representação da instalação experimental utilizada</i>	18
<i>Figura 9: Comparação entre um air-lift e uma coluna de bolhas, a uma temperatura de 25 °C</i>	23
<i>Figura 10: Valores experimentais obtidos no sistema gás-líquido para o k_{La} a diferentes velocidades de gás para as temperaturas de 25 °C e 35 °C</i>	24
<i>Figura 11: Valores experimentais do k_{La} para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C</i>	25
<i>Figura 12: Variação do gás hold-up para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C</i>	26
<i>Figura 13: Valores experimentais do k_{La} para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C</i>	26
<i>Figura 14: Variação do gás hold-up para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C</i>	27
<i>Figura 15: Camada de sólidos EPS formada no topo da fase líquida</i>	28
<i>Figura 16: Adesão de partículas sólidas à volta das bolhas</i>	28

<i>Figura 17: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para o sistema com sólidos P424 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C</i>	29
<i>Figura 18: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para o sistema com sólidos P424 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C</i>	30
<i>Figura 19: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para o sistema com sólidos P324 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C</i>	31
<i>Figura 20: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para o sistema com sólidos P324 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C</i>	31
<i>Figura 21: Tampão originado pelas partículas sólidas no lado do downcomer</i>	32
<i>Figura 22: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para o sistema com sólidos P424 (3% v/v), com variação de volume, a uma temperatura de 25 °C</i>	33
<i>Figura 23: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para o sistema com sólidos P324 (3% v/v), com variação de volume, a uma temperatura de 25 °C</i>	33
<i>Figura 24: Valores experimentais do $k_{L,a}$ para os diferentes sólidos, a diferentes temperaturas e com diferentes cargas sólidas</i>	35
<i>Figura 25: Valores do diâmetro médio de Sauter para o sistema bifásico e trifásico com sólidos P424, às temperaturas de 25 °C e 35 °C</i>	36
<i>Figura 26: Valores da área interfacial para o sistema bifásico e para o sistema trifásico com sólidos P424, às temperaturas de 25 °C e 35 °C</i>	37
<i>Figura 27: Valores do coeficiente pelicular k_L para o sistema bifásico e para o sistema trifásico com sólidos P424, às temperaturas de 25 °C e 35 °C</i>	37
<i>Figura 28: Os diferentes escoamentos presentes numa coluna de bolhas para o regime heterogéneo, adaptada de Furusaki, et al., (2002)</i>	42
<i>Figura 29: Fluxo do gás no riser, com zonas de recirculação de bolhas</i>	43
<i>Figura 30: Fotos da instalação experimental</i>	45
<i>Figura 31: Evolução da concentração de oxigénio ao longo do tempo para o sistema bifásico a 25 °C e para uma velocidade de $3,09 \times 10^{-3}$ m/s</i>	47
<i>Figura 32: Esquema do tratamento automático da análise de imagem</i>	49
<i>Figura 33: O diâmetro de Feret</i>	50
<i>Figura 34: Diâmetro de Feret máximo e mínimo</i>	51
<i>Figura 35: Diâmetro equivalente</i>	51

Figura 36: Exemplos de imagens para o sistema gás-líquido, a uma temperatura de 25 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3}$ m/s; c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3}$ m/s; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3}$ m/s _____ 52

Figura 37: Exemplos de imagens para o sistema gás-líquido, a uma temperatura de 35 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3}$ m/s; c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3}$ m/s; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3}$ m/s _____ 53

Figura 38: Exemplos de imagens para o sistema trifásico, com 1% v/v de partículas P424, a uma temperatura de 25 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3}$ m/s; c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3}$ m/s; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3}$ m/s _____ 54

Figura 39: Exemplos de imagens para o sistema trifásico, com 1% v/v de partículas P424, a uma temperatura de 35 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3}$ m/s; c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3}$ m/s; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3}$ m/s _____ 54

Figura 40: Exemplos de imagens para o sistema trifásico, com 5% v/v de partículas P424, a uma temperatura de 25 °C: a) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s _____ 55

Lista de tabelas

<i>Tabela 1: Dimensões do air-lift para determinação do k_La</i>	16
<i>Tabela 2: Dimensões do air-lift para realização da análise de imagem</i>	19
<i>Tabela 3: Condições operatórias de todos os ensaios realizados</i>	21
<i>Tabela 4: Diâmetros das bolhas e velocidades da fase líquida, para diversas velocidades da fase gasosa</i>	44

1. Introdução

Este trabalho tem como principal objetivo fornecer um contributo para um melhor entendimento do fenómeno de transferência de massa em reatores biológicos do tipo *air-lift*, operando com os sistemas bifásico e trifásico. No sistema bifásico foi estudada a influência da temperatura. Para o sistema trifásico foram realizados vários ensaios, variando o tipo de partículas sólidas (policloreto de vinilo e poliestireno expandido), a carga (1% v/v, 3% v/v e 5% v/v) e a temperatura (25 °C e 35 °C). Para todos os ensaios foi determinado o coeficiente volumétrico de transferência de massa ($k_L a$). Além disso foi usada a técnica de análise de imagem no sentido de separar $k_L a$ nos seus componentes individuais.

1.1 Transferência de massa

Existe uma tendência natural de determinados componentes de um sistema se deslocarem entre regiões com diferentes concentrações, minimizando essa diferença dentro do sistema, conduzindo-o ao equilíbrio. O transporte de um componente de uma região com concentração mais elevada para uma de menor concentração é designado por processo de transferência de massa (Benitez, 2009). Esta diferença de concentrações é a responsável pela ocorrência de transferência de massa, logo o gradiente de concentração é a força diretriz (Baehr & Stephan, 2006). Há uma série de operações de separação baseadas neste processo de transferência, tais como a destilação, absorção gasosa, humidificação, extração líquida, adsorção e separação por membranas (Baehr & Stephan, 2006).

Existem alguns mecanismos pelos quais ocorre transferência de massa que são importantes, dependendo da dinâmica do sistema: difusão molecular, convecção e transferência através de uma interface. Na presente investigação foi estudada a transferência de massa gás-líquido.

1.1.1 Transferência de massa gás-líquido

A transferência de massa gás-líquido constitui uma das etapas de grande importância num bioprocessos. O fornecimento de oxigénio nos processos aeróbios é um dos principais fatores na seleção e desenho dos bioreactores, embora a transferência de nutrientes gasosos de baixa solubilidade seja um problema. Há a necessidade do fornecimento contínuo de oxigénio pois é rapidamente consumido, tornando-se no reagente limitante (Fonseca & Teixeira, 2007).

A *Figura 1* mostra gradientes de concentração que existem na transferência de massa de uma bolha de gás para o líquido e estes dependem tanto do processo de transferência como da

hidrodinâmica dos fluidos, sendo normalmente aproximados por gradientes lineares (Fonseca & Teixeira, 2007).

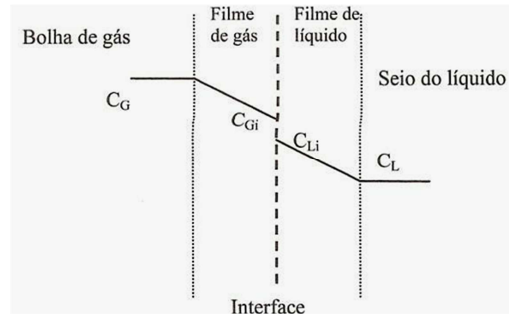


Figura 1: Gradientes de concentração na bolha, no líquido e nos filmes adjacentes à interface adaptada de Fonseca e Teixeira (2007)

A taxa de transferência de massa gás-líquido, N_C (mol s^{-1}), pode ser expressa de diferentes formas, como se pode verificar pelas seguintes equações:

$$N_C = k_G A (C_G - C_G^i) \quad (1)$$

$$N_C = k_L A (C_L^i - C_L) \quad (2)$$

$$N_C = K_L A (C_L^* - C_L) \quad (3)$$

Sendo A (m^2) a área interfacial total, C_G e C_G^i as concentrações do soluto na fase gasosa e na interface, respetivamente, C_L , C_L^i e C_L^* as concentrações de soluto no líquido, na interface e por fim na fase líquida em equilíbrio com a concentração de soluto na fase gasosa, respetivamente. Os valores de k_G e k_L representam os coeficientes de transferência de massa do lado do gás e do lado do líquido, respetivamente. O valor de K_L representa o coeficiente global do lado do líquido (Mena, 2005). A dificuldade na utilização das equações 1 e 2 reside no facto das concentrações interfaciais não serem quantidades mensuráveis, pois embora seja possível obter amostras das fases para análise de soluto, não é possível obter amostras na interface. Recorrendo então ao coeficiente global de transferência de massa é possível exprimir a força diretriz em termos de variação de concentrações na fase líquida ou na fase gasosa (Dutta, 2007).

Os valores de C_L^i e C_L^* podem ser obtidos recorrendo à Lei de Henry, quando o soluto possui baixa solubilidade no líquido (Mena, 2005), resultando nas seguintes equações:

$$C_L^* = H C_G \quad (4)$$

$$C_L^i = H C_G^i \quad (5)$$

Onde H é a constante de Henry para o soluto. Manipulando as equações 1 à 5 obteve-se a seguinte expressão:

$$\frac{1}{K_L A} = \frac{1}{k_L A} + \frac{H}{k_G A} \quad (6)$$

O valor do lado esquerdo da equação representa a totalidade da resistência à transferência de massa, o primeiro termo do lado direito representa a resistência do lado do líquido e o segundo termo é a resistência do lado do gás (Mena, 2005). No entanto, para gases pouco solúveis, como é o caso do oxigénio, o valor de H é bastante elevado e aplicando à equação 6 esta reduz-se à conclusão que $K_L \approx k_L$, o que significa que a principal resistência à transferência de massa encontra-se no lado do líquido (Fonseca & Teixeira, 2007).

Assim, aplicando ao presente caso da transferência de oxigénio (O_2) das bolhas para a água, a taxa de transferência de massa pode ser expressa como:

$$N_{O_2} = k_L A (C_L^* - C_L) \quad (7)$$

A quantidade de oxigénio transferido por unidade de volume do reator (Q_{O_2}) é obtida pela equação 8, onde o valor de a representa a área interfacial gás-líquido por unidade de volume e $k_L a$ é o coeficiente volumétrico de transferência de massa (Mena, 2005).

$$Q_{O_2} = k_L \frac{A}{V} (C_L^* - C_L) = k_L a (C_L^* - C_L) \quad (8)$$

1.2 Método para a determinação de $k_L a$

O coeficiente volumétrico de transferência de massa depende de vários fatores relacionados com o equipamento (desenho e escala do reator), com a viscosidade do meio, tensão superficial e com as condições de operação (temperatura, pressão, potência de agitação e caudal de arejamento). O $k_L a$ é de grande importância para a caracterização de reatores em processos aeróbios. Para a sua determinação, vários métodos têm sido propostos e classificados como métodos em estado estacionário ou estado não-estacionário (Fonseca & Teixeira, 2007).

Para o presente trabalho utilizou-se um método experimental não-estacionário. Inicialmente realiza-se uma desoxigenação do líquido através da injeção de uma corrente de azoto e quando a concentração de oxigénio for próxima de zero (C_{L,O_2}^0), fornece-se ar à fase líquida. O processo de transferência de oxigénio das bolhas para o líquido termina assim que se atinja a concentração de saturação (C_{L,O_2}^*). A concentração de oxigénio é medida ao longo do tempo na fase líquida através de um sensor de medição de oxigénio dissolvido e gravada num computador (Mena, 2005). Esta variação na concentração é descrita pela seguinte equação:

$$\frac{dC_{O_2}}{dt} = k_L a (C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2}) \quad (9)$$

Considerando que a fase líquida é homogênea, a integração da equação 9 resulta numa nova equação 10, da qual se retira o coeficiente volumétrico de transferência de massa através da representação gráfica de $\ln(C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2})$ pelo tempo (t), cujo declive é igual ao valor simétrico de $k_L a$ (Mena, 2005).

$$\ln(C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2}) = \ln(C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2}^0) - k_L a \cdot t \quad (10)$$

Para obter o coeficiente k_L , após se conhecer $k_L a$ podem-se realizar determinações experimentais da área interfacial. No entanto, a correta determinação de a é bastante difícil devido à distribuição dos tamanhos das bolhas não ser constante na coluna e também devido às interações entre as bolhas ou entre bolhas e partículas que podem levar à coalescência ou quebras de bolhas. Existem várias técnicas (invasivas e não invasivas) para a determinação do tamanho de bolhas em reatores, no entanto possuem limitações quanto à sua utilização devido ao facto das bolhas não serem por vezes esféricas e variarem bastante no seu formato, ainda devido também à transparência exibida pela interface das bolhas tornar difícil identificá-las e por não ser possível, por vezes, identificar bolhas isoladas de várias outras sobrepostas (Ferreira, et al., 2012). Recentemente surgiu uma nova técnica não invasiva baseada em análise de imagem, por Ferreira, et al. (2012). No sentido de minimizarem o erro na determinação do tamanho de bolha é cruzada a informação obtida das imagens com uma ferramenta estatística. Esta técnica foi usada neste trabalho.

1.3 *Air-lift*

O reator de circulação por arejamento, designado por *air-lift*, é uma coluna de bolhas modificada, caracterizado por três partes distintas, designadamente, *riser* ou tubo ascendente, anteparo e *downcomer* ou tubo descendente (Camarasa, et al., 2001). A circulação de líquido é induzida através da injeção de gás na parte de baixo do *riser*, o que irá criar diferenças de densidade entre o *riser* e o *downcomer* (Atenas, et al., 1999), pois na maior parte dos casos, o *downcomer* fica desgaseificado em larga extensão. A circulação do fluido dá-se da base para o topo, no lado do *riser* e em sentido inverso, no lado do *downcomer* (Fonseca & Teixeira, 2007) como se pode verificar pelos exemplos presentes na Figura 2. Os reatores *air-lift* podem ser de circulação interna e as suas configurações mais comuns são a de tubos concêntricos, de acordo com a Figura 2-A e a de corpo dividido, na Figura 2-B, consoante a colocação do anteparo entre o *riser* e o *downcomer*, ou podem ainda ser de circulação externa quando a circulação ocorre em dois tubos verticais separados, na Figura 2-C, ligados por secções horizontais no topo e na base (Fonseca & Teixeira, 2007). No anexo A podem-se ver valores para a velocidade da fase líquida para algumas velocidades de gás estudadas.

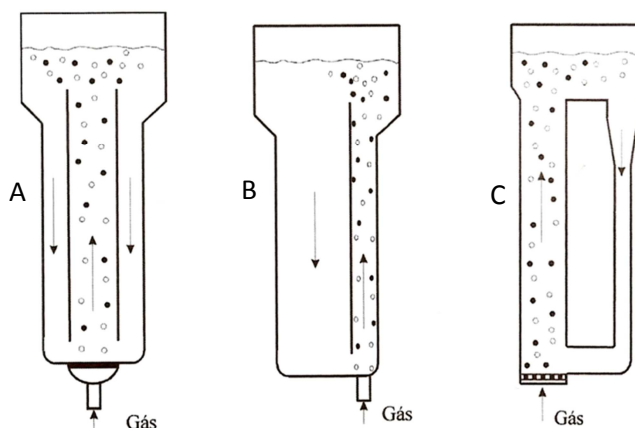


Figura 2: Configurações comuns de reatores *air-lift*; A) *air-lift* de circulação interna e tubo concêntricos; B) *air-lift* de circulação interna e corpo dividido; C) *air-lift* de circulação externa, adaptada de Fonseca e Teixeira (2007)

Reatores *air-lift* apresentam vantagens relativamente aos restantes reatores, tais como não necessitarem de agitação mecânica, pois são reatores pneumaticamente agitados com circulação da fase líquida num padrão circular definido e não necessitam do fornecimento de elevadas quantidades de energia. Em comparação com tanques agitados, as tensões de corte são baixas, o que torna favorável o processo de crescimento de microrganismos (Couvert, et al., 2004). A transferência de massa num *air-lift* é mais baixa comparativamente com a taxa obtida para uma coluna de bolhas devido ao efeito que a velocidade superficial de líquido tem no tempo de residência do gás. Esta desvantagem no entanto é aceitável pois o *air-lift* pode operar com maiores velocidades de gás permitindo aumentar a sua taxa de transferência de massa (Jones, 2007).

Uma das principais características que define os *air-lift* é a razão entre a área de seção reta do *riser* e do *downcomer* (A_R). Esta é tipicamente descrita como:

$$A_R = \frac{A_d}{A_r} = \frac{\text{Área downcomer}}{\text{Área riser}} \quad (11)$$

É um valor significativo pois permite efetuar modelações para prever o gás *hold-up*, a velocidade superficial de líquido e a transferência de massa. Alguns estudos sobre alterações na razão entre as áreas, num *air-lift* de circulação interna mostram que uma diminuição no valor de A_R provocou um aumento do valor de $k_L a$, atribuído a uma diminuição da velocidade de líquido superficial e a um aumento no gás *hold-up*. Não foi registado um valor ótimo para A_R , ou seja, a sua influência varia para cada processo (Jones, 2007).

Comparativamente com as colunas de bolhas, nos *air-lift* a influência do distribuidor de gás é menos acentuada devido ao efeito estabilizador da circulação de líquido (Camarasa, et al., 2001). O distribuidor gasoso afeta o tamanho das bolhas e o gás *hold-up*, dependendo das propriedades do fluido. Distribuidores do tipo pratos perfurados ou de orifício único são os

menos dispendiosos para instalar e operar, enquanto as placas porosas são as mais caras, propensas a bloqueios e têm custos operacionais mais altos (Jones, 2007).

Nas colunas de bolhas a circulação de líquido é quase nula, enquanto num *air-lift* o líquido circula a uma determinada velocidade, como resultado, os limites de operação de um *air-lift*, em termos de velocidade superficial do líquido e de gás são mais vastos, no entanto, para os casos em que a velocidade de circulação de líquido é elevada, como o gás é arrastado rapidamente para o exterior, o tempo de residência no reator é pequeno e a transferência de massa é prejudicada (Fonseca & Teixeira, 2007).

