## Ryszard WÓJTOWICZ

e-mail: rwojtowi@pk.edu.pl

Katedra Aparatury Przemysłowej, Wydział Mechaniczny, Politechnika Krakowska, Kraków

# Wizualizacja procesu wytwarzania emulsji w mieszalniku z mieszadłem wykonującym ruch posuwisto-zwrotny

### Wstęp

Układy cieczy wzajemnie nierozpuszczalnych (emulsje) występują w wielu technologiach przemysłowych, m.in. w operacjach przemysłu chemicznego, spożywczego, farmaceutycznego oraz innych, im pokrewnych, często stanowią również układy bazowe dla procesów biologicznych [Kamieński, 2004]. W warunkach przemysłowych wy-twarzane są zwykle metodą mieszania z wykorzystaniem mieszalników mechanicznych z mieszadłami obrotowymi lub też przepływowych mieszalników statycznych [Paul i in., 2004].

Interesująca alternatywą dla klasycznych aparatów z mieszadłami są mieszalniki wibracyjne z pełnymi lub perforowanymi tarczami, wykonującymi ruch posuwisto – zwrotny [*Kamieński i Wójtowicz, 2003*]. Urządzenia te mimo wielu istotnych zalet jak prosta konstrukcja, szerokie możliwości stosowania są jednak dotychczas stosunkowo słabo poznane i nieczęsto badane, a przez to rzadziej wykorzystywane w przemyśle.

W pracy przedstawiono wyniki badań procesu wytwarzania emulsji w mieszalniku wibracyjnym. Mogą one stanowić uzupełnienie wcześniejszych prac badawczych poświęconych temu zagadnieniu, gdzie proces prowadzono w klasycznych aparatach z mieszadłami obrotowymi np. [Calabrese i Chang, 1986; Tsouris i Tavlarides, 1994; Bałdyga i Podgórska, 1998].

#### Zakres i metodyka badań

Schemat stanowiska badawczego pokazano na rys. 1. Jego integralną częścią był mieszalnik wibracyjny składający się z cylindrycznego zbiornika – 1 o średnicy T = 0,286 m, wewnątrz którego znajdowało się pełne mieszadło tarczowe – 2 wykonujące ruch posuwisto-zwrotny. Średnicę mieszadła D dobrano tak, by T/D = 1,2.



Rys. 1. Schemat stanowiska badawczego: 1 – zbiornik mieszalnika, 2 – mieszadło, 3 – płaszcz prostopadłościenny, 4 – termostat, 5 – silnik, 6 – przekładnia pasowa, 7 – tarcza, 8 – korbowód, 9 – wał mieszadła, 10 – tachometr optyczny, 11 – reflektor, 12 – kamera, 13 – kamera ultraszybka, 14 – komputer

Emulsję wytwarzano rozpraszając dwie, różniące się własnościami ciecze. Fazę ciągłą stanowiła woda destylowana ( $\rho_c = 998 \text{ kg/m}^3$ ,  $\eta_c = 0,001 \text{ Pa·s}$ ), dyspergowaną, w udziale  $\varphi_d = 15\%$  nafta ( $\rho_d = 789,5$  kg/m<sup>3</sup>,  $\eta_d = 0,0011$  Pa·s). Napięcie międzyfazowe dla badanego układu było równe  $\sigma = 0,024$  N/m. Wysokość napełnienia zbiornika cieczą wynosiła H = D, odległość mieszadła od dna w środkowym położeniu jego ruchu h/H = 0,5. Częstotliwość wibracji mieszadła – zależnie od sposobu prowadzenia badań – zmieniano od f = 0 (stan początkowy) do  $f = f_{gr}$  (stan graniczny, odpowiadający pełnej dyspersji układu). Amplituda wibracji była stała i równa A = 0,03 m.

Wizualizację wytwarzania emulsji prowadzono z wykorzystaniem dwóch kamer: klasycznej *Sony DCR-VX 2100E* do analizy zjawisk w skali makro (całego mieszalnika) oraz ultraszybkiej *Olympus i-speed IGB Mono [Olympus, 2012*] do rejestracji szybkozmiennych procesów deformacji i rozpadu kropel. W analizie otrzymanych obrazów stosowano dodatkowo specjalistyczne oprogramowanie *Image Pro Plus 5.1* [*Media Cybernetics Inc., 2004*].

### Wyniki badań i wnioski

Na rys. 2 pokazano kolejne stadia rozpraszania nafty, obejmujące okres od stanu początkowego (f=0) do stanu granicznego ( $f=f_{er}$ ).



Rys. 2. Kolejne etapy wytwarzania emulsji a) f = 0 Hz (stan początkowy), b) f = 0,7Hz, c) f = 0,8 Hz, d) f = 0,9 Hz, e) f = 1 Hz, f) f = 1,4 Hz (stan graniczny, pełnej dyspersji)

Stan wyjściowy pokazano na rys. 2a. Mieszane ciecze są wtedy rozdzielone, faza rozpraszana tworzy jednolitą warstwę w górnej części mieszalnika. Powierzchnia rozdziału między cieczami jest jeszcze wyraźnie zarysowana.

Wprowadzenie mieszadła w ruch posuwisto-zwrotny, przy niskich jego częstotliwościach, indukuje w aparacie pierwsze, niewielkie wiry i stosunkowo słabą cyrkulację cieczy (Rys. 2b). Powierzchnia rozdziału faz ulega już jednak wyraźnym deformacjom. Generowane wiry powodują okresowe odrywanie się od niej pojedynczych, dużych kropel cieczy lżejszej, *wciąganych* następnie w głąb tej drugiej, gęstszej – stanowiącej fazę ciągłą.

Ze wzrostem częstotliwości wibracji, w sąsiedztwie wału na którym zamocowane jest mieszadło, tworzy się wyraźny lej (Rys. 2c). Teraz także tędy – podczas ruchu mieszadła w dół – lżejsza ciecz zasysana jest do wnętrza mieszalnika. Coraz więcej kropel odrywa się od jej jednolitej warstwy; jednak znaczna ich część nadal pozostaje w przestrzeni nad mieszadłem.

Dalsze zwiększanie częstotliwości ruchu mieszadła prowadzi do wytworzenia w mieszalniku wyraźnych wirów cyrkulacyjnych, okresowo odrywających porcje lżejszej cieczy – teraz już na całej powierzchni rozdziału faz (Rys. 2d). Wiry te sukcesywnie zwiększają swój rozmiar. Pojedyncze, duże krople są rozbijane na mniejsze. W tym stadium procesu jednolita warstwa cieczy lżejszej jest już znacznie cieńsza, nadal jednak zalega w górnej części mieszalnika (Rys. 2e).

Przy pewnej częstotliwości – przyjętej w prowadzonych badaniach za graniczną – następuje zanik tej warstwy i transport wytworzonych kropel, także do obszarów pod mieszadłem (Rys. 2f). Układ nie jest jeszcze wprawdzie w pełni jednorodny, jednak jego stan rozproszenia jest na tyle charakterystyczny, że większość Autorów badających proces wytwarzania emulsji w mieszalnikach przyjmuje go za graniczny [*Skelland i Kanel, 1990; Zlokarnik, 2001; Kamieński, 2003*].

Matematyczne zależności korelacyjne opisujące wpływ parametrów prowadzenia procesu na graniczne częstotliwości wibracji mieszadła, gwarantujące wytworzenie emulsji w mieszalniku wibracyjnym przedstawiono w pracy [Kamieński i Wójtowicz, 2003].

W drugim etapie badań wykonano wizualizację procesu