

Magdalena MATUSZAK, Marek OCHOWIAK, Lubomira BRONIARZ-PRESS, Sylwia WŁODARCZAK

e-mail: magdalena.p.markuszevska@doctorate.put.poznan.pl

Instytut Technologii i Inżynierii Chemicznej, Wydział Technologii Chemicznej, Politechnika Poznańska, Poznań

Wpływ parametrów konstrukcyjnych i procesowych na wielkość kropli oleju w emulsji wytwarzanej w rozpylaczu wirowym

Wstęp

Proces emulgowania związany jest z wytworzeniem dużej powierzchni międzyfazowej dwóch cieczy. Celem uzyskania emulsji cieczy poddaje się mieszaniu mechanicznemu lub statycznemu, rozpylaniu oraz przetłaczaniu cieczy z dużą prędkością przez specjalnie skonstruowaną dyszę [Lin i Wang, 2003; Srinivasan i in., 2003; Lin i Chen, 2008; Broniarz-Press i in., 2009; Bolszo i in., 2010; Gilewicz i in., 2012; Al-Yaari i in., 2014; Broniarz-Press i in., 2016]. Rozpylanie jest metodą sprawdzającą się w procesie emulgowania [Broniarz-Press i in., 2016]. Na jakość wytworzonych emulsji wpływają m.in. właściwości fizykochemiczne cieczy, strumienia objętościowego faz, dodatkowego strumienia powietrza oraz konstrukcja rozpylacza [Kembłowski i in., 2000; Kiljański, 2003; Kiljański, 2004]. Wstępne badania [Broniarz-Press i in., 2016] wykazały, że możliwe jest wytworzenie emulsji przy użyciu rozpylacza wirowego o zaproponowanej konstrukcji.

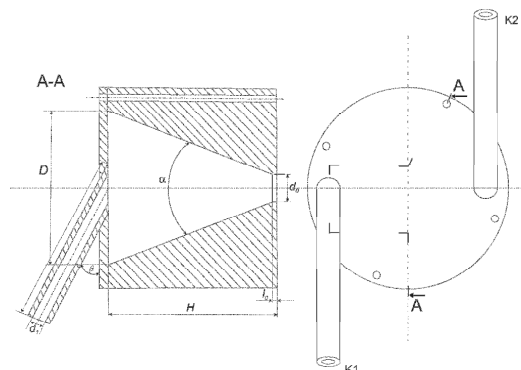
Celem przeprowadzonych badań było wytworzenie emulsji O/W przy użyciu rozpylaczy wirowych własnej konstrukcji o różnych wymiarach oraz scharakteryzowanie struktur uzyskanych w ten sposób emulsji. Przeanalizowano ponadto wpływ konstrukcji rozpylacza na charakter uzyskanych emulsji.

Badania doświadczalne

Stanowisko pomiarowe opisane we wcześniejszej pracy [Broniarz-Press i in., 2016] składało się z: rozpylacza, rotametrów cieczowych, miernika temperatury, pompy, mikroskopu optycznego z kamerą cyfrową. W badaniach doświadczalnych zastosowano rozpylacze wirowe z dwoma króćcami o takich samych średnicach (Rys. 1, tab. 1)). Wymiary d_0 , l_0 i d_1 są takie same dla poszczególnych rozpylaczy i wynoszą odpowiednio: 2,5, 1,25 i 2,5 ± 0,05 mm.

Wytworzoną emulsję wyłapywano w lejku laboratoryjnym szklanym o średnicy 250 mm, z którego trafiała do pojemnika zbiorczego. Następnie pobierano próbki do badań mikroskopowych.

Metodyka. Do analizy średnic kropli oleju w wytworzonych emulsjach wykorzystano program *Image-Pro Plus* firmy *Media Cybernetics*, natomiast do oceny statystycznej i obróbki uzyskanych danych wykorzystano program *Statistica* firmy *StatSoft*. Dokładność pomiaru średnic kropli wynosiła ± 0,1 μm. W wyniku emulgowania powstaje zbiór kropli o szerokim spektrum średnic. Jednorodność zbioru kropli scharakteryzowano przez średnice $D_{0,1}$, $D_{0,5}$, $D_{0,9}$ oraz D_{32} . Średnica $D_{0,5}$ określa dokładnie 50% rozkładu kropli. Średnice $D_{0,1}$ oraz $D_{0,9}$ definiują, że 10% (dla $D_{0,1}$) i 90% (dla $D_{0,9}$) objętości cieczy składa się