O separador gasoso é um dos fatores geométricos importantes que influenciam a operação num *air-lift*, já que afeta diretamente a velocidade de líquido superficial, o gás *hold-up* (Jones, 2007) e irá determinar a libertação das bolhas da fase líquida, proporcionando um *downcomer* sem bolhas. Se forem vistas bolhas no *downcomer* significa que a velocidade do líquido é superior à velocidade ascensional da bolha. Para baixos caudais de gás, a velocidade da fase líquida é baixa e, praticamente todas as bolhas conseguem-se separar deixando o *downcomer* livre de bolhas. Mas assim que o caudal de gás aumenta vai-se verificando a existência de maiores quantidades de bolhas presas no líquido descendente que poderão ser arrastadas pelo líquido e voltar a subir pelo lado do *riser* ou se forem de tamanhos elevados, causados pela coalescência, poderão subir e sair do *air-lift* pelo topo (Merchuk & Gluz, 2002).

Estes reatores têm uma vasta área de aplicações nos processos industriais, tais como na indústria química, petroquímica, bioquímica e ambiental (Mena, 2005), mas mais especificamente são utilizados quando há necessidade de reações lentas como oxidações e clorações (Camarasa, et al., 2001). Um grande número de produtos de importância comercial, principalmente nas áreas farmacêutica e alimentícia, é produzido a partir de cultivos submersos de microrganismos filamentosos como fungos ou actinomicetos em bioreatores (Cerri, 2009). No entanto, a influência das condições de operação, da geometria do reator e das propriedades físico-químicas das fases (principalmente o comportamento não-coalescente de misturas líquidas orgânicas) na hidrodinâmica não é ainda totalmente conhecida (Camarasa, et al., 2001).

1.3.1 Regimes de operação

A hidrodinâmica de um *air-lift* é caracterizada por diferentes regimes de escoamento. É possível distinguir entre vários regimes, como se pode verificar pela *Figura 3*, o homogéneo, o heterogéneo e o regime do tipo *slug*. O regime de circulação pode afetar tanto a hidrodinâmica, como o transporte, as propriedades de mistura, a queda de pressão, o gás *hold-up*, a área interfacial e a transferência de massa (Furusaki, et al., 2002).

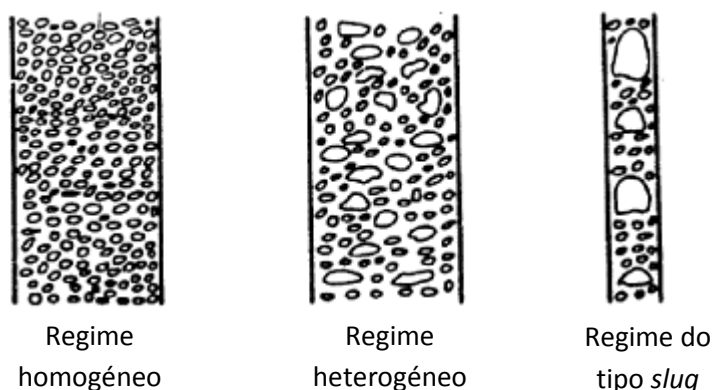


Figura 3: Regimes de escoamento mais comuns, adaptada de Jakobsen (2008)

O regime homogéneo pode ser encontrado a velocidades baixas de gás e é caracterizado por uma distribuição uniforme do tamanho das bolhas. O fenómeno da coalescência pode ser desprezado (Camarasa, et al., 2001). O líquido que se encontra na proximidade imediata das bolhas ascendentes é arrastado e depois desce por entre as correntes de bolhas (Furusaki, et al., 2002).

Quando o gás passa a circular com maior velocidade, o regime homogéneo não pode ser mantido. A coalescência e a quebra das bolhas levam a uma distribuição do tamanho das bolhas mais diversa. Há a formação de bolhas de maior tamanho, designando-se este regime de heterogéneo (Jakobsen, 2008). Ele caracteriza-se por ter um fluxo de circulação instável e pela criação de um perfil de velocidades radial (Camarasa, et al., 2001) que ocorre quando as bolhas maiores arrastam parte da fase líquida e têm tendência para subir pelo centro, enquanto bolhas mais pequenas são transportadas perto da parede por fluido descendente (Jakobsen, 2008). Encontra-se mais informação sobre este fluxo particular no anexo A.

O regime do tipo *slug* ocorre quando se praticam velocidades de gás elevadas em colunas de pequenos diâmetros. As bolhas maiores enquanto sobem vão absorvendo outras bolhas mais pequenas, até que se tornam bastante alongadas e irregulares (*slug*) e encham praticamente a secção transversal (Jakobsen, 2008).

Existem muitos fatores que afetam a transição entre os regimes, como o tipo de distribuidor, propriedades físicas tais como a densidade, a viscosidade do líquido e a tensão superficial. Nas aplicações industriais é mais comum encontrar o regime heterogéneo, logo é de grande importância o conhecimento das condições de transição, para projetar o reator industrial e definir condições de operação, pois a conversão a atingir depende largamente do regime em que se está a operar (Furusaki, et al., 2002).

1.3.2 Gás *hold-up*

O gás *hold-up* (ϵ_G) é a fração volumétrica do gás no volume total. A sua importância tem duas vertentes, já que o seu valor dá uma indicação potencial da transferência de massa, já que um maior gás *hold-up* é sinal de uma maior área interfacial gás-líquido e é a diferença do seu valor no *riser* e no *downcomer* que permite a circulação da fase líquida (Merchuk & Gluz, 2002).

No regime heterogéneo, a área interfacial das bolhas não aumenta proporcionalmente com o gás *hold-up* devido à formação de bolhas de elevado tamanho, com diâmetros por vezes próximos do diâmetro *riser*. Assim é possível que o gás *hold-up* permaneça constante embora a área interfacial das bolhas diminua levando também à diminuição do coeficiente $k_L a$ (Jones, 2007).

1.3.3 Sistemas gás-líquido-sólido

Os reatores *air-lift* podem operar em duas, três fases ou até mesmo quatro fases, sendo os últimos casos os mais complexos. O sistema gás-líquido-sólido é largamente usado na engenharia de reação, recorrendo por exemplo a um catalisador, ou no caso da bioquímica em que se utilizam microrganismos como uma suspensão de sólidos (Ferreira, et al., 2010). O uso destes sistemas está consolidado nos processos químicos e aqueles que contêm partículas sólidas com baixa densidade são aplicados em processos biotecnológicos como fermentação e tratamento aeróbio de águas residuais. Os sólidos que se encontram em suspensão, nomeadamente microrganismos imobilizados numa partícula que serve de suporte e agregados em flocos, geralmente possuem densidades próximas da densidade da fase líquida, embora possa variar durante o processo. Contudo, poucos estudos visam reatores *air-lift* trifásicos com uma densidade baixa de partículas sólidas (Freitas & Teixeira, 2001).

Nestes sistemas verifica-se a possibilidade de ocorrência de vários fenómenos, a coalescência e a quebra das bolhas. As partículas sólidas podem quebrar as bolhas e favorecer o aumento do gás *hold-up*, mas ao mesmo tempo diminuem a secção transversal disponível para a circulação, causando colisões entre bolhas, levando-as à coalescência e provocando uma diminuição no gás *hold-up*. Tem-se de verificar qual dos casos é predominante no sistema em estudo. Contudo pode não ocorrer alterações nos parâmetros hidrodinâmicos, quando os sólidos encontram-se em baixa quantidade e utilizam-se baixas velocidades de gás (Couvert, et al., 2004).

A presença de sólidos pode influenciar a mistura gás-líquido de diferentes formas, desde a formação e a subida das bolhas, passando pelos perfis radiais e axiais, pela mistura, pela dispersão das diferentes fases, pelo gás *hold-up* e pelos regimes de escoamento. Também é

possível influenciar o coeficiente volumétrico de transferência ($k_L a$), afetando tanto o coeficiente individual do lado do líquido (k_L) como a área interfacial gás-líquido (a). Neste sentido torna-se importante separar estas variáveis e estudá-las individualmente. Os sólidos podem aumentar k_L através de um aumento na turbulência ou podem diminuir k_L limitando os caminhos para a difusão, bloqueando a área disponível para a transferência de massa e aumentando a aparente viscosidade do meio, já que o coeficiente de transferência é inversamente proporcional à viscosidade (Mena, 2005). Relativamente à área interfacial, podem promover a quebra das bolhas e assim aumentando a , e noutros casos fomentar a coalescência resultando na formação de bolhas maiores, diminuindo a área disponível para a transferência de massa. O valor de a vai depender da densidade e tamanho dos sólidos, que afetam de maneiras diferentes a coalescência. Baixa concentração de sólidos tem pouca influência na área interfacial, enquanto para concentrações altas a tendência é para uma diminuição de a (Ferreira, et al., 2010).

A *Figura 4* mostra imagens para diferentes velocidades de gás, num sistema que contém sólidos (EPS). Neste caso as partículas sólidas têm elevada afinidade à superfície das bolhas, diminuindo assim a área interfacial disponível e o coeficiente de transferência $k_L a$. Aumentando a velocidade de gás registou-se um elevado aumento na coalescência. A afinidade dos sólidos é devida não só às suas propriedades de superfície bem como à sua baixa densidade (1045 kg/m^3) que facilita o arrasto dos sólidos pelas bolhas. No entanto, este tipo de resultados não se obtém para todo o tipo de sólidos (Ferreira, et al., 2010).

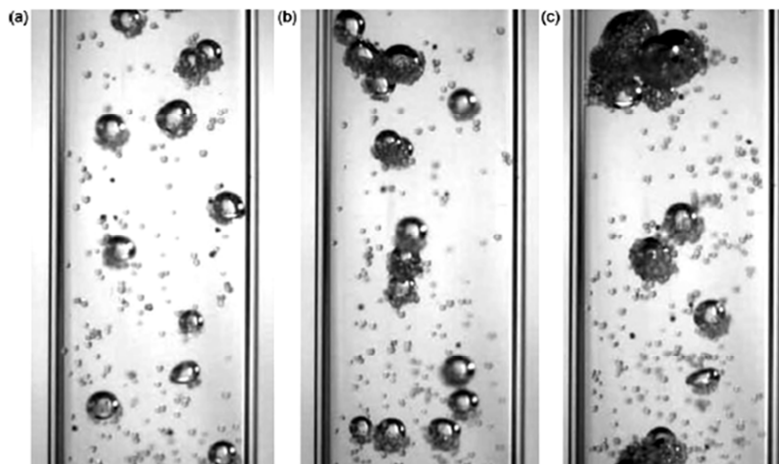


Figura 4: Contaminação das bolhas e coalescência na presença de 3% volume de sólidos: (a) $u_G = 3 \times 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$; (b) $u_G = 5 \times 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$; (c) $u_G = 7 \times 10^{-3} \text{ m.s}^{-1}$, adaptada de Ferreira, et al., (2010)

Os variados resultados experimentais obtidos por diversos investigadores, que parecem contradizer-se, podem ser explicados pela particularidade do tipo de sólido utilizado

(hidrofobia, geometria e densidade) e pela gama de tamanhos de partículas (Mena, et al., 2011).

1.4 Reatores biológicos

Os reatores biológicos são unidades processuais onde ocorre uma reação biológica e são considerados um elemento fundamental em qualquer processo biotecnológico. Possuem uma vasta área de aplicações, desde a obtenção de produtos de alto valor acrescentado com aplicações na saúde até tratamento de efluentes. A integração das características das culturas, o desenho do reator e a definição do seu modo de operação constituem um fator fundamental para o desempenho ótimo do reator biológico (Fonseca & Teixeira, 2007).

Os processos aeróbios estão revestidos de enorme importância, o oxigénio é necessário às células e para ser utilizado deve estar disponível sobre a forma de gás dissolvido. Devido à baixa solubilidade do oxigénio, é crucial o arejamento contínuo do meio de cultura. No entanto, as necessidades de oxigénio variam de acordo com a natureza do microrganismo, definindo-se como concentração crítica o valor abaixo do qual a difusão do oxigénio é o passo limitante do crescimento celular (Fonseca & Teixeira, 2007).

Existem algumas regras práticas para orientar a escolha do tipo de reator. Colunas de bolhas e *air-lifts* não são adequados para viscosidades superiores a $0,1 \text{ N s m}^{-2}$, pois para estes valores não possuem boas características para a transferência de massa e no que diz respeito ao arejamento também não são versáteis. Para a realização de fermentações em meios pouco viscosos, para um reator da ordem dos 50 a 500 m^3 deverá ser utilizada uma coluna de bolhas, se forem pretendidos reatores na ordem dos 200 a 10000 m^3 a escolha deverá recair sobre um *air-lift*. Um tanque agitado iria necessitar de uma potência de agitação muito elevada para reatores desta ordem de grandeza. Outro fator a ter em conta é o facto dos agregados celulares serem muito sensíveis a tensões de corte elevadas como as que se encontram nos tanques agitados. Além disso também não suportam pressões elevadas como aquelas que se fazem sentir em leitos fixos. O reator de leito fluidizado, por seu lado, também não é o mais adequado para sistemas com uma diferença pequena de densidade entre a fase líquida e a sólida (Fonseca & Teixeira, 2007). De uma maneira geral, os reatores em que a potência, para além do arejamento, é fornecida pela injeção de gás (colunas de bolhas e *air-lifts*) estão melhor adaptados às condições de cultura de microrganismos (Fonseca & Teixeira, 2007). Outras vantagens da utilização de *air-lifts* resultam do facto da sua construção e manutenção serem mais simples e mais baratas pois não possuem partes móveis, o que os torna também menos suscetíveis a problemas de contaminação (Fonseca & Teixeira, 2007).

A imobilização de células num suporte sólido é importante na fermentação por causa das vantagens no desempenho dos reatores, facilidade na separação da biomassa da fase líquida que se traduz numa fácil recuperação do produto. Também protege as células das tensões de corte e transmite estabilidade para o microrganismo contra tensões ambientais (pH, temperatura, solventes orgânicos, sais, os substratos e produtos inibidores, venenos, autodestruição). A viabilidade e a produtividade são mantidas por períodos de tempo mais longos, o que facilita certos processos contínuos e resulta numa melhor estabilidade operacional (Zhu, 2007).

Em reatores aeróbicos, o fator limitante crítico é a transferência de oxigénio, como consequência da baixa solubilidade do oxigénio. O coeficiente de transferência de massa k_La constitui um dos fatores mais importantes na performance de bioreactores. De uma maneira ideal, um reator deve ter elevados coeficientes de transferência, para uma mistura das fases eficiente e com o fornecimento mínimo de energia (Freitas & Teixeira, 2001).

Vários estudos realizados indicam que o custo associado ao arejamento e à agitação pode ser reduzido à volta de 40% graças à utilização de um *air-lift* em vez de um tanque agitado convencional. Outra diferença entre estes dois reatores, o uso de uma corrente de ar através de dispersores em vez de compressores de ar reduz o consumo de energia, permitindo baixar o custo à volta de 70% (Kilonzo & Margaritis, 2004).

As propriedades físico-químicas do suporte utilizado para a imobilização celular, tais como compressibilidade, tamanho e densidade são muito importantes quando se considera o desenho do bioreator. A configuração de um reator biológico deve assegurar uma boa mistura, não possuir um grande número de limitações à transferência de massa e as condições de operação moderadas para materiais sensíveis às tensões de corte. São necessárias novas abordagens para a conceção de novos processos e de novas condições de operação para atingir uma boa estabilidade do processo bem como uma redução significativa do custo de produção (Zhu, 2007).

1.5 Organização da tese

A tese encontra-se dividida em 6 capítulos e 4 anexos.

O capítulo 2 engloba o estado da arte e explica quais as novas tecnologias emergentes relativamente aos reatores *air-lift* e quais os estudos que têm vindo a ser realizados sobre esta temática e relevantes para o caso em estudo nesta tese.

No capítulo 3 podem-se encontrar os métodos e as técnicas empregadas na realização dos ensaios experimentais. Também descreve a instalação experimental utilizada para a obtenção de resultados.

No capítulo 4 podem-se observar os resultados obtidos e a discussão dos mesmos. Este capítulo encontra-se dividido em três partes, nomeadamente existem os resultados obtidos para o valor de k_La para o sistema bifásico, com variação na temperatura dos ensaios. Existem os resultados obtidos para o sistema trifásico com variação de temperatura, de tipo de partícula e de carga sólida. Por fim podem ser consultados os valores obtidos através da ferramenta de análise de imagem.

As principais conclusões retiradas a partir dos dados obtidos estão descritas no capítulo 5.

O capítulo 6 contém a avaliação ao trabalho realizado, bem como sugestões para realizar trabalhos futuros.

No anexo A encontra-se informação relevante sobre o fluxo de velocidade de gás exibido numa coluna de bolhas, o seu perfil radial e ainda dados sobre a velocidade da fase líquida. O anexo B contém imagens da instalação experimental, com detalhes das várias peças experimentais utilizadas. O anexo C descreve alguns exemplos de cálculos que foram necessários realizar e encontra-se dividido em 3 partes. Pode-se verificar como se determina a massa de partículas sólidas a utilizar, também pode-se ver o procedimento para o cálculo do coeficiente volumétrico k_La a partir dos dados experimentais e ainda como se determinou o gás *hold-up*. O anexo D refere-se à análise de imagem. Possui a explicação do procedimento automático realizado durante a análise de imagem, depois existe a descrição dos parâmetros utilizados para obter a área interfacial gás-líquido, o procedimento para a calcular e finalmente algumas imagens obtidas durante a realização da análise de imagem para diferentes ensaios.

2. Estado da arte

Os reatores do tipo *air-lift* têm conseguido elevar o interesse devido às suas vantagens quando comparado com outros reatores. No entanto, a sua aplicação industrial ainda permanece limitada pois os estudos hidrodinâmicos com um *air-lift* parecem recair, maioritariamente, sobre o sistema gás-líquido (Freitas & Teixeira, 1998).

A maior parte dos estudos realizados até à presente data, sobre a transferência de massa focam alguns destes temas: a influência das partículas sólidas (quantidade, hidrofobicidade, densidade e geometria), as características das bolhas (tamanho, forma, velocidade de ascensão e área interfacial), o efeito das propriedades físico-químicas da fase líquida (velocidade, densidade, viscosidade e tensão superficial), diferentes tipos de distribuidor gasoso e as diferenças pela utilização de diferentes geometrias de reator.

Como as fermentações fazem parte do sistema gás-líquido-sólido, o efeito dos sólidos sobre a hidrodinâmica e sobre a transferência de massa está a receber um interesse crescente por parte da indústria, o que fomenta um aumento no número de estudos sobre este tema. No entanto, de referir que a maior parte destes estudos são realizados com sólidos que possuem densidades diferentes daquelas que ocorrem normalmente nas fermentações e não refletem o efeito da variação de densidade que ocorre durante o crescimento da biomassa (Freitas & Teixeira, 1998). Na maior parte dos processos biotecnológicos existe um aumento da biomassa que provoca alterações na reologia da fase fluida, especialmente quando ocorre crescimento de micélios ou há formação de produtos em quantidades consideráveis (Merchuk & Gluz, 2002).

A geometria dos agregados celulares raramente é esférica, como se assume geralmente. As formas mais comuns são as cilíndricas. As dimensões e as formas dos agregados são de importância elevada na difusão, logo a determinação correta do seu diâmetro é relevante para a obtenção de resultados (Fonseca & Teixeira, 2007). De um modo geral, a introdução de sólidos leva à diminuição da transferência de massa. A utilização de sólidos pode provocar dois tipos de fenómenos, as partículas sólidas podem quebrar as bolhas e promover um aumento da área interfacial ou podem diminuir a área da secção reta disponível para a circulação das bolhas, levando-as a colidir entre si, promovendo a coalescência e diminuindo a área interfacial. Dependendo das condições de operação, do tipo e geometria das partículas utilizadas, um destes fenómenos irá ocorrer em maior escala que o outro, promovendo assim o aumento ou diminuição da transferência de massa (Couvert, et al., 2004).

Vários autores como *Freitas e Teixeira (2001)* e *Couvert, et al. (2004)* realizaram estudos que demonstram que a influência da fase sólida ocorre para certos valores de velocidade de gás e para valores abaixo pode-se considerar que essa influência é praticamente desprezável.

Contudo, para valores mais altos existe uma diminuição da área interfacial causada pelo aumento da coalescência, favorecida pela fase sólida. *Freitas e Teixeira (2001)* obtiveram reduções no k_La à volta de 40 a 70 %, para uma quantidade de sólidos até 30% de volume. *Couvert, et al. (2004)* estudaram o efeito de dois tipos de partículas menos densas que a água, com rugosidades diferentes e verificou que as partículas não rugosas promoviam um aumento de k_La , pois podem facilitar a mistura aumentando a turbulência e promovendo a transferência de massa. Relativamente às partículas mais rugosas causam uma redução no k_La , no entanto possuem uma área de transferência maior, o que faz delas excelentes suportes para crescimento celular e são de tamanho mais pequeno, por isso são mais fáceis de manter em suspensão. Quanto à densidade dos sólidos, *Freitas e Teixeira (2001)* registaram uma grande redução no coeficiente k_La para uma pequena variação de densidade (de 1023 para 1048 kg m⁻³).

Embora relativamente poucos estudos sobre o separador gasoso têm sido feitos, eles demonstram que à medida que o volume do separador gasoso aumenta, o coeficiente global de transferência de massa diminui. Esta influência não é verificada para baixos caudais gasosos, mas só a partir de uma certa velocidade de gás. A tendência para o aumento da velocidade superficial de líquido assim que se aumenta o volume do separador gasoso leva à diminuição do contato entre o gás e o líquido, reduzindo assim a transferência de massa (*Jones, 2007*).

Relativamente ao distribuidor gasoso, o aumento do diâmetro do orifício para uma velocidade de gás constante mostrou uma diminuição do gás *hold-up* devido à formação de bolhas maiores, o que resultou numa maior velocidade de subida da bolha e um menor tempo de residência da bolha no *riser*. O exemplo de um prato perfurado, com o diâmetro do orifício mais pequeno exibiu k_La maior quando comparado com um de orifício único (*Jones, 2007*).

Esta é uma área em constante evolução e *Chisti e Jauregui-Haza (2002)* procuraram perceber se a agitação mecânica introduzida num *air-lift* ultrapassaria alguma das suas desvantagens, já que apenas alguns estudos relativos a este *air-lift* híbrido foram realizados. Realizou uma experiência com um fluido de viscosidade elevada, não-newtoniano, para efetuar o crescimento de *Saccharopolyspora erythraea* e formação do antibiótico eritromicina. A agitação mecânica presente permitiu aumentar o rendimento do processo à volta de 45% comparativamente com um *air-lift* normal, pois permite atingir maiores velocidades de circulação de fase líquida, exhibe uma capacidade maior para a suspensão de sólidos e permite uma redução dos gradientes axiais de concentração de nutrientes e oxigénio. No entanto, este aumento verificado não foi significativo e não compensou o aumento de energia que era necessário fornecer à agitação.

Relativamente às experiências que focam o gás *hold-up* algumas conclusões que foram atingidas são importantes de mencionar. *Chisti e Jauregui-Haza (2002)* observaram que quando passavam a trabalhar em regimes heterogêneos, ocorria um rápido aumento no gás *hold-up*. No caso de *Couvert, et al. (2004)*, que estudou um sistema trifásico verificou que até um certo valor de carga de partículas, o gás *hold-up* comportava-se como se fosse um sistema bifásico e aumentava linearmente com u_G , mas para valores elevados de carga sólida esse aumento era mais lento e deixava de ser linear, devido ao fenómeno da coalescência.

Verificam-se por vezes valores contraditórios nestes estudos realizados. Isto ocorre provavelmente devido à variedade das condições de operação utilizadas ou das técnicas empregadas. Pode também ser explicado pela diferença na geometria do reator utilizado. Daí a importância de recolher informações acerca dos vários parâmetros já referidos que permitam um projeto ótimo de um *air-lift*.

3. Descrição técnica

Nesta seção é apresentada a instalação experimental e são descritas as condições e o procedimento experimental. Os diferentes tipos de sólidos usados durante o presente trabalho também são caracterizados de seguida.

3.1 Descrição do equipamento experimental

O reator utilizado para o estudo dos fenómenos de transferência de massa foi um *air-lift* de circulação interna e de corpo dividido representado na *Figura 5* com as respetivas dimensões apresentadas na *Tabela 1*.

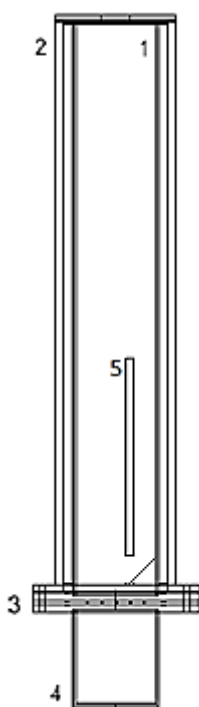


Figura 5: Esquema do air-lift de circulação interna

Tabela 1: Dimensões do *air-lift* para determinação do $k_L a$

Estrutura	Caraterísticas	cm
1-Air-lift	Diâmetro interno	14
	Altura	120
2-Camisa retangular	Diâmetro interno	18
	Altura	120
3-Distribuidor gasoso	Diâmetro externo da agulha	0,033
4-Câmara gasosa	Diâmetro interno	14
	Altura	10
5-Anteparo	Espessura	0,7
	Altura	31,5
	Altura acima do distribuidor	5,5

O *air-lift* consiste num cilindro vertical de Perspex e no seu interior encontra-se um anteparo do mesmo material para assegurar a separação entre o *riser* e o *downcomer*. Este separador encontra-se colocado de tal modo que a área da seção reta do *riser* é 70% da área da coluna e o *downcomer* corresponde aos remanescentes 30% da área. O *air-lift* encontra-se revestido de uma camisa retangular, do mesmo material para permitir a circulação de água controlando assim a temperatura do sistema em estudo. No interior do *air-lift*, mais propriamente na base do *downcomer* foi colocada uma peça do mesmo material que o *air-lift*, uma cunha que evita

a deposição de sólidos nessa área, pois é uma zona de “volume morto”. Pode-se visualizá-la na *Figura 6*.



Figura 6: Peça colocada na base do downcomer

O gás entra primeiro numa câmara de gás e depois passa pelo distribuidor gasoso, formando assim as bolhas. Um esquema do distribuidor gasoso pode ser visto na *Figura 7*.

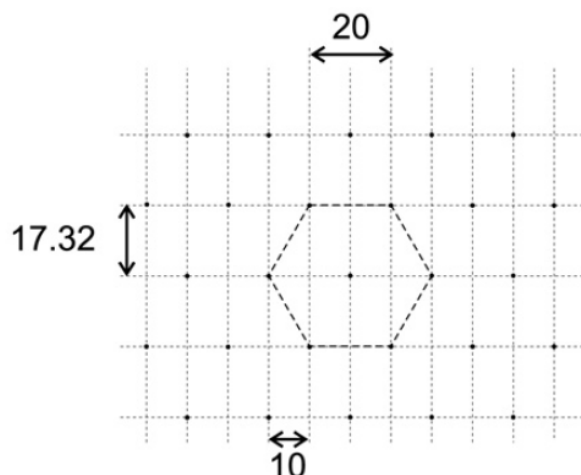
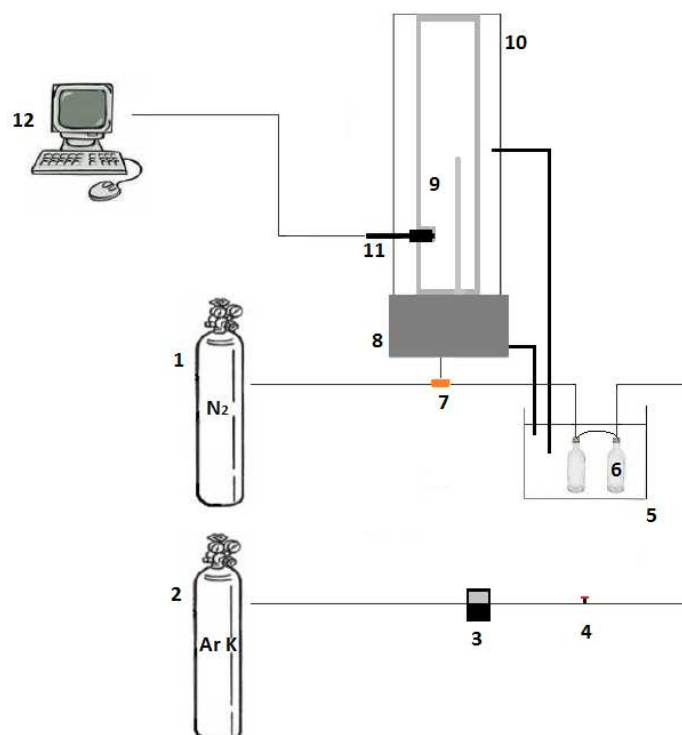


Figura 7: Distribuição das agulhas no distribuidor gasoso, com as dimensões em mm, adaptada de Ferreira, et al. (2012)

O distribuidor é constituído por agulhas espaçadas (diâmetro interno 0,29 mm). O tamanho e forma das agulhas asseguram a formação de bolhas de tamanho pequeno e bem definidas.

Um esquema completo da instalação experimental é apresentado na *Figura 8*. No anexo B são apresentadas algumas fotos dos equipamentos utilizados.



Legenda:

- | | |
|--------------------------------------|------------------------------------|
| (1) Tanque de armazenamento de azoto | (7) Válvula de 3 vias |
| (2) Tanque de armazenamento de ar K | (8) Câmara de gás |
| (3) Medidor de caudal | (9) <i>Air-lift</i> |
| (4) Válvula de controlo | (10) Camisa de termostatização |
| (5) Banho de termostatização | (11) Sensor de medição de oxigênio |
| (6) Lavadores de gases | (12) Computador |

Figura 8: Representação da instalação experimental utilizada

O *air-lift* era alimentado por ar K e por azoto alternadamente. O ar K passava previamente por lavadores de gases, que se encontravam no interior do banho termostatizado, com o objetivo de colocar o gás à mesma temperatura que a fase líquida e saturá-lo em vapor de água no sentido de prevenir a contra difusão, ou seja, para que a transferência de massa ocorra apenas da fase gasosa para a líquida.

O azoto era usado apenas para desoxigenação da fase líquida. Foram realizadas várias experiências a diferentes velocidades de ar K. O caudal de gás era controlado por um controlador de caudal. Para alternar entre o ar K e o azoto, utilizou-se uma válvula de 3 vias.

O programa de aquisição de dados utilizado foi o *Multilab*, que gravava a evolução da concentração de oxigénio ao longo do tempo. O sensor escolhido, que media a concentração de oxigénio dissolvido na fase líquida foi o *CelloX 325, WTW*.

No estudo do sistema gás-líquido-sólido foram utilizadas partículas de poliestireno expandido (EPS) e de policloreto de vinilo (PVC) as quais são colocadas em água e lavadas nos ultra-sons para desaglomeração e molhagem, recorrendo ao aparelho de marca *Elmasonic*, tipo *S 30 H*.

3.1.1 Poliestireno expandido (EPS)

As partículas EPS são esféricas, rígidas, translúcidas e possuem carácter hidrofóbico (ângulo de contato de 98°) (Ferreira, et al., 2010). As que foram utilizadas foram produzidas pela BASF e são designadas por Styropor® EP 424 (P424) e Styropor® VEP 324 (P324).

A sua densidade é de 1,040-1,050 g/cm³. As partículas P324 possuem de diâmetro 769,8 µm e as P424 possuem um diâmetro de 591,2 µm, de acordo com *Mena* (2005).

3.1.2 Policloreto de vinilo (PVC)

O PVC é um plástico insolúvel em água e possui carácter hidrofóbico (ângulo de contato de 103°) (Ferreira, et al., 2010). Foram utilizadas partículas fornecidas pela empresa CIREs, que apresentavam uma forma arredondada e irregular, com uma densidade de 1,35 g/cm³. Foi utilizada uma mistura de dois tamanhos, utilizadas previamente por *Soares* (2011), com diâmetros médios de 725 µm e de 513 µm. O diâmetro médio das partículas na mistura estudada foi de 619 µm.

3.1.3 Instalação para análise de imagem

Para determinar a área interfacial e melhor compreender a influência da temperatura e dos sólidos no $k_L a$ recorreu-se à técnica de análise de imagem. Ela permite não só a classificação das bolhas como também a sua quantificação. Para obter as imagens das bolhas foi utilizada uma câmara de alta velocidade e a aquisição dos dados foi realizada pelo software *Fastec ImagingTM*. Para realizar o tratamento das imagens foi utilizado o software *Visilog* e a ferramenta estatística Análise Fatorial Discriminante.

A instalação experimental utilizada foi a mesma, apenas com um *air-lift* diferente, de formato retangular. As suas características encontram-se descritas na *Tabela 2*.

Tabela 2: Dimensões do air-lift para realização da análise de imagem

Estrutura	Caraterísticas	cm
<i>Air-lift</i>	Comprimento	14
	Altura	120
	Largura	2
Camisa retangular	Comprimento	18
	Largura	4
	Altura	120
Placa separadora	Espessura	0,7
	Altura	31,5
	Altura acima do distribuidor	5,5

3.2 Descrição do procedimento experimental

As experiências foram realizadas em sistema bifásico e trifásico. A fase líquida utilizada foi água destilada, a fase gasosa foi o ar K, alternando com azoto. Previamente a cada ensaio realizou-se a desoxigenação da fase líquida, utilizando o azoto, durante cerca de 8 minutos para obter uma boa mistura entre todas as fases presentes, até atingir uma concentração de oxigénio praticamente nula. Neste ponto alterava-se a posição da válvula de 3 vias de modo a substituir a fase gasosa pelo ar K até atingir a saturação da fase líquida. O programa *Multilab* registou a evolução da concentração de oxigénio, permitindo uma obtenção gráfica ao longo do tempo, gravando os valores com intervalos de 2 segundos. É importante referir que os resultados experimentais são reproduzíveis com um erro relativo médio de 5%.

Variou-se o tipo de sólidos (P424, P324 e PVC) usados e a sua carga (1%, 3% e 5%) para verificar a sua influência na transferência de oxigénio, a diferentes velocidades de gás ($3,09 \times 10^{-3}$ m/s, $6,19 \times 10^{-3}$ m/s, $9,28 \times 10^{-3}$ m/s, $12,4 \times 10^{-3}$ m/s, $15,5 \times 10^{-3}$ m/s e $18,6 \times 10^{-3}$ m/s) e a diferentes temperaturas (25 °C e 35 °C). Os sólidos utilizados estão descritos na seção anterior e foram passados pelos ultra-sons antes da sua utilização nos ensaios durante 5 minutos para permitir melhor dispersão na fase líquida.

O volume de líquido utilizado foi de 5,45 L. Em alguns ensaios a altura do leito foi fixado em 38 cm para permitir uma melhor dispersão dos sólidos de EPS. Esses ensaios são referidos na *Tabela 3*, onde está indicada a variação de volume da fase líquida.

De um modo resumido, as condições operatórias são apresentadas de seguida, na *Tabela 3*:

Tabela 3: Condições operatórias de todos os ensaios realizados

Fase gasosa	Fase líquida (H ₂ O)		Fase sólida					
	$u_G \times 10^3$ (m/s)	V (cm ³)	T (°C)	Tipo	ρ_p (g/cm ³)	Caraterísticas	% (v/v)	d_p (µm)
3,09; 6,19; 9,28; 12,4; 15,5; 18,6	5450	25; 35	—	—	—	—	—	—
	5450	25; 35	PES 424	1,045	Hidrofóbico	1; 3; 5	591,2	Esf.
	5450	25; 35	PES 324	1,045	Hidrofóbico	1; 3; 5	769,8	Esf.
	5450	25; 35	PVC	1,350	Hidrofóbico	1; 3; 5	619	Irreg.
	Variou	25	PES 424	1,045	Hidrofóbico	3	591,2	Esf.
	Variou	25	PES 324	1,045	Hidrofóbico	3	769,8	Esf.

O sensor de oxigénio dissolvido permaneceu em todos os ensaios na mesma posição, tendo sido colocado a 20 cm do distribuidor gasoso.

O gás *hold-up* foi também medido e registado, através de uma régua colocada no *air-lift* que permite medir a elevação da altura da fase líquida, em cm.

3.2.1 Descrição do procedimento experimental para análise de imagem

A análise de imagem foi aplicada para o sistema bifásico, às temperaturas de 25 °C e de 35 °C e ao sistema trifásico com partículas P424, para uma carga de 1% e para as temperaturas já mencionadas. Também foi testada a carga de 5% mas apenas para determinadas velocidades de gás e 25 °C. À medida que o ensaio decorria, foram guardados conjuntos de imagens que foram tratadas automaticamente, de acordo com o procedimento presente no anexo D. Este anexo também contém mais detalhes sobre a análise de imagem, como a área projetada (S) com a qual se pode obter o diâmetro equivalente (d_{eq}), a distribuição do diâmetro de Feret com a qual se obtêm o diâmetro de Feret máximo (F_{max}), mínimo (F_{min}) e o alongamento (F_{max}/F_{min}).