Rys. 1. Schemat konstrukcji rozpylacza wykorzystanego do badań

Tab. 1. Wymiary rozpylaczy

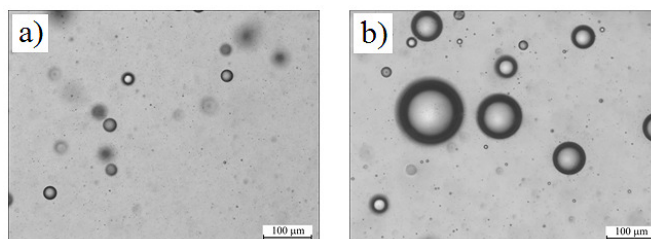
Rozpylacz	D [mm]	H [mm]
A1	20 ± 0,1	20 ± 0,1
A2	20 ± 0,1	80 ± 0,1
A3	40 ± 0,1	20 ± 0,1

odpowiednio z kropli o średnicach mniejszych od $D_{0,1}$ lub $D_{0,9}$. Ponadto różnica pomiędzy tymi średnicami określa miarę jednorodności rozpylenia [Lefebvre, 1989]. Średnica D_{32} określana mianem średniej średnicy *Sautera* opisuje średnicę jednorodnego zbioru zastępczego, który zawiera taką samą sumaryczną objętość i powierzchnię wszystkich kropli, co w zbiorze rzeczywistym. Należy nadmienić, że są one wielkościami pozwalającymi w sposób uproszczony na ocenę jednorodności uzyskanych emulsji. Aerozole scharakteryzowano przez przeanalizowanie wartości minimum 5000 kropli dla każdej badanej cieczy. Dokładność określenia wartości średnich średnic na podstawie liczby przeanalizowanych kropli wynosiła ±6%. Znajomość rozkładów wielkości kropli fazy rozproszonej w emulsji ma kluczowe znaczenie z punktu widzenia przemysłu spożywczego, kosmetycznego i farmaceutycznego, gdzie bardzo istotne jest wytwarzanie emulsji monodispersyjnych [Kowalska i in., 2014].

Materiały. Badanymi cieczami była woda oraz olej mineralny 20-70 o lepkości $\nu = 70 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$, dostarczony przez *Instytut Nafty i Gazu* w Krakowie. Badania wykonano dla strumienia objętościowego wody od 35 do 135 dm^3/h oraz oleju od 5 do 45 dm^3/h dla emulsji o udziale objętościowym fazy rozproszonej ϕ od 0,1 do 0,3 dm^3 oleju/ dm^3 emulsji.

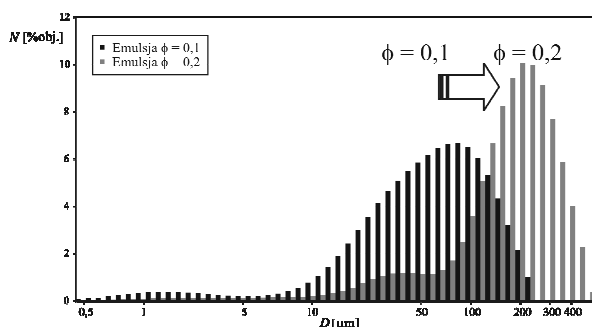
Wyniki i analiza

Na rys. 2 przedstawiono przykładowe zdjęcia struktur wytworzonych emulsji. Najmniejsze zaobserwowane krople oleju miały średnicę około 0,4 μm, a największe nie przekraczały 500 μm. Zaobserwowano bardzo dużą liczbę kropli o małych średnicach oraz mniej liczne średnie i duże krople. Należy tutaj nadmienić, że objętość cieczy jednej kropli o średnicy 44 μm mogłaby posłużyć do wytworzenia ponad 85000 kropli o średnicy 1 μm każda. Należy mieć to na uwadze analizując widma rozkładu średnic kropli przedstawione w procentach objętości cieczy przypisanej dla poszczególnych średnic.

Rys. 2. Zdjęcia mikroskopowe wytworzonych emulsji dla $V_{emulsji} = 50 \text{ dm}^3/\text{h}$: a) $\phi = 0,1$; b) $\phi = 0,3$

Badania wykazały, że wraz ze wzrostem udziału objętościowego fazy rozproszonej zwiększeniu ulega liczba kropli o większych średnicach (Rys. 3). Jednocześnie zaobserwowano niewielkie zmniejszenie liczby kropli o najmniejszych średnicach. Widmo rozkładu średnic kropli przesuwają się w kierunku większych średnic.