Do mesmo modo, foram obtidos conjuntos de imagens do *downcomer* a diferentes velocidades de gás. Depois de obtido o diâmetro das bolhas foi possível obter a sua velocidade de subida e assumiu-se que as bolhas se mantêm no *downcomer*, ou seja conseguem contrariar a fase líquida descendente. Esta hipótese foi verificada com um grau aceitável de razoabilidade. Assim é possível encontrar a velocidade da fase líquida.

4. Resultados e discussão

Os ensaios iniciaram-se pelo sistema bifásico, onde foi avaliada a influência da temperatura. No sistema trifásico avaliou-se a influência das partículas sólidas de PVC e do aumento da carga volúmica nos valores de $k_L a$. Repetiu-se o mesmo procedimento, desta vez utilizando como fase sólida as partículas do tipo P424 e P324, avaliando assim a influência de diferentes tipos de sólidos na transferência de massa. Foi ainda realizada análise de imagem para o sistema bifásico, a uma temperatura de 25 °C e 35 °C, e também para o sistema trifásico com uma carga de 1% v/v, utilizando os sólidos P424, também para as mesmas temperaturas.

4.1 Sistema bifásico

Foram realizados dois tipos de análise para este sistema. Operou-se o *air-lift* a uma temperatura de 25 °C para poder realizar uma comparação com a coluna de bolhas e, posteriormente colocou-se o *air-lift* a 35 °C, para avaliar a influência da temperatura na transferência de massa.

4.1.1 Comparação entre coluna de bolhas e *air-lift*

Com o objetivo de comparar o funcionamento entre uma coluna de bolhas e um *air-lift*, foram realizados vários ensaios a diferentes velocidades gasosas, para uma temperatura de 25 °C. Os resultados alcançados na coluna de bolhas foram obtidos por *Pereira* (2010). No entanto convém referir que o tipo de distribuidor gasoso não foi idêntico, enquanto neste ensaio foi utilizado um distribuidor de agulhas com diâmetro exterior de 0,33 mm, na coluna de bolhas foi utilizado um distribuidor com orifícios de 0,3 mm de diâmetro.

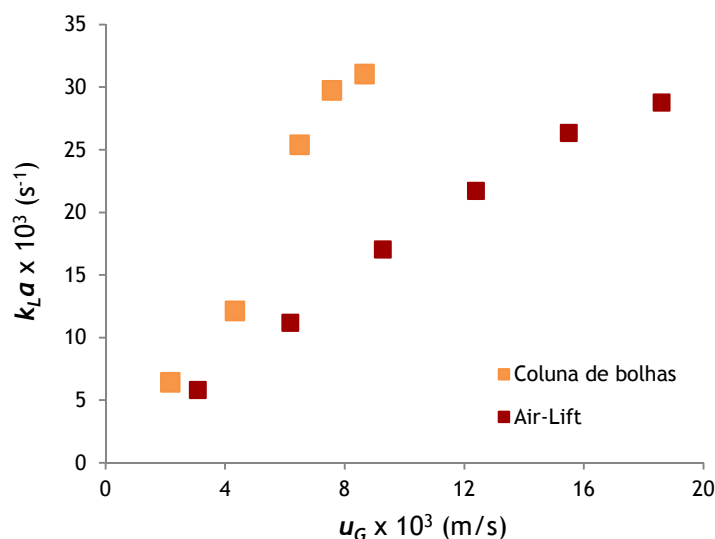


Figura 9: Comparação entre um *air-lift* e uma coluna de bolhas, a uma temperatura de 25 °C

A *Figura 9* apresenta os dados recolhidos no *air-lift* e os obtidos por *Pereira (2010)*. Verifica-se, como esperado, que a coluna de bolhas permite a obtenção de valores de $k_L a$ mais elevados comparativamente ao *air-lift*. No entanto, como vantagem o *air-lift* permite trabalhar a caudais de gás mais elevados graças à circulação da fase líquida, o que na coluna não é possível, e permite que o regime heterogéneo ocorra apenas para caudais de gás mais elevados.

4.1.2 Influência da temperatura

Verifica-se que com o aumento da temperatura existe um ligeiro aumento na transferência de oxigénio. Vários fenómenos poderão ocorrer e, segundo *Ferreira, et al. (2010)*, um aumento na temperatura conduz a mudanças nas propriedades físicas do líquido e do gás que pode levar tanto à diminuição da viscosidade do líquido como da tensão superficial, promovendo a difusão e facilitando a quebra e a coalescência das bolhas, respetivamente. Pode-se visualizar os resultados experimentais na *Figura 10*.

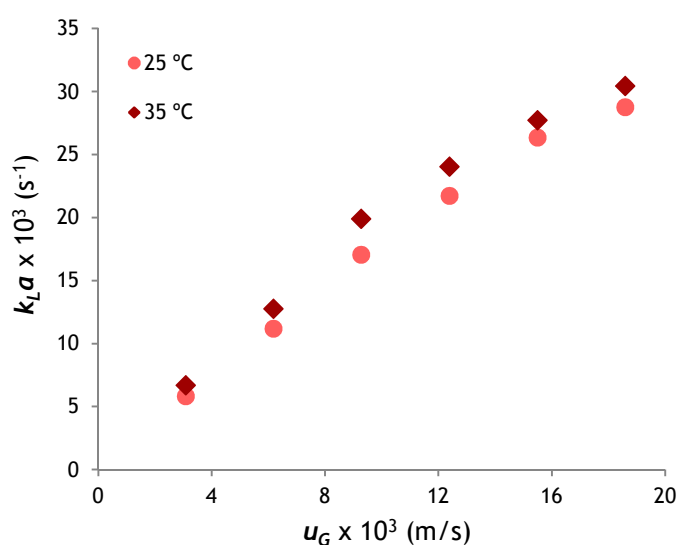


Figura 10: Valores experimentais obtidos no sistema gás-líquido para o $k_L a$ a diferentes velocidades de gás para as temperaturas de 25 °C e 35 °C

No subcapítulo dedicado à análise de imagem poderão ser visualizados os resultados obtidos. Estes mostram que o aumento da temperatura provoca o aumento do tamanho das bolhas tal como a introdução de sólidos. Com estes resultados verifica-se que ocorre uma diminuição na área interfacial disponível para a transferência de massa quando se eleva a temperatura. Como o $k_L a$ a 35 °C registou ligeiramente melhores resultados que a 25 °C e tendo em conta que existiu uma diminuição de a , significa que a difusão foi beneficiada com o aumento de temperatura.

4.2 Sistema trifásico

Para avaliar a influência de determinados tipos de sólidos na transferência de massa, realizaram-se algumas experiências para diferentes temperaturas (25 °C e 35 °C), variando o tipo de sólido e a carga.

4.2.1 Influência da carga de sólidos PVC

De um modo geral, segundo *Ferreira* (2009), a introdução de partículas sólidas pode levar ao aumento do número de colisões entre as bolhas, resultando num aumento da coalescência e como consequência há um aumento do tamanho das bolhas e diminuição da área interfacial. Como efeito positivo pode existir o aumento da turbulência, promovendo o aumento da transferência de massa, pode ainda promover a quebra das bolhas e assim aumentar a área interfacial.

Pela *Figura 11* verifica-se no entanto que a introdução de 1% de partículas de PVC não trouxe alterações ao $k_L a$ obtido pelo sistema bifásico. Relativamente ao gás *hold-up*, representado na *Figura 12*, para esta carga de sólidos verificou-se que é menor que no sistema gás-líquido, o que poderá demonstrar uma diminuição da área interfacial disponível para a transferência de massa, explicado pela maior probabilidade de ocorrência de coalescência. Todavia, o que aconteceu foi que não se registaram alterações no valor de $k_L a$, portanto se o valor de a diminuiu significa que o valor do coeficiente k_L aumentou o suficiente para compensar a diminuição desse valor da área interfacial. Estas partículas sólidas poderão ter agido como misturadores, promovendo a turbulência local e promovendo a difusão.

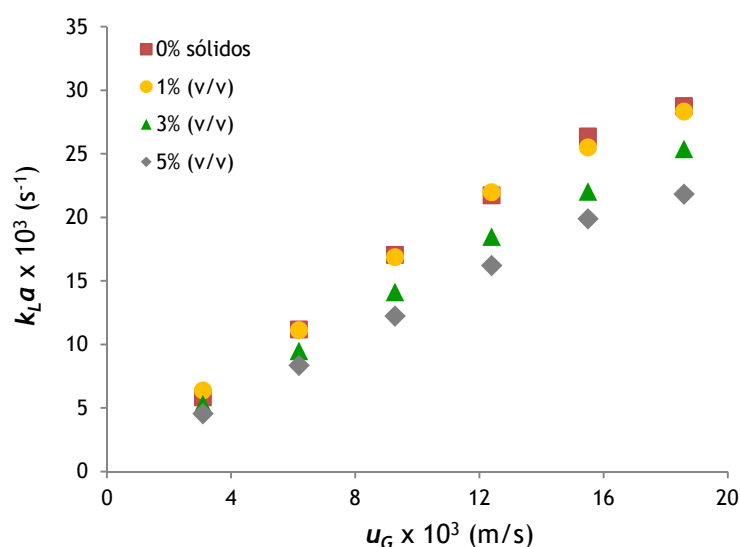


Figura 11: Valores experimentais do $k_L a$ para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C

Os valores de $k_L a$ obtidos com uma carga de sólidos de 3% e 5% já são inferiores aos valores obtidos no sistema bifásico. Nestes casos, o aumento da quantidade de sólidos poderá beneficiar a coalescência, resultando numa diminuição acentuada do valor de a .

Verifica-se na *Figura 12* que o gás *hold-up* para os dois últimos ensaios, u_G de $15,5 \times 10^{-3}$ m/s e u_G de $18,6 \times 10^{-3}$ m/s, para as cargas de 3% e 5% é semelhante ou mesmo superior aos valores de gás *hold-up* do sistema bifásico, no entanto os valores de $k_L a$ permanecem inferiores aos obtidos no sistema bifásico.

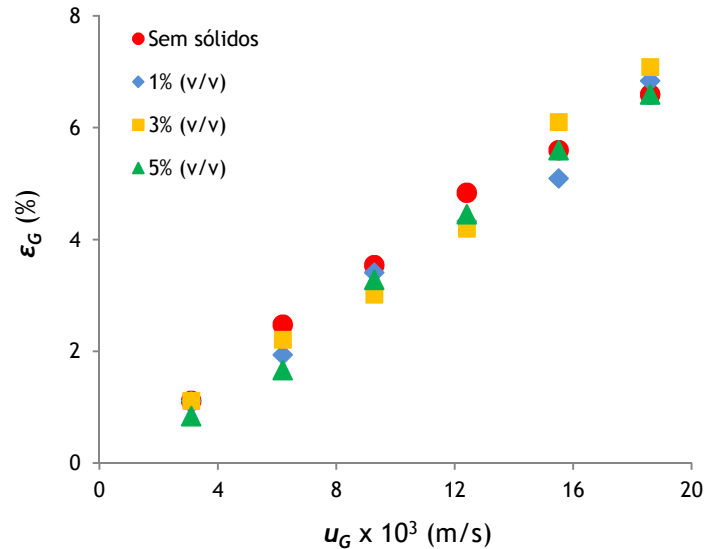


Figura 12: Variação do gás hold-up para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C

Segundo os resultados apresentados na *Figura 13* a temperatura parece fomentar a influência dos sólidos no $k_L a$.

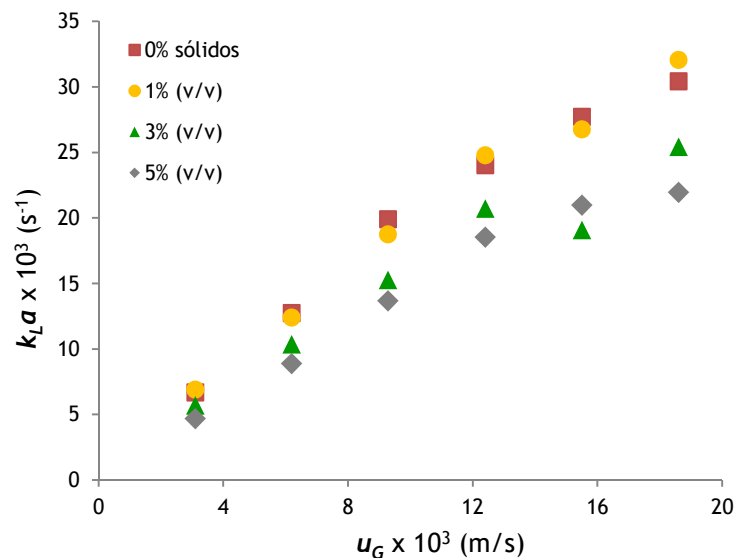


Figura 13: Valores experimentais do $k_L a$ para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C

De notar que para uma u_G de $15,5 \times 10^{-3}$ m/s ocorreu uma redução abrupta para a carga de 3%, o que poderá ter sido causada pela transição entre regimes.

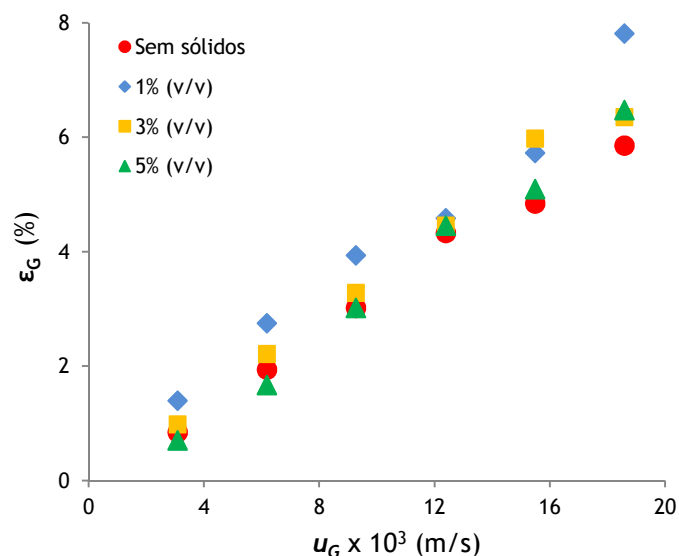


Figura 14: Variação do gás hold-up para o sistema com sólidos de PVC (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C

Relativamente ao gás *hold-up*, representado na Figura 14, para qualquer carga sólida utilizada os valores foram mais elevados do que no sistema bifásico. Segundo a técnica da análise de imagem, a introdução de sólidos levou à formação de bolhas com diâmetros superiores àqueles obtidos para o sistema bifásico às mesmas temperaturas, no entanto registam-se valores de gás *hold-up* mais altos para o sistema trifásico.

4.2.2 Influência da carga de sólidos P424

No decorrer dos ensaios com os sólidos EPS várias situações ocorreram. Visualizou-se de início que há tendência para estes sólidos formar uma camada aglomerada no topo da fase líquida, devido à sua capacidade hidrofóbica e que não efetuavam uma mistura conveniente. Pode-se ver a camada de sólidos formada na Figura 15.

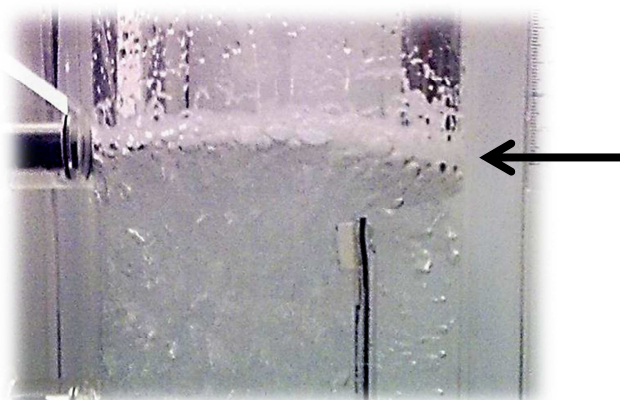


Figura 15: Camada de sólidos EPS formada no topo da fase líquida

O fluxo da fase líquida arrastava apenas uma pequena quantidade de sólidos. Através do aumento da velocidade da fase gasosa também não foi possível resolver este problema.

Outra situação verificada para os sólidos de poliestireno foi o fato destes se aglomerarem à volta da superfície da bolha, resultando muitas vezes num agrupamento de várias bolhas unidas pelas partículas sólidas, contribuindo para uma redução significativa da área disponível para a transferência de massa, como se pode verificar pela *Figura 16*, fato já observado em *Ferreira, et al. (2010)*.

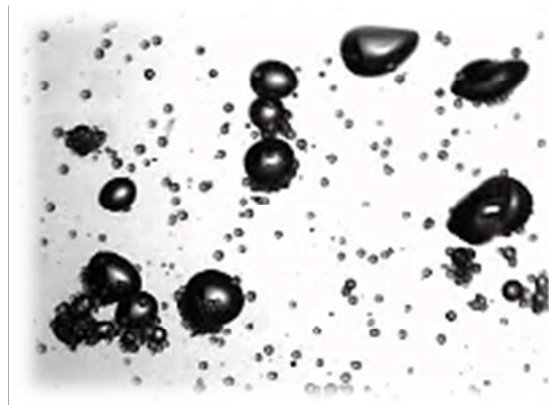


Figura 16: Adesão de partículas sólidas à volta das bolhas

No decorrer dos ensaios com partículas EPS foram usados dois tipos de distribuidores (A e B) com tamanho de orifício e espaçamento entre as agulhas idêntico, sendo que o distribuidor A comparativamente com B possui um orifício de diâmetro 0,5 mm, sem agulha junto à parede do riser, gerando uma bolha de aproximadamente 2 cm. Essa bolha causava uma elevada turbulência na superfície da fase líquida e na camada de partículas sólidas, o que permitia que a fase líquida conseguisse arrastar uma grande quantidade de sólido e promover uma boa mistura de fases. Para as velocidades mais elevadas conseguia-se uma redução bastante acentuada da camada estagnada de sólidos, chegando a ser uma redução total em alguns casos. Por estes motivos a medição do gás *hold-up* tornou-se bastante difícil e os valores lidos apenas servem como base para perceber a variação da área interfacial, pois como a altura da camada de sólidos ia variando significa que a quantidade de partículas dentro da fase líquida também variava.

Para verificar se a bolha de elevadas dimensões introduzia alterações no $k_L a$, realizaram-se experiências usando o distribuidor tipo A e B no sistema bifásico não se registando alterações significativas nos valores para as várias velocidades de u_G .

Na *Figura 17* encontram-se os resultados obtidos para uma carga volúmica de 1%, 3% e 5% usando o distribuidor do tipo A. Verifica-se que para as u_G iniciais, $3,09 \times 10^{-3}$ m/s e de $6,19 \times 10^{-3}$ m/s, os valores de $k_L a$ para o sistema com sólidos não variam significativamente dos

valores para o sistema sem sólidos. Poderá ser explicado devido ao fato da maior parte das partículas sólidas se encontrarem acumuladas na camada superior e não provocarem por isso muita influência na transferência de massa.

No que se refere á carga de sólidos, a adição destes provoca uma redução do coeficiente $k_L a$, tanto maior quanto a carga de sólidos utilizados. Verifica-se que, para 1% v/v, existe uma estabilização do coeficiente volumétrico para os três últimos pontos experimentais e é importante referir que para estes pontos não existia a camada de sólidos na superfície da fase líquida. Poderá existir uma boa mistura dos sólidos na fase líquida e aumentar a coalescência em grande extensão.

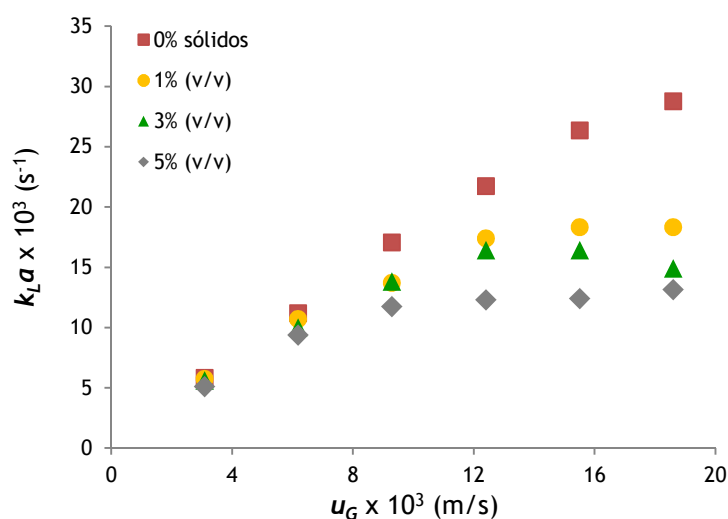


Figura 17: Valores experimentais do $k_L a$ para o sistema com sólidos P424 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C

Para os ensaios que ocorreram com carga de 3% não existiu a destruição da camada, sendo que para o último ponto experimental, u_G de $18,6 \times 10^{-3} \text{ m/s}$, apenas se obteve uma redução de 76,5% da mesma, no entanto verificou-se uma redução no $k_L a$ para este valor.

Quando se passou a uma carga de sólidos de 5% registou-se uma diferença acentuada para os valores de $k_L a$ obtidos com carga de 1% e 3%, pois a quantidade de sólidos em estudo também é maior e pode provocar coalescência em maior grau. Quanto à camada de sólidos apenas se conseguiu uma redução de 22,6% para o último valor de u_G .

Os resultados obtidos para o $k_L a$ a uma temperatura de 35 °C estão apresentados na Figura 18. Constata-se uma diminuição nos valores do coeficiente volumétrico quando comparados com os valores obtidos para a temperatura de 25 °C. Como já foi explicado, verificou-se uma diminuição da área interfacial quando se passou a operar a 35 °C aliado à introdução de sólidos que poderão estar a beneficiar a coalescência, o que poderá explicar a diminuição do coeficiente quando se passou para a temperatura de 35 °C.

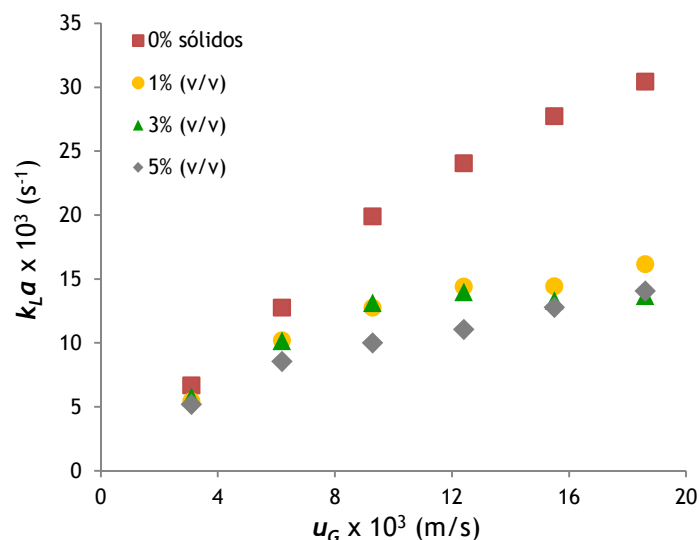


Figura 18: Valores experimentais do k_La para o sistema com sólidos P424 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C

É notória uma aproximação nos valores de k_La para as três cargas sólidas, ou seja, não existe para esta temperatura uma elevada influência do aumento da quantidade de partículas na transferência de massa.

Para a carga volúmica de 1% e 3% foi possível obter uma redução total da camada de sólidos para os dois últimos ensaios experimentais. No caso da carga de 5% a camada de sólidos à superfície diminui apenas 48,7% para o último ensaio, u_G de $18,6 \times 10^{-3}$ m/s.

4.2.3 Influência da carga de sólidos P324

Nos ensaios para este tipo de sólidos foi utilizado o distribuidor A e a presença da bolha de elevadas dimensões causava bastante turbulência no topo da fase líquida e na camada de sólidos e permitia à fase líquida deslocar uma grande quantidade destes. A Figura 19 apresenta os resultados obtidos para o k_La a uma temperatura de 25 °C.

Os resultados obtidos para as diferentes cargas sólidas são bastante próximos, registando-se uma diferença ligeira a partir dos dois últimos ensaios, u_G de $15,5 \times 10^{-3}$ m/s e $18,6 \times 10^{-3}$ m/s, quando há uma maior dispersão de partículas. Comparando com os sólidos anteriores, que possuem a mesma densidade mas com um diâmetro menor, estes sólidos apresentam uma maior transferência de massa para as cargas de 1%, 3% e 5%.

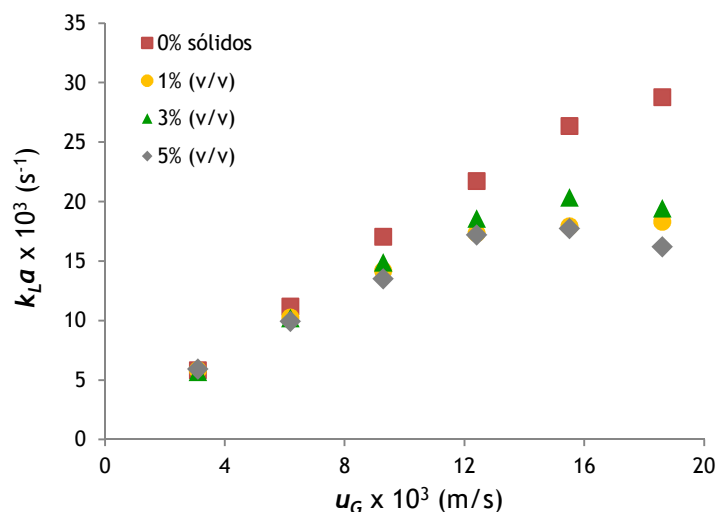


Figura 19: Valores experimentais do k_La para o sistema com sólidos P324 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 25 °C

A redução na camada de sólidos foi de 100% tanto para a carga de 1% como para a carga de 3%. Quando se passou a trabalhar com uma carga de sólidos a 5% registou-se uma apenas redução de 62,9%.

Para uma temperatura de 35 °C verifica-se a mesma tendência que para os sólidos P424, com o aumento da temperatura existe uma diminuição nos valores de k_La . Também neste caso parece não existir influência relativamente à quantidade de sólidos utilizados, pois não existem variações significativas para os valores obtidos de k_La .

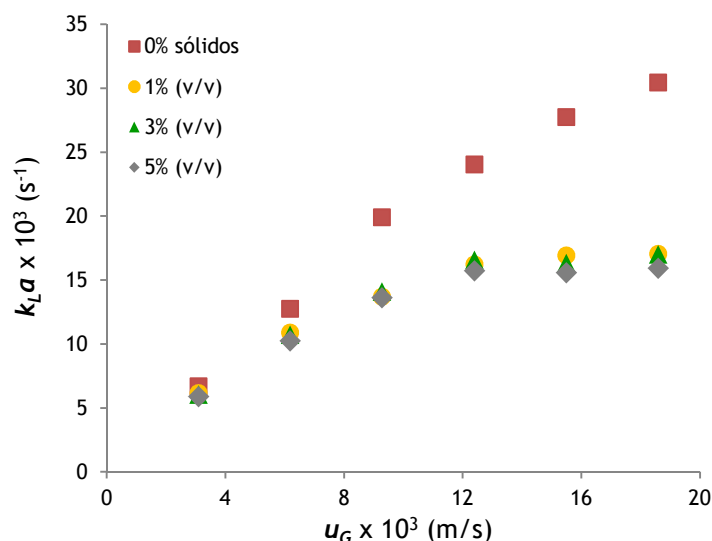


Figura 20: Valores experimentais do k_La para o sistema com sólidos P324 (1%, 3% e 5%), a uma temperatura de 35 °C

Relativamente à camada de sólidos repetiu-se o mesmo comportamento visualizado para uma temperatura de 25 °C. Para uma carga de 1% e 3% foi possível obter uma redução total da

camada para o último ensaio. No caso da carga a 5% o máximo de redução que se atingiu foi de 73,0%.

4.2.4 Influência do volume

Neste estudo foi usado o distribuidor tipo B. Dado que neste distribuidor não se gerava bolhas de tamanho próximo de 2 cm como no distribuidor tipo A (devido ao orifício de 0.5 mm) as partículas não eram dispersas no sistema. O deslocamento da fase líquida não conseguia arrastar praticamente nenhuma quantidade de sólidos da camada estagnada, pois aderiam à parede do *air-lift* e com o seu comportamento hidrofóbico criaram um espaço vazio entre a camada de sólidos e a superfície da fase líquida. No sentido de resolver este problema recorreu-se à diminuição da altura de líquido acima do anteparo. Desta forma obteve-se velocidades mais elevadas da fase líquida na passagem do *riser* para o *downcomer* e uma maior aproximação da camada de sólidos da superfície do líquido. No entanto, utilizando os sólidos P424, para as velocidades de gás mais baixas, u_G de $3,09 \times 10^{-3}$ m/s, de $6,19 \times 10^{-3}$ m/s e de $9,28 \times 10^{-3}$ m/s não foi possível obter os resultados esperados, a camada de sólidos não sofreu alterações mas quando se passou a trabalhar a velocidades de gás mais elevadas conseguiu-se reduzir a camada de sólidos confirmada apenas visualmente.

Outra situação que surgiu aquando da redução de volume para velocidades de gás mais elevadas foi a criação de um “tampão” por parte das partículas sólidas, no lado do downcomer. Pode-se visualizar o “tampão” na *Figura 21*. Os sólidos ao serem arrastados pela fase líquida, concentravam-se no topo do downcomer e quando a força da fase líquida conseguia vencer o efeito tampão, uma grande quantidade de partículas eram arrastadas.



Figura 21: Tampão originado pelas partículas sólidas no lado do downcomer

Os resultados obtidos para o sistema trifásico com sólidos P424, para uma carga de 3% encontram-se reproduzidos na *Figura 22*. Como se pode verificar foi possível reproduzir os valores obtidos com o distribuidor A com uma certa proximidade para as velocidades de gás mais elevadas u_G de $12,4 \times 10^{-3}$, de $15,5 \times 10^{-3}$ e $18,6 \times 10^{-3}$ m/s.

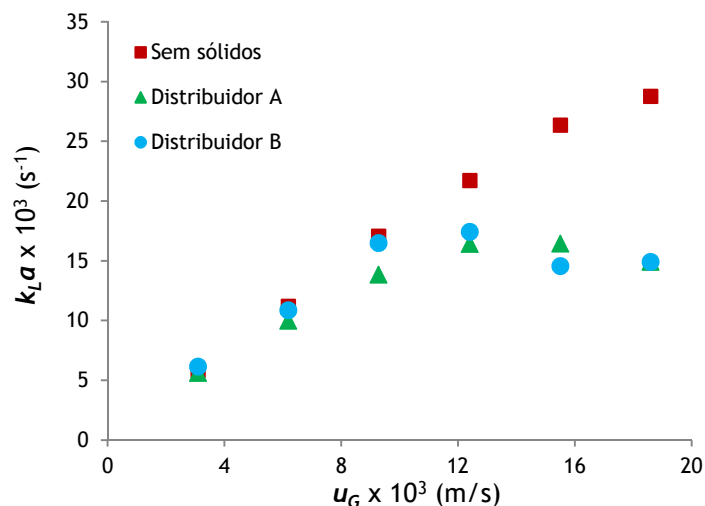


Figura 22: Valores experimentais do k_{La} para o sistema com sólidos P424 (3% v/v), com variação de volume, a uma temperatura de 25 °C

Para as velocidades de gás mais baixas os resultados obtidos não diferem do *air-lift* a trabalhar apenas no sistema bifásico, pois como foi explicado a redução da camada para estas velocidades não foi tão eficaz.

Para os sólidos P324 não foi efetuada uma análise para as velocidades mais baixas de gás, pois não existia praticamente redução da camada de sólidos. Foram obtidos os valores de k_{La} para as u_G de $12,4 \times 10^{-3}$, de $15,5 \times 10^{-3}$ e $18,6 \times 10^{-3}$ m/s. A Figura 23 mostra os resultados obtidos.

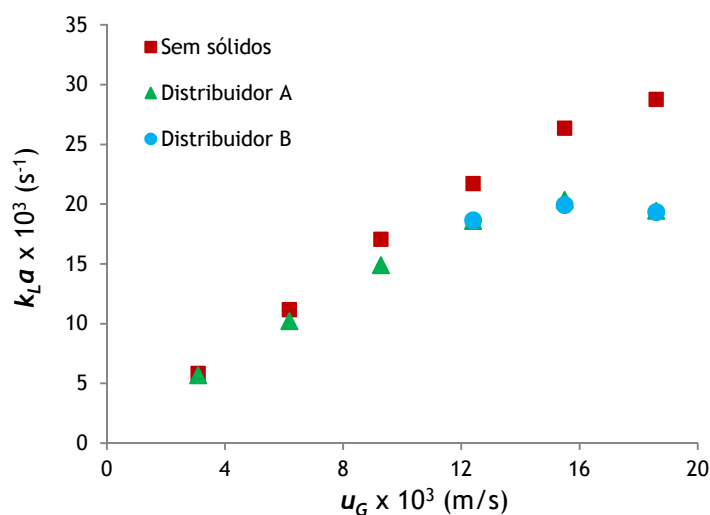
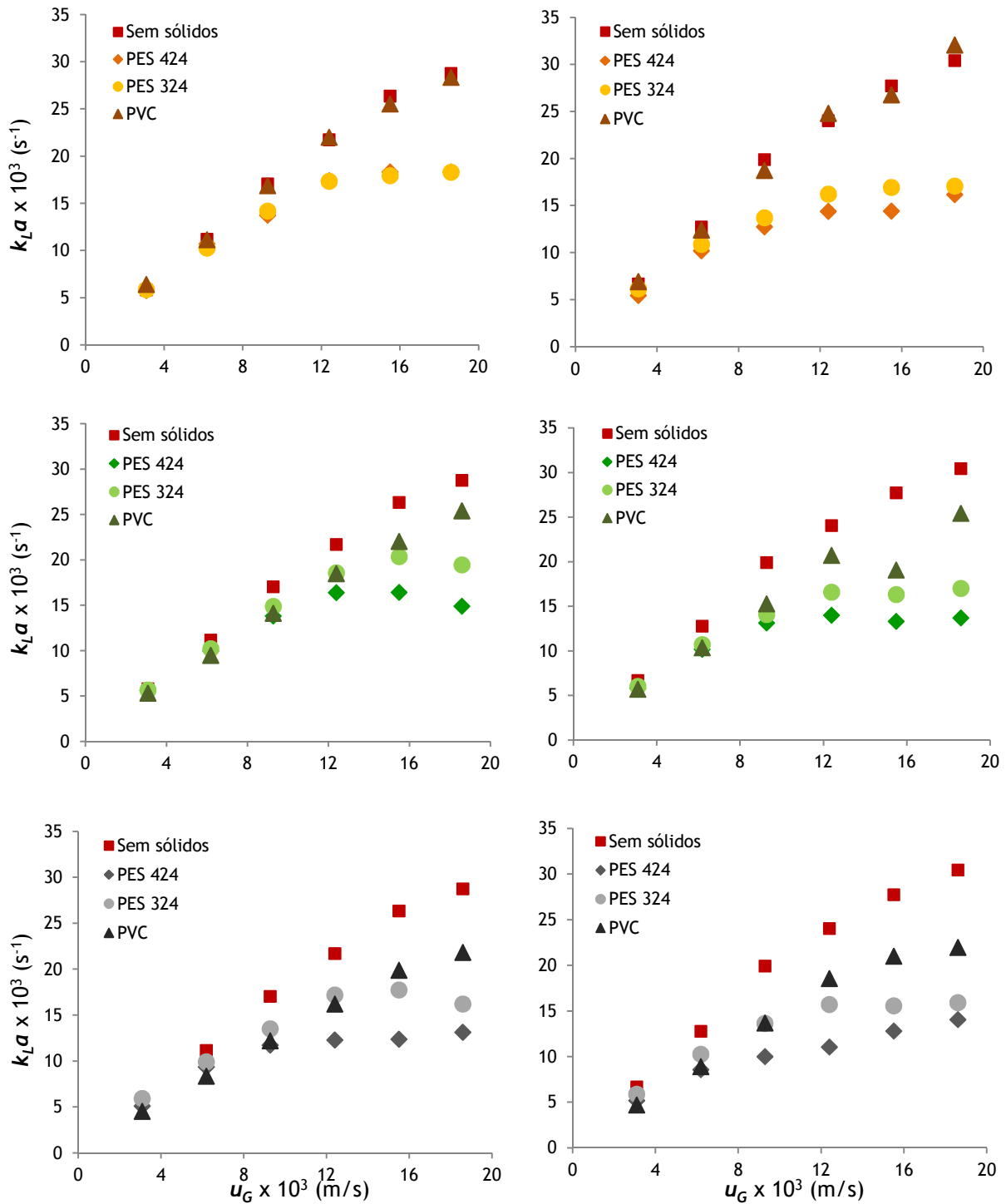


Figura 23: Valores experimentais do k_{La} para o sistema com sólidos P324 (3% v/v), com variação de volume, a uma temperatura de 25 °C

Foi possível reproduzir os valores obtidos para o distribuidor A, embora neste caso tenha resultado a formação de um tampão de partículas que apenas dispersava quando a fase líquida vencia a sua resistência.