Badania wykazały, że wartości średnic $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ i $D_{0,9}$ zależą od



Rys. 3. Widmo rozkładu średnic kroplek w emulsjach dla strumienia objętościowego emulsji 50 [dm³/h] dla rozpylacza A2

udziału objętościowego fazy rozproszonej. Przykładowe wartości średnic zestawiono w tab. 1. Wartości średnic wzrastają ze wzrostem udziału objętościowego fazy rozproszonej. Wykazano ponadto, że wartości średnic wzrastają ze wzrostem strumienia objętościowego emulsji. Przykładowo, dla emulsji o $\phi = 0,1$ przy strumieniu objętościowym emulsji wynoszących 50, 75, 100 i 150 [dm³/h] uzyskano krople fazy rozproszonej o średnicach D_{32} wynoszących odpowiednio 13, 18, 26 i 46 μm . Potwierdzają to wyniki przedstawione we wcześniejszym artykule [Broniarz-Press i in., 2016], w którym wykazano, że wzrost prędkości przepływu wody powoduje jednocześnie zwiększenie liczby kroplek o większych i mniejszych średnicach, co wyraża się wzrostem wartości średnicy D_{32} . Znaczenie mają wymiary rozpylaczy: zwiększenie wysokości komory wirowej nie wpływało w istotny sposób na wartości D_{32} (rozpylacze A1 i A2 w tab. 2), natomiast zwiększenie jej średnicy przyczyniło się do zwiększenia średnic kroplek fazy rozproszonej (rozpylacze A1 i A3 w tab. 2). Należy jednak zauważyć, że zarówno zwiększenie wysokości, jak i średnicy komory wirowej skutkują na ogół zwiększeniem wartości średnic $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ i $D_{0,9}$.

Tab. 2. Charakterystyczne średnice kroplek oleju w wodzie uzyskane przy $V_{emulsji} = 50$ [dm³/h]

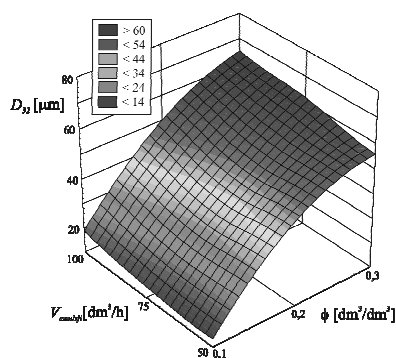
Rozpylacz	ϕ	$D_{0,1}$, [µm]	$D_{0,5}$, [µm]	$D_{0,9}$, [µm]	D_{32} [µm]
A1	0,1	17	42	82	13
	0,2	22	51	216	44
	0,3	34	72	138	58
A2	0,1	10	38	93	13
	0,2	50	126	224	44
	0,3	45	180	333	55
A3	0,1	38	90	163	34
	0,2	50	87	141	67
	0,3	50	100	174	73

Na rys. 4 przedstawiono przykładową zależność średniej średnicy Sautera fazy rozproszonej od strumienia objętościowego oleju i udziału objętościowego oleju. Wykazano, że wraz ze wzrostem strumienia objętościowego emulsji D_{32} nieznacznie wzrasta. Efekt ten zapewne będzie zależny od konstrukcji rozpylacza. Znacznie większy wpływ na D_{32} ma udział objętościowy fazy rozproszonej. Im jest on większy tym większe obserwujemy krople.

Analiza uzyskanych wyników wykazała, że wymiary rozpylacza mogą mieć znaczenie dla uzyskiwanych struktur emulsji. W przypadku przebadanych rozpylaczy ważniejszym wymiarem jest średnica komory wirowej, a mniej ważnym jej wysokość. Poza tym na wytworzoną emulsję wpływ mogą mieć, przykładowo kąt pochylecia króćców wlotowych, czy średnica otworu wylotowego. Zatem celowym wydaje się być dalsze prowadzenie badań zarówno wpływu właściwości fizykochemicznych faz, jak i konstrukcji rozpylacza na struktury wytworzonych emulsji.

Podsumowanie i wnioski

Badania wykazały, że możliwe jest wytworzenie emulsji O/W przy użyciu rozpylacza wirowego. Z analizy komputerowej obrazów emulsji wynika, że średnice kroplek zależą od warunków prowadzenia procesu oraz od konstrukcji rozpylacza. Stwierdzono, że wraz ze



Rys. 4. Zależność D_{32} od udziału objętościowego fazy rozproszonej i strumienia objętościowego emulsji dla rozpylacza A2

wzrostem udziału objętościowego fazy rozproszonej widmo rozkładu średnic kroplek przesuwają się w kierunku większych średnic.