4.2.5 Comparação entre partículas

Para poder comparar visualmente os resultados obtidos para o $k_L a$ para cada tipo de sólido agruparam-se os resultados obtidos segundo a temperatura e a carga dos sólidos, como se pode ver pela *Figura 24*.



Legenda: a) Temperatura de 25°C e 1% v/v
 c) Temperatura de 25°C e 3% v/v
 e) Temperatura de 25°C e 5% v/v

b) Temperatura de 35°C e 1% v/v
 c) Temperatura de 35°C e 3% v/v
 e) Temperatura de 35°C e 5% v/v

Figura 24: Valores experimentais do $k_L a$ para os diferentes sólidos, a diferentes temperaturas e com diferentes cargas sólidas

Pela *Figura 24-a* pode-se verificar que, para 1% de carga, as partículas de PVC são as que apresentam melhores valores de $k_L a$ e também uma melhor mistura dos sólidos já que não existia nenhuma camada à superfície para este caso. No entanto, entre os sólidos P424 e P324 não se registaram diferenças nos valores alcançados, mostrando que o diâmetro das partículas tem pouca relevância para a transferência de massa, nestas condições. Na *Figura 24-b* já se verifica uma ligeira diferença entre P424 e P324, com este último a evidenciar melhor transferência de massa. A introdução de PVC, para esta temperatura e com esta carga mostra resultados idênticos àqueles obtidos a 25 °C.

Na *Figura 24-c* pode-se observar uma diminuição na performance dos sólidos de PVC e uma ligeira melhoria na transferência de massa para os sólidos P324. Verifica-se que estes valores são coincidentes com exceção das duas últimas u_G onde o PVC mostra um maior $k_L a$ comparativamente aos outros sólidos. Os sólidos P424 apresentaram os piores resultados, contudo só se verifica este comportamento a partir de uma u_G de $12,4 \times 10^{-3}$ m/s. As condições de temperatura e carga utilizadas na *Figura 23-d* mostram que os sólidos de PVC obtêm melhores resultados que as restantes partículas. Comparando os sólidos de EPS, os P324 mostraram novamente melhores resultados relativamente aos P424. Tanto na *Figura 24-c* como *Figura 24-d*, os sólidos P324 e P424 apresentam um comportamento semelhante para transferência de massa, a partir de u_G de $12,4 \times 10^{-3}$ m/s.

A *Figura 24-e* e *Figura 24-f* mostram que para esta carga de 5% e para as velocidades de gás mais baixas, os sólidos de EPS mostram ligeiramente melhores resultados que o PVC, possivelmente pela fraca mistura de sólidos na fase líquida evidenciada pelos sólidos de EPS. No entanto para as u_G mais elevadas os sólidos de PVC exibem melhor transferência de massa, pois à medida que u_G aumenta, a camada de sólidos de EPS diminui e vão aumentando o número de partículas na fase líquida.

4.2.6 Análise de imagem

Foi realizada a técnica de análise de imagem para o sistema bifásico a 25 °C e a 35 °C e para o sistema trifásico também às mesmas temperaturas, para os sólidos P424 e com uma carga sólida de 1%. Estes resultados permitem esclarecer a influência que a temperatura e os sólidos exercem no tamanho das bolhas e como consequência na área interfacial. No anexo D.3 pode-se verificar o procedimento seguido para obter o seu valor. Com a área interfacial determinada foi possível obter o valor para o coeficiente pelicular k_L . A *Figura 25* exhibe os resultados obtidos para o diâmetro médio de Sauter (d_{32}) que representa a distribuição de tamanho das bolhas. É importante referir que para elevadas velocidades u_G existem grupos de

bolhas aglomeradas que foram excluídas, pois o programa de análise de imagem apenas considerou bolhas simples.

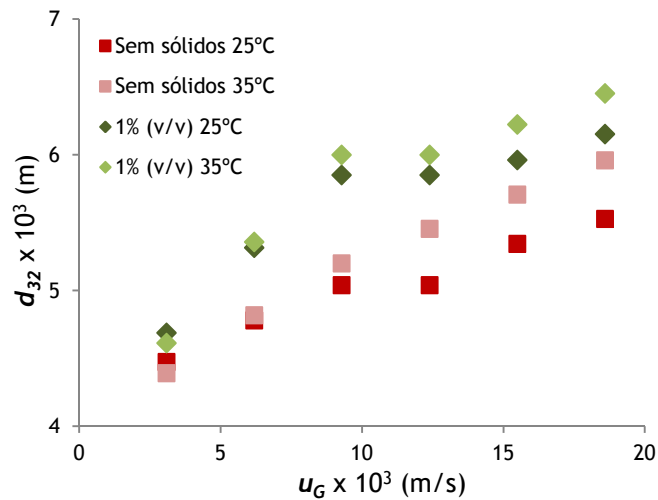


Figura 25: Valores do diâmetro médio de Sauter para o sistema bifásico e trifásico com sólidos P424, às temperaturas de 25 °C e 35 °C

Pode-se concluir pela análise à Figura 25 que para uma temperatura de 25 °C o sistema exibe bolhas mais pequenas que para uma temperatura de 35 °C. Com a adição de sólidos, o efeito do aumento da temperatura foi semelhante, para a temperatura mais elevada, verificam-se bolhas ligeiramente maiores. De notar que a adição de sólidos causou a formação de bolhas com maiores diâmetros em comparação com o sistema bifásico, o que poderá indicar a ocorrência de coalescência.

Relativamente à área interfacial (a), obtida a partir do diâmetro d_{32} , é de referir que os valores utilizados de gás *hold-up* são valores aproximados. Devido à camada de sólidos formada, que consoante a velocidade de gás utilizada, ia sendo reduzida, significa que o número de partículas sólidas na fase líquida ia aumentando, o que irá fazer variar os valores lidos para o gás *hold-up*. Esses resultados podem ser consultados na Figura 26.

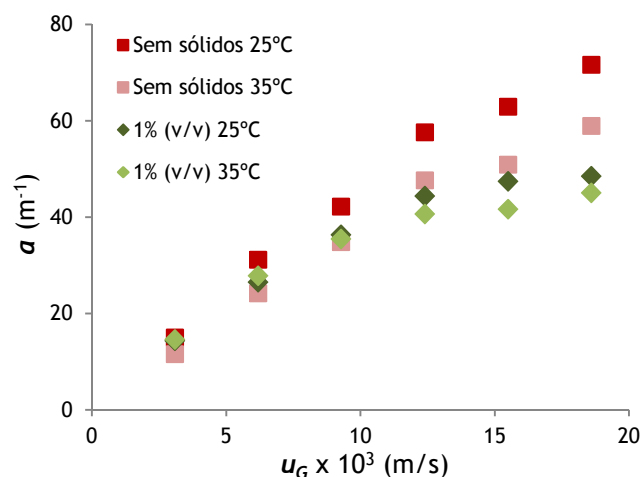


Figura 26: Valores da área interfacial para o sistema bifásico e para o sistema trifásico com sólidos P424, às temperaturas de 25 °C e 35 °C

De acordo com os valores obtidos para a , o sistema bifásico a 25 °C possui uma maior área disponível para a transferência de massa que a 35 °C. Para o sistema trifásico, verifica-se que a presença de sólidos afeta negativamente a área interfacial. Os valores obtidos para o sistema bifásico e para o trifásico são bastante próximos, mas apenas para as velocidades de gás mais baixas, o que já não foi verificado para as velocidades mais altas.

Por fim, foi realizada uma análise aos valores de k_L que permitem avaliar a influência da temperatura e dos sólidos na difusão. Podem-se consultar os resultados na Figura 27.

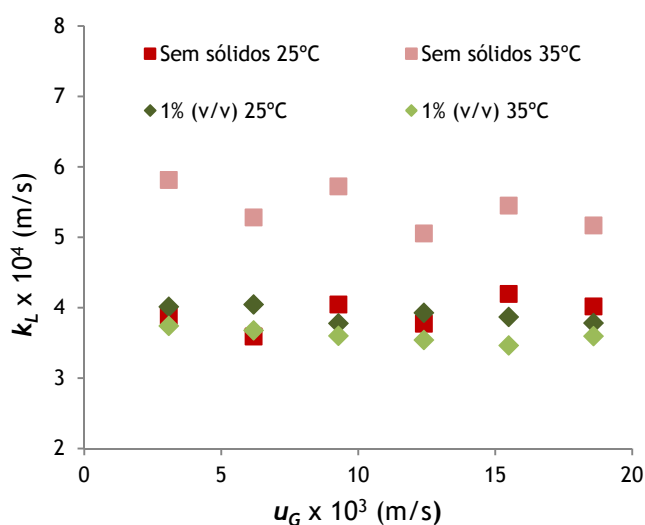


Figura 27: Valores do coeficiente pelicular k_L para o sistema bifásico e para o sistema trifásico com sólidos P424, às temperaturas de 25 °C e 35 °C

Pela análise aos dados obtidos para a Figura 27, observa-se uma diferença bastante elevada para o sistema bifásico a diferentes temperaturas, sendo que a transferência de massa, ou seja, a difusão é beneficiada pelo aumento da temperatura. Quando se operou a uma temperatura de 25 °C, a introdução de sólidos não provocou diferenças significativas no k_L quando comparado com o sistema bifásico à mesma temperatura. Contudo, para a temperatura de 35 °C constata-se que a introdução de sólidos provocou uma diminuição acentuada no k_L . Se forem comparados os valores para o sistema trifásico às duas temperaturas, não se regista uma elevada diferença entre eles, o que pode demonstrar que os sólidos anulam o efeito da temperatura na difusão.

5. Conclusões

Após a finalização deste trabalho, várias conclusões foram retiradas. O primeiro sistema estudado foi o sistema gás-líquido. Os resultados obtidos foram comparados com dados obtidos numa coluna de bolhas, verificando-se que no *air-lift* obtêm-se valores de $k_L a$ mais baixos, tal como referido na literatura.

No que se refere à influência da temperatura no sistema bifásico obteve-se um pequeno aumento no coeficiente $k_L a$ com o aumento desta. A análise de imagem permitiu perceber qual a influência da temperatura na área interfacial e no coeficiente pelicular. Verificou-se que o aumento da temperatura provocou um aumento no k_L e uma diminuição da área interfacial.

A introdução de sólidos no sistema provoca, de uma forma global, uma diminuição do $k_L a$ para ambas as temperaturas e de acordo com o tipo de sólidos, esta influência pode ser maior ou menor. No caso dos sólidos de PVC, só se verifica alguma influência para o $k_L a$ para cargas superiores a 1%. Já no caso dos sólidos de EPS mesmo com baixa carga de sólidos provoca uma alteração significativa no $k_L a$, principalmente a velocidades de gás elevadas.

No que se refere à influência dos sólidos no k_L pode-se observar que esta é muito acentuada para uma temperatura de 35 °C. A 25 °C não se verifica essa influência significativa no k_L . No entanto é de referir que esta conclusão foi obtida apenas com uma carga sólida de 1%. A influência da carga dos sólidos no k_L merece ainda um estudo mais aprofundado.

A técnica da análise de imagem permitiu obter resultados importantes sobre o comportamento da área interfacial com a introdução de sólidos. Concluiu-se que, para os sólidos P424, o aumento da temperatura não provocou diferenças significativas no tamanho das bolhas, alterando pouco a área interfacial, contudo registaram-se diferenças no coeficiente k_L , obtendo-se um valor mais elevado para este coeficiente à temperatura de 25 °C.

Estes resultados obtidos foram importantes para estudar o fenómeno da transferência de massa num *air-lift* e compreender o seu funcionamento.

6. Avaliação do trabalho realizado

6.1 Objetivos realizados

O propósito na realização deste trabalho foi atingido.

Foi possível comparar os dados obtidos entre uma coluna de bolhas e um *air-lift*, o que permitiu obter conclusões importantes sobre o modo de funcionamento do *air-lift*.

No sistema bifásico estudou-se a influência da temperatura, tal como no sistema trifásico. Relativamente a este último sistema referido, estudou-se a influência de diferentes tipos de sólidos na transferência de massa. Variou-se a sua carga sólida para perceber a influência que a quantidade de sólidos presentes no sistema pudesse exercer, obtendo resultados proveitosos para o estudo de um *air-lift*.

Por fim, a análise de imagem permitiu obter um melhor entendimento do comportamento das bolhas e dos fenómenos que influenciam a transferência de massa no sistema bifásico e no trifásico a diferentes temperaturas.

6.2 Limitações e trabalho futuro

Encontram-se poucos estudos sobre partículas sólidas que possuem a mesma densidade ou densidade semelhante à fase líquida. Os problemas que surgiram aquando do uso dos sólidos EPS são importantes resolver devido ao fato de reatores biológicos trabalharem frequentemente com partículas de densidade próxima da fase líquida.

O comportamento exibido pelos sólidos PVC foi completamente diferente daquele exibido pelos sólidos EPS, mesmo sendo os dois tipos de sólidos hidrofóbicos. Além de formarem uma camada no topo da fase líquida, os sólidos EPS revelaram uma elevada aderência pela superfície das bolhas, enquanto os sólidos PVC não exibiram esse comportamento. Sugere-se um estudo a outros tipos de sólidos que exibam diferentes características como a hidrofobicidade, a forma e a ligação partícula-partícula, complementando os resultados com dados obtidos pela análise de imagem para perceber claramente o efeito na área interfacial.

A análise de imagem é uma importante ferramenta para perceber em pormenor a influência de diversos fatores na área interfacial e, como consequência também no k_L . No entanto, poucos estudos refletem este estudo individualizado e como tal, existe pouca informação relativamente à variação no tamanho das bolhas. Sugere-se que futuros trabalhos foquem esta ferramenta para melhor entendimento dos fatores que influenciam a transferência de massa.

7. Referências bibliográficas

- Atenas, M., Clark, M. & Lazarova, V., 1999. Holdup and Liquid Circulation Velocity in a Rectangular Air-Lift. *Ind. Eng. Chem. Res.*, Volume 38, pp. 944-949.
- Baehr, H. D. & Stephan, K., 2006. *Heat and Mass Transfer*. s.l.:Berlin Heidelberg: Springer-Verlag.
- Benitez, J., 2009. *Principles and Modern Applications of Mass Transfer Operations*. s.l.:Wiley-Interscience.
- Camarasa, E. et al., 2001. A hydrodynamic model for air-lift reactors. *Chemical Engineering and Processing*, Volume 40, pp. 121-128.
- Camarasa, E. et al., 2001. Development of a complete model for an air-lift reactor. *Chemical Engineering Science*, Volume 56, pp. 493-502.
- Cardoso, P. P., 2011. *Transferência de massa em colunas de borbulhamento em sistemas bifásicos e trifásicos*, Porto: Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.
- Cerri, M. O., 2009. *Hidrodinâmica e transferência de oxigênio em três biorreatores airlift de circulação interna geometricamente semelhantes*, São Carlos: Universidade federal de São Carlos.
- Chisti, Y. & Jauregui-Haza, U., 2002. Oxygen transfer and mixing in mechanically agitated airlift bioreactors. *Biochemical Engineering Journal* , Volume 10, pp. 143-153.
- Clift, R., Grace, J. & Weber, M., 2005. *Bubbles, drops, and particles*, New York : Academic Press.
- Couvert, A., Bastoul, D., Roustan, M. & Chatellier, P., 2004. Hydrodynamic and mass transfer study in a rectangular three-phase air-lift loop reactor. *Chemical Engineering and Processing*, Volume 43, p. 1381-1387.
- Dutta, B. K., 2007. *Principles of mass transfer and separation processes*. New Delhi: Prentice-Hall of India Private Limited.
- Ferreira, A., Ferreira, C., Teixeira, J. A. & Rocha, F., 2010. Temperature and solid properties effects on gas-liquid mass transfer. *Chemical Engineering Journal*, Volume 162, p. 743-752.
- Ferreira, A., Pereira, G., Teixeira, J. A. & Rocha, F., 2012. Statistical tool combined with image analysis to characterize hydrodynamics and mass transfer in a bubble column. *Chemical Engineering Journal*, Volume 180, pp. 216-228.
- Fonseca, M. M. & Teixeira, J. A., 2007. *Reactores Biológicos: Fundamentos e Aplicações*. Lisboa: LIDEL- Edicoes Tecnicas, Lda.

Freitas, C. & Teixeira, J. A., 1998. Hydrodynamic studies in an airlift reactor with an enlarged degassing zone. *Bioprocess Engineering*, Volume 18, pp. 267-279.

Freitas, C. & Teixeira, J. A., 2001. Oxygen mass transfer in a high solids loading three-phase internal-loop airlift reactor. *Chemical Engineering Journal*, Volume 84, p. 57-61.

Furusaki, S., Garside, J. & Fan, L. S., 2002. *The expanding world of chemical engineering*. New York: Taylor & Francis.

Jakobsen, H. A., 2008. *Chemical reactor modeling: multiphase reactive flows*. Berlin: Springer-Verlag.

Jones, S. T., 2007. *Gas-liquid mass transfer in an external airlift loop reactor for syngas fermentation*, Ames, Iowa: Iowa State University.

Kilonzo, P. M. & Margaritis, A., 2004. The effects of non-Newtonian fermentation broth viscosity and small bubble segregation on oxygen mass transfer in gas-lift bioreactors: a critical review. *Biochemical Engineering Journal*, Volume 17, pp. 27-40.

Mena, P., Ferreira, A., Teixeira, J. A. & Rocha, F., 2011. Effect of some solid properties on gas-liquid mass transfer in a bubble column. *Chemical Engineering and Processing*, Volume 50, p. 181-188.

Mena, P. M., 2005. *Mass transfer and hydrodynamics in multiphase*, Porto, Portugal: Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.

Merchuk, J. C. & Gluz, M., 2002. Bioreactors, Air-lift Reactors. In: *Encyclopedia of Bioprocess Technology*. Beer-Sheva, Israel: s.n., pp. 320-394.

Pereira, G., 2010. *Estudo da influência de propriedades físicas do líquido e de partículas sólidas*, Porto: Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.

Quicker, G., Schumpe, A. & Deckwer, W., 1984. Gas-liquid interfacial areas in a bubble column with suspended solids. *Chemical Engineering Science*, Volume 39, pp. 179-183.

Zhu, Y., 2007. Immobilized Cell Fermentation for Production of Chemicals and Fuels. In: *Bioprocessing for value-added products from renewable resources: new technologies and applications*. Amsterdam: Shang-Tian Yang, pp. 373-396.

Anexo A

Quando se passa a trabalhar em regime heterogéneo, o fluxo de circulação é instável e existe a criação de um perfil de velocidades radial (Camarasa, et al., 2001) que ocorre quando as bolhas maiores arrastam parte da fase líquida e tem tendência para subir pelo centro, enquanto bolhas mais pequenas são transportadas perto da parede por fluido descendente (Jakobsen, 2008). Devido a este tipo de migração das bolhas, há a formação de correntes gasosas que se movem de um modo espiral, como se pode verificar pela *Figura 28* (Furusaki, et al., 2002).

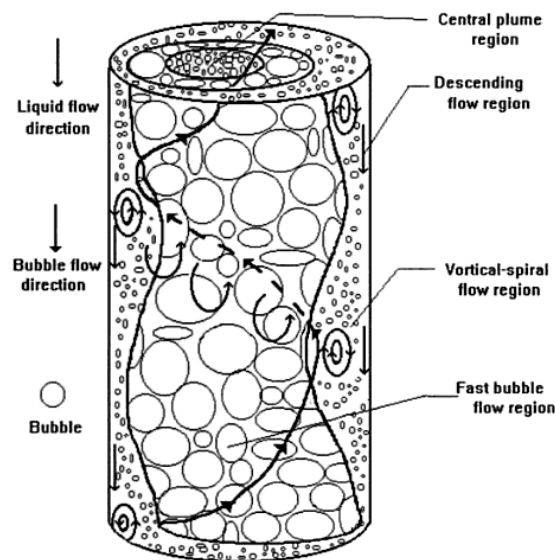


Figura 28: Os diferentes escoamentos presentes numa coluna de bolhas para o regime heterogéneo, adaptada de Furusaki, et al., (2002)

Podem distinguir-se quatro diferentes regiões (Furusaki, et al., 2002):

- Na zona onde o escoamento é descendente (*descending flow region*), adjacente à parede da coluna, a corrente líquida desce de um modo vertical ou espiral, dependendo da velocidade de gás e do líquido. Esta região encontra-se livre de bolhas para velocidades baixas de gás, no entanto, para velocidades mais elevadas, pequenas bolhas podem ser arrastadas em sentido descendente numa corrente líquida mais forte.
- A região que contém o escoamento espiral (*vortical-spiral flow region*) encontra-se localizada entre o escoamento descendente e a corrente central de bolhas. A velocidade espiral descendente também está relacionada com a velocidade do gás e do líquido, e ainda com o movimento oscilante de correntes de bolhas ascendentes. Os vórtices criados nesta região devem-se a perturbações causadas por pequenas bolhas presas aqui e por bolhas largas que sobem nas correntes gasosas, e podem levar ao melhoramento das características da mistura nesta zona.

- Na zona onde o escoamento de bolhas é elevado (*fast bubble flow region*), o fenómeno de coalescência ocorre mais significativamente. Os aglomerados de bolhas, ou bolhas coalescidas ascendem na coluna a velocidades mais elevadas. Pode existir mais do que uma corrente espiral de bolhas em simultâneo, com a direção a variar dinamicamente ao longo do diâmetro. São os fenómenos que ocorrem nesta região que ditam a estrutura de escoamento macroscópico do sistema, no regime heterogéneo.
- A zona central (*central plume region*) pode ser observada em colunas de diâmetros maiores e é caracterizada por uma distribuição do tamanho de bolhas praticamente uniforme e com menos interações ente bolhas.

Como se pode verificar pela *Figura 29*, é perceptível uma migração das bolhas em espiral, com zonas de recirculação de bolhas, criando um perfil de velocidades radial.

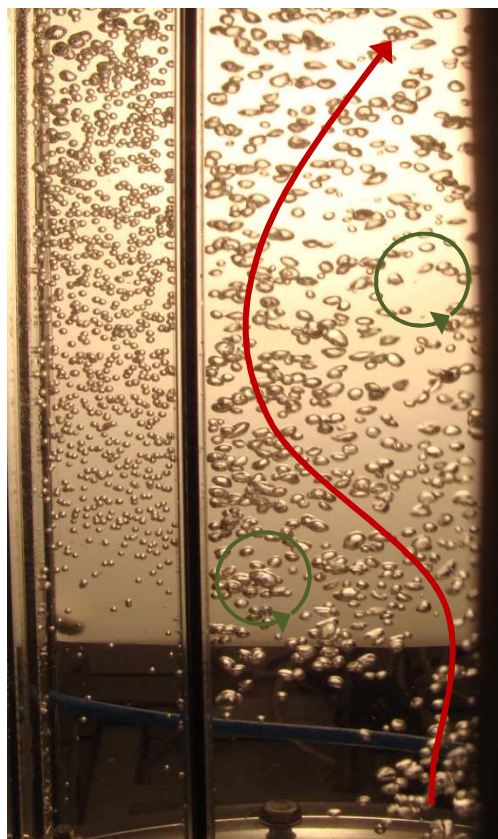


Figura 29: Fluxo do gás no riser, com zonas de recirculação de bolhas

Verifica-se a presença de bolhas de pequenas dimensões no *downcomer* arrastadas pela fase líquida. Quando se aumenta a velocidade de gás é possível aumentar a quantidade dessas bolhas de pequenas dimensões e com o aumento da velocidade da fase líquida, a consequência é o arrasto dessas bolhas no sentido descendente até que voltam a ser introduzidas no *riser*.

Essas bolhas foram utilizadas para conhecer a velocidade da fase líquida, para determinadas velocidades da fase gasosa. Através da técnica de análise de imagem foi medido o tamanho das bolhas e com os dados recolhidos de *Clift, et al. (2005)* permitiu obter a velocidade ascensional da bolha. Considerando as bolhas no *downcomer* praticamente imóveis, a velocidade descendente da fase líquida assim corresponde à velocidade de subida da bolha.

Tabela 4: Diâmetros das bolhas e velocidades da fase líquida para diversas velocidades da fase gasosa

u_G (m/s)	d_{32} (m)	u_L (m/s)
$3,09 \times 10^{-3}$	$2,37 \times 10^{-3}$	0,171
$6,19 \times 10^{-3}$	$3,66 \times 10^{-3}$	0,175
$9,28 \times 10^{-3}$	$4,17 \times 10^{-3}$	0,182
$12,4 \times 10^{-3}$	$5,53 \times 10^{-3}$	0,189

A *Tabela 4* apresenta os diâmetros das bolhas para as diferentes velocidades de gás e a correspondente velocidade da fase líquida.

Anexo B

De seguida são apresentadas algumas imagens da instalação experimental:



- Legenda:
- | | |
|---------------------------------------|---------------------------------|
| e) Instalação experimental | a) Medidor de caudal |
| f) Câmara de vídeo de alta velocidade | b) Lavadores de gases |
| g) Monitor para o sensor de oxigénio | c) Válvulas de regulação de gás |
| h) Sensor de oxigénio | d) Ultra-sons |
| i) <i>Air-lift</i> | |

Figura 30: Fotos da instalação experimental

Anexo C

Neste anexo são apresentados alguns exemplos de cálculos que foram necessários realizar ao longo dos ensaios experimentais.

C.1 Determinação da massa de sólidos

Para determinar a carga de sólidos a utilizar, caso do sistema trifásico e do quadrifásico, foi seguido o procedimento que é exemplificado de seguida, tomando como exemplo a preparação de uma solução com 5% de sólidos PES 424.

A resolução que se segue destina-se a calcular o volume das partículas que necessário adicionar:

$$V_p = 0,05xV_{total} \quad (12)$$

$$V_p = 0,05x(V_L + V_p) \quad (13)$$

$$V_p = 0,05x(5,45 + V_p) \quad (14)$$

$$V_p = 286,84 \text{ cm}^3 \quad (15)$$

De seguida, era necessário obter a massa de partículas que era necessário pesar:

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} \quad (16)$$

$$1,045 = \frac{m_p}{286,84} \quad (17)$$

$$m_p = 299,75 \text{ g} \quad (18)$$

C.2 Determinação do coeficiente $k_L a$ a partir dos dados experimentais

Um exemplo de um gráfico obtido, que retrata a evolução da concentração de oxigénio ao longo do tempo pode ser visto na *Figura 31*. Observa-se a presença de duas zonas distintas:

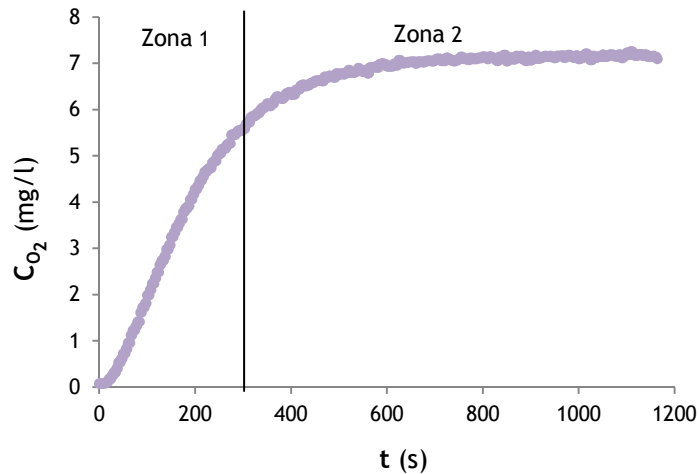


Figura 31: Evolução da concentração de oxigênio ao longo do tempo para o sistema bifásico a 25 °C e para uma velocidade de $3,09 \times 10^{-3}$ m/s

A zona 1 mostra um rápido aumento da concentração de oxigênio na fase líquida, pois existe uma elevada transferência de massa. Quando se aproxima da concentração de saturação, a transferência de massa vai diminuindo até que se torna nula e a concentração de oxigênio na fase líquida permanece constante.

Relembrando a equação 13 que expressa o balanço mássico de oxigênio na fase líquida:

$$\ln(C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2}) = \ln(C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2}^0) - k_L a \cdot t \quad (19)$$

Tendo em conta os resultados experimentais, o valor da concentração de oxigênio para o momento inicial do ensaio, C_{L,O_2}^0 , corresponde ao primeiro valor obtido pelo sensor e para a solubilidade do oxigênio na água, C_{L,O_2}^* , é a média dos últimos 10 pontos registados. O $k_L a$ é o valor simétrico do declive da zona linear presente no gráfico de $\ln(C_{L,O_2}^* - C_{L,O_2})$ em função do tempo.

De acordo com Mena (2005), a zona linear pode ser determinada recorrendo ao método estatístico do *Teste F*, já que este determina o número de pontos ótimos (n_p) que serão apropriados para utilizar na regressão linear. Inicialmente é determinado um intervalo de pontos e os parâmetros c e b da regressão linear ($y = cx + b$) são determinados e utilizados para o cálculo do parâmetro F^* , definido como:

$$F^* = \frac{1}{n_p - 1} \sqrt{\frac{\sum (y_{est} - y)^2}{\sum y^2}} \quad (20)$$

Onde y corresponde ao valor experimental e y_{est} corresponde ao valor estimado pela regressão linear. Para cada iteração é adicionado um incremento em n_p e os parâmetros da regressão linear são novamente calculados até que o valor de F^* atinja um valor mínimo.

Como a zona linear se encontra na referida zona 2 exemplificada no gráfico anterior, de início é definido um ponto inicial dentro dessa zona e depois realiza-se o *Teste F* percorrendo os pontos tanto para o lado direito como para o esquerdo desse ponto escolhido. Deste modo é obtido dois declives e intervalos ótimos e o valor de $k_L a$ corresponde à média ponderada desses dois declives, como retratado a seguir:

$$k_L a = \left| \frac{n_{p1} b_1 + n_{p2} b_2}{n_{p1} + n_{p2}} \right| \quad (21)$$

Os valores de n_{p1} , b_1 , n_{p2} e b_2 correspondem ao número ótimo de pontos e declives para o lado esquerdo e direito, respetivamente.

C.3 Determinação do gás *hold-up*

No *air-lift* utilizado para a determinação dos coeficientes $k_L a$ foi colocada uma escala milimétrica que permitia a medição do valor do gás *hold-up*.

Quando u_G é zero, ou seja não existe fase gasosa, foi medida uma altura de 35,4 cm. Após esta medição, para cada ensaio onde se varia a velocidade de gás voltava-se a medir a altura à qual se encontrava o sistema. O gás *hold-up* foi calculado com a seguinte equação:

$$\varepsilon_G = \frac{h-h_0}{h} \times 100 \quad (22)$$

Anexo D

Aqui figuram dados relevantes sobre a análise de imagem.

D.1 Exemplos do tratamento de imagem

O tratamento automático de imagem, utilizado durante a análise de imagem encontra-se descrito no seguinte esquema, *Figura 32*, onde se podem ver exemplos de imagens adquiridas durante esse tratamento (Mena, 2005):

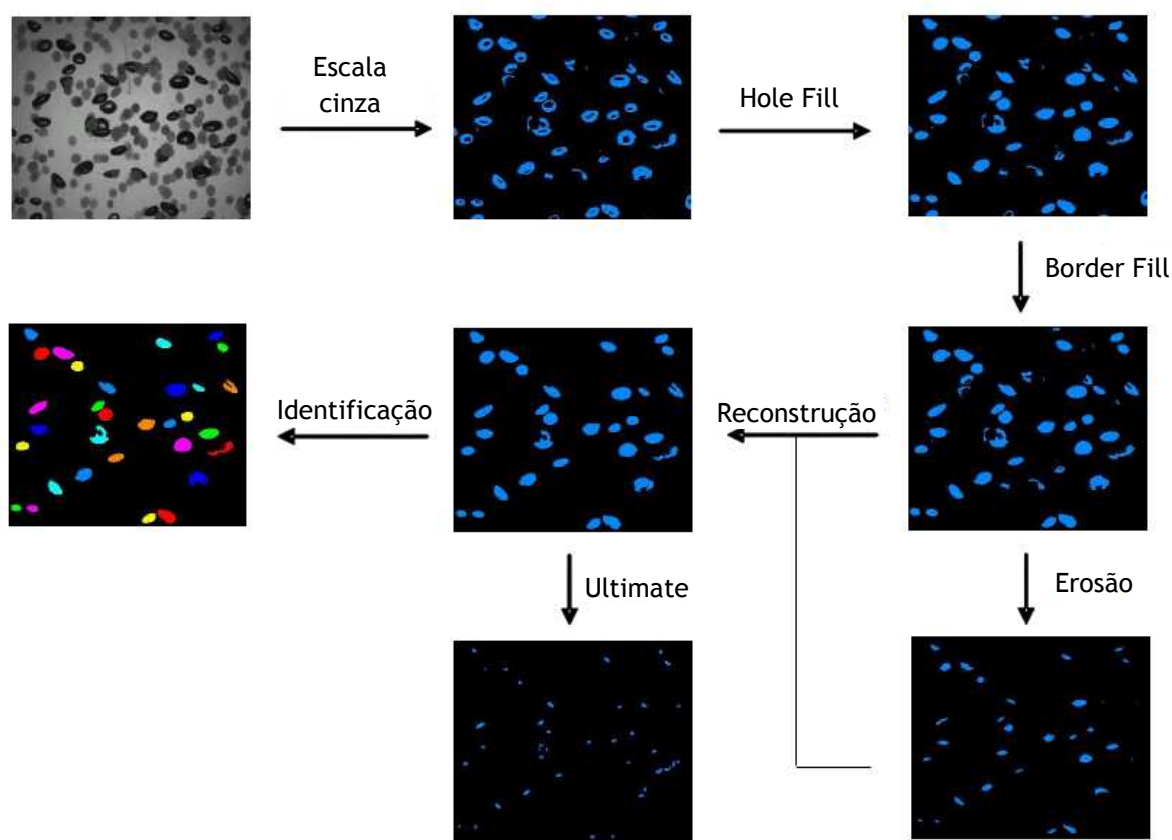


Figura 32: Esquema do tratamento automático da análise de imagem

- Escala cinza: cria uma imagem binária entre dois níveis (λ_1, λ_2) definidos pelo utilizador. Na imagem binária, todos os *pixels* cujo nível de cinzento está entre λ_1 e λ_2 é atribuído o valor 1 e a todos os outros valores 0.
- Identificação: A imagem é digitalizada de baixo até ao topo, e da esquerda para a direita. Cada *pixel* do mesmo objeto tem o mesmo valor e para outros objetos é atribuído um valor diferente, podendo assim distinguir diferentes objetos e numerá-los.

- *Hole fill*: todos os orifícios dentro dos objetos são preenchidos.
- *Border fill*: todos os objetos que tocam nos limites da imagem são eliminados.
- Erosão: remove pontos isolados e partículas pequenas, encolhe e separa partículas.
- Reconstrução: são realizadas sucessivas dilatações para recuperar a forma original dos objetos após passarem por uma erosão, que foi realizada para eliminar pequenas partículas.
- Ultimate: procura os últimos pontos obtidos após a erosão, o que permite contar o número de partículas convexas, mesmo que toquem umas nas outras.

D.2 Parâmetros utilizados para descrever as bolhas

Os parâmetros utilizados são (Mena, 2005):

- Área projetada (S):

A área de um objeto X em 2 dimensões é definida como:

$$S(X) = \int_X dx dy \quad (23)$$

Onde x é o valor da abscissa do centro de gravidade do objeto e y é a ordenada. Mas neste caso de estudo, a área é relacionada com o número de *pixels* dentro do objeto:

$$S(X) = \sum_{ij} g(x_i, y_j) \quad (24)$$

Se $g(x_i, y_j) = 1$ então o *pixel* encontra-se dentro do objeto e se $g(x_i, y_j) = 0$ significa que o *pixel* encontra-se fora.

- Diâmetro de Feret (F):

Representa a distância entre duas linhas paralelas e tangentes ao objeto. A posição das tangentes é determinada pelo ângulo θ entre o eixo da abscissa e as tangentes, *Figura 33*.

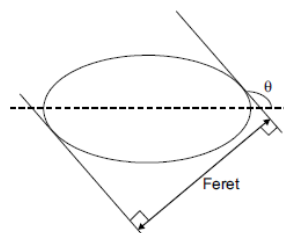


Figura 33: O diâmetro de Feret

O valor máximo da distância entre duas linhas paralelas tangentes ao objeto corresponde ao valor de F_{max} e a menor distância é então F_{min} , *Figura 34*.