Wartości średnic $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ i $D_{0,9}$ wzrastają wraz ze wzrostem udziału objętościowego fazy rozproszonej oraz ze wzrostem strumienia objętościowego emulsji. Zwiększenie wysokości i średnicy komory wirowej skutkuje zwiększeniem wartości tych średnic. Wykazano, że wraz ze wzrostem strumienia objętościowego emulsji wartość średniej średnicy Sautera D_{32} nieznacznie wzrasta. Jej wartość wzrasta również ze wzrostem udziału objętościowego fazy rozproszonej.

Otrzymane wyniki potwierdzają przydatność rozpylania do wytwarzania emulsji oraz doboru parametrów konstrukcyjnych i technologicznych produkcji układów emulsyjnych. Proces taki może być konkurencyjny dla procesu wytwarzania emulsji w mieszalnikach mechanicznych.

LITERATURA

Al-Yaari M., Al-Sarkhi A., Husseina I.A., Chang F., Abbad M., (2014). Flow characteristics of surfactant stabilized water-in-oil emulsions. *Chem. Eng. Res. Design*, 92, 405-412. DOI: 10.1016/j.cherd.2013.09.001

Bolszo C.D., Narvaez A.A., McDonell V.G., Dunn-Rankin D., Sirignano W.A., (2010). Pressure-swirl atomization of water-in-oil emulsions. *Atom. Sprays*, 12, 1077-1099. DOI: 10.1615/AtomizSpr.v20.i12.50

Broniarz-Press L., Ochowiak M., Róžański J., Wozniowski S., (2009). The atomization of water-oil emulsions. *Exp. Therm. Fluid Sci.*, 33, 955-962. DOI: 10.1016/j.expthermfluidsci.2009.04.002

Broniarz-Press L., Włodarczyk S., Ochowiak M., (2016). Wytwarzanie emulsji w rozpylaczu o stożkowej komorze wirowej. *Inż. Ap. Chem.*, 54(1), 14-15

Gilewicz P., Tal-Figiel B., Figiel W., Kwiecień M., (2012). Nowoczesne rozwiązania w zakresie wytwarzania i kontroli jakości emulsji. *Czas. Tech. Chemia*, (17)109, 25-40. Wyd. Pol. Krakowskiej

Kiljański T., (2003). Model rozpadu kroplek podczas wytwarzania emulsji metodą zderzających się strumieni aerozolu. *Inż. Ap. Chem.*, 42(5s), 102-103

Kiljański T., (2004). Preparation of emulsions using impinging streams, *AIChE J.*, 50, 1636-1639. DOI: 10.1002/aic.10155

Kembłowski Z., Sęk J., Kiljański T., Bobiński A., (2000). Wytwarzanie emulsji metodą zderzających się strumieni. *Inż. Ap. Chem.*, 49(3), 70-71

Kowalska M., Żbikowska A., Śmiechowski K., Marciniak-Lukasiak K., (2014). Wpływ ilości lecytyny słonecznikowej i czasu homogenizacji na stabilność emulsji spożywczej zawierającej olej z orzechów włoskich. *ŻYWNOSĆ. Nauka Technol. Jakość*, 1, 78-91. DOI: 10.15193/zntj/2014/92/078-091

Lefebvre A.H., (1989). *Atomization and sprays*. Hemisphere Pub., New York.

Lin C.Y., Chen L.W., (2008). Comparison of fuel properties and emission characteristics of two- and three-phase emulsions prepared by ultrasonically vibrating and mechanically homogenizing emulsification methods. *Fuel*, 87, 2145-2161. DOI: 10.1016/j.fuel.2007.12.017

Lin C.Y., Wang K.H., (2003). The fuel properties of three-phase emulsions as an alternative fuel for diesel engines. *Fuel*, 82, 1367-1375. DOI: 10.1016/S0016-2361(03)00021-8

Srinivasan M., Singh H., Munro P.A., (2003). Influence of retorting (121 °C for 15 min), before or after emulsification, on the properties of calcium caseinate oil-in-water emulsions. *Food Chem.*, 80, 61-69. DOI:10.1016/S0308-8146(02)00238-8

Praca została wykonana w ramach działalności statutowej Politechniki Poznańskiej –03/32/DSMK/0622.