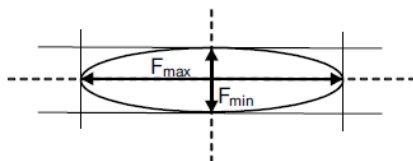


Figura 34: Diâmetro de Feret máximo e mínimo

- Diâmetro equivalente (d_{eq}):

É o diâmetro do círculo com a mesma área que a área projetada do objeto, analiticamente expressa pela seguinte equação:

$$d_{eq} = 2 \sqrt{\frac{S}{\pi}} \quad (25)$$

Pode ser visto um exemplo na *Figura 35*:

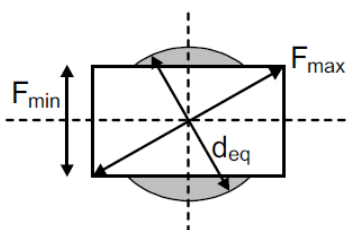


Figura 35: Diâmetro equivalente

D.3 Determinação da área interfacial gás-líquido

De acordo com *Ferreira, et al. (2012)*, em processos que envolvem transferência de massa que ocorre através de uma área interfacial, a distribuição de tamanhos de bolhas é representada pelo diâmetro médio de Sauter, dado por:

$$d_{32} = \frac{\sum_i n_i D_{eq_i}^3}{\sum_i n_i D_{eq_i}^2} \quad (26)$$

A área interfacial, a , pode ser determinada através dos valores de gás *hold-up*, ε_G , e dos valores para o diâmetro d_{32} :

$$a = 6 \frac{\varepsilon_G}{d_{32}} \quad (27)$$

D.4 Imagens obtidas pela técnica de análise de imagem

Nesta seção são apresentados vários exemplos de imagens retiradas de diferentes sistemas testados. Não foi possível para alguns casos aqui representados recorrer ao tratamento automático da imagem, nomeadamente os casos em que existiam partículas sólidas em elevada quantidade.

A *Figura 36* mostra o sistema bifásico, gás-líquido, para uma temperatura de 25 °C a diferentes velocidades de gás. É visível que com o aumento da velocidade de gás consegue-se atingir uma maior área interfacial pois há um maior número de bolhas em circulação no interior do *air-lift*, no entanto para a imagem e) e para a imagem f) já é notório um certo grau de coalescência que irá afetar a área disponível para a transferência de massa.

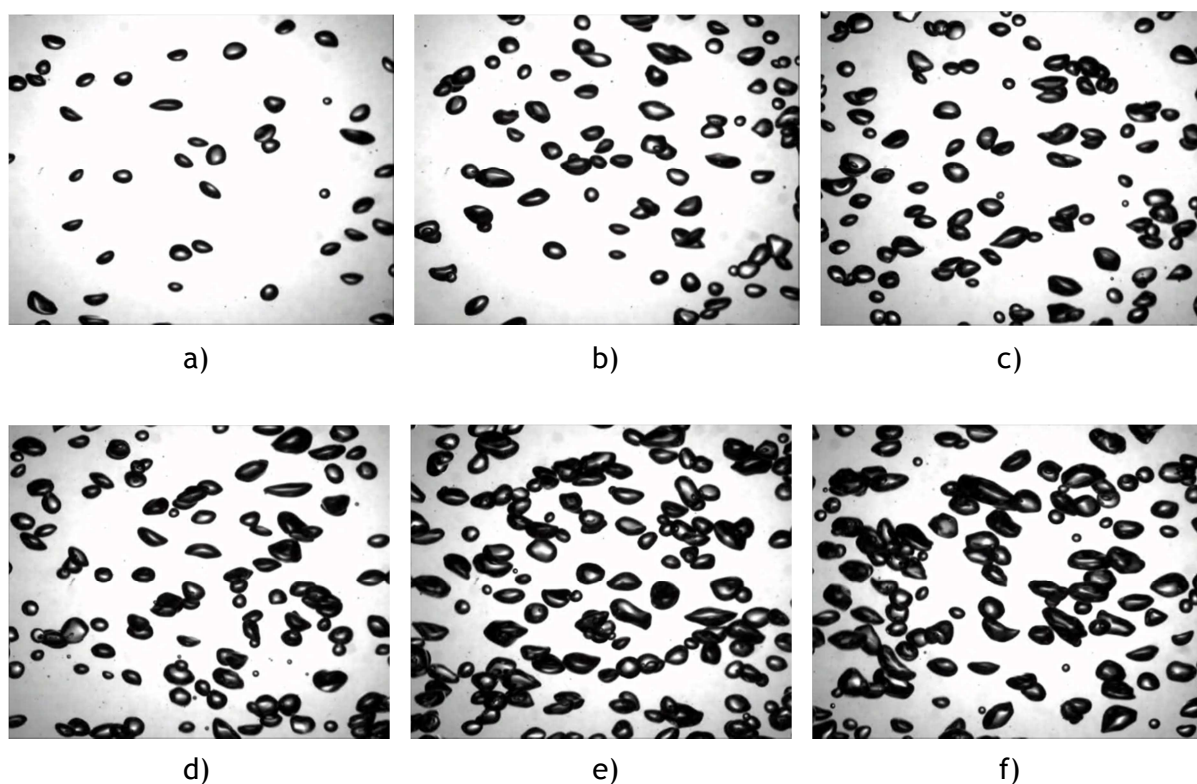


Figura 36: Exemplos de imagens para o sistema gás-líquido, a uma temperatura de 25 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3} \text{ m/s}$, c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3} \text{ m/s}$

A *Figura 37* mostra o sistema bifásico, desta vez para uma temperatura de 35 °C, estudado a diferentes velocidades de gás. Verifica-se que a coalescência começa a ocorrer em maior extensão para velocidades mais baixas, quando em comparação com as imagens obtidas para uma temperatura de 25 °C. Verifica-se para 35 °C também que se obtêm bolhas de maiores tamanhos o que irá conduzir a uma diminuição da área de transferência.

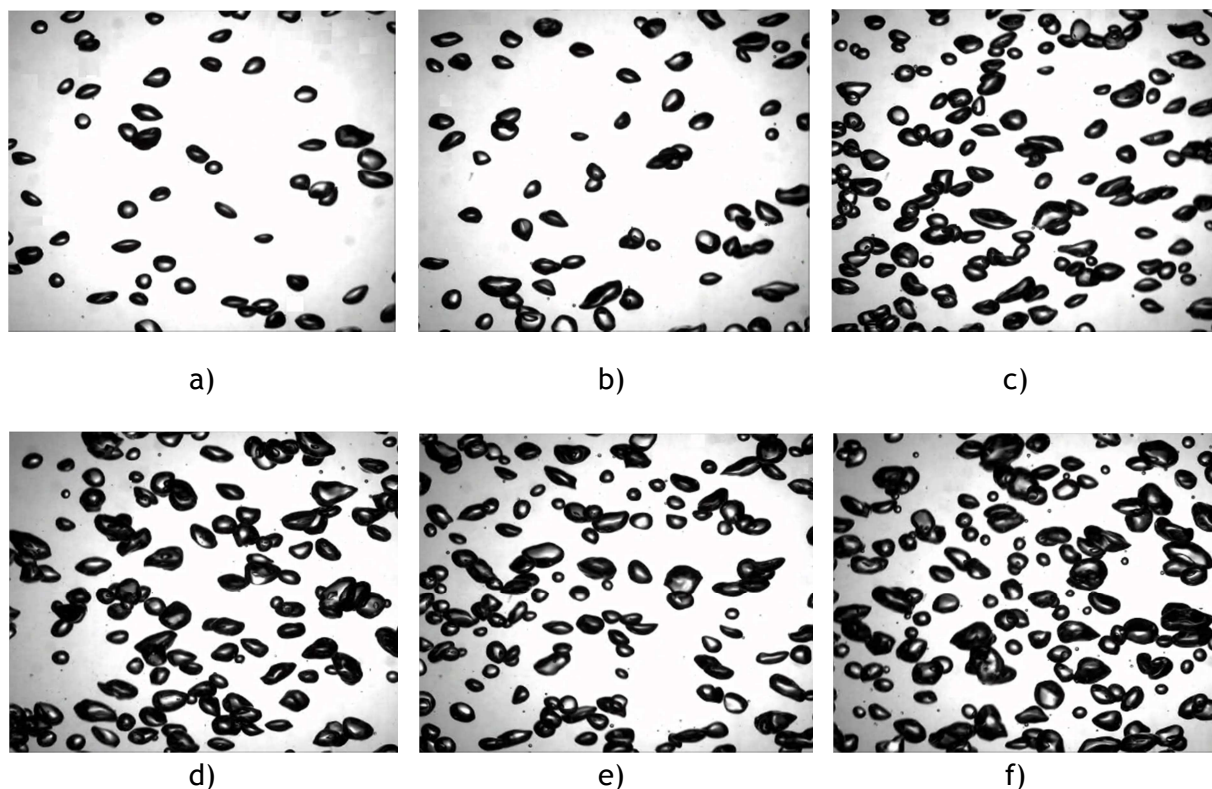
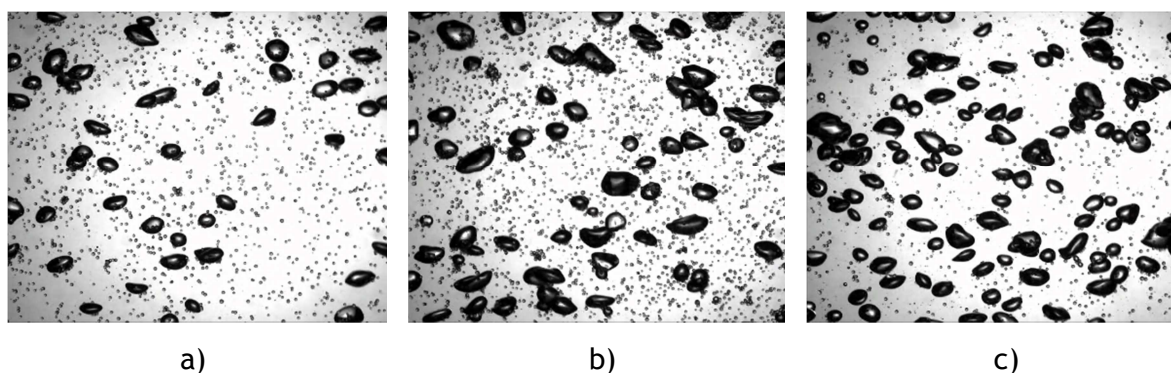


Figura 37: Exemplos de imagens para o sistema gás-líquido, a uma temperatura de 35 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3} \text{ m/s}$, c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3} \text{ m/s}$; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3} \text{ m/s}$

Para as experiências realizadas com 1% v/v de partículas P424 e a uma temperatura de 25 °C, as imagens obtidas encontram-se na Figura 38. Existe dois fenômenos importantes a ocorrer, prejudiciais à transferência de massa. A coalescência ocorre para velocidades muito baixas de gás, como se pode visualizar a partir da imagem b). Pode-se observar pelas imagens que este tipo de sólidos tem elevada afinidade pelas paredes das bolhas, diminuindo a área de transferência em grande escala e provocando aglomeração de bolhas pela aderência que as partículas também exibem entre si.



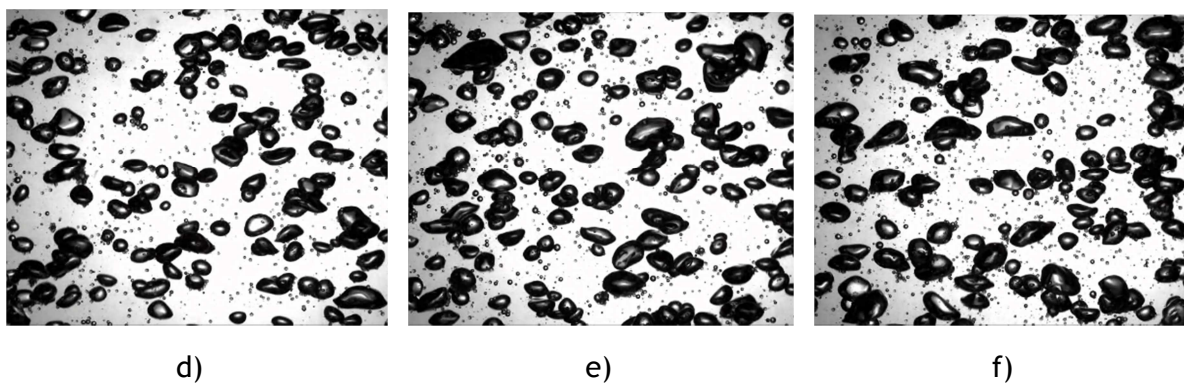


Figura 38: Exemplos de imagens para o sistema trifásico, com 1% v/v de partículas P424, a uma temperatura de 25 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3}$ m/s, c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3}$ m/s; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3}$ m/s

Para as experiências realizadas a uma temperatura de 35 °C e para a mesma carga de 1%, as imagens obtidas estão apresentadas na Figura 39. Neste caso, verifica-se nas imagens d), e) e f) uma alta extensão de coalescência, formando bolhas com dimensões elevadas.

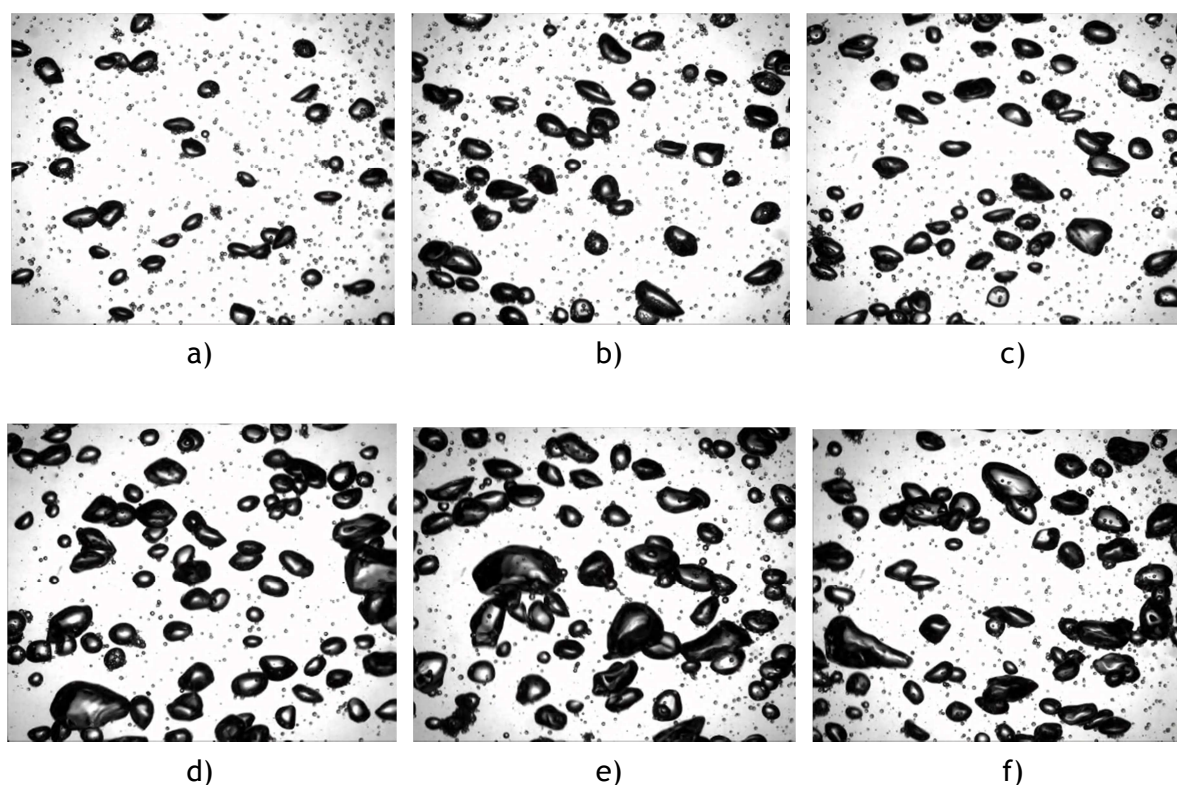


Figura 39: Exemplos de imagens para o sistema trifásico, com 1% v/v de partículas P424, a uma temperatura de 35 °C: a) $u_G = 4,42 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 8,84 \times 10^{-3}$ m/s, c) $u_G = 13,30 \times 10^{-3}$ m/s; d) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; e) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s; f) $u_G = 26,50 \times 10^{-3}$ m/s

A título de exemplo foi testado o sistema trifásico com sólidos P424 para uma carga de 5% v/v. As imagens obtidas encontram-se na Figura 40. Foram apenas utilizadas as u_G de

$17,70 \times 10^{-3}$ m/s e de $22,10 \times 10^{-3}$ m/s. Pode-se verificar a formação de bolhas com tamanho considerável pois a carga sólida e as velocidades de gás utilizadas foram elevadas.

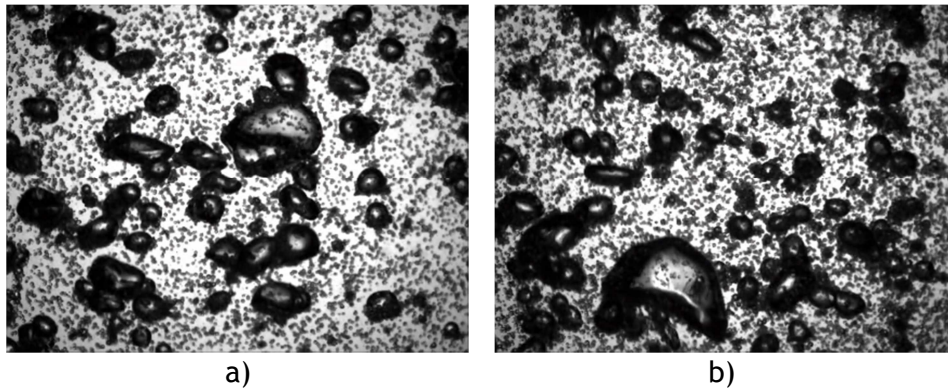


Figura 40: Exemplos de imagens para o sistema trifásico, com 5% v/v de partículas P424, a uma temperatura de 25 °C: a) $u_G = 17,70 \times 10^{-3}$ m/s; b) $u_G = 22,10 \times 10^{-3}$ m/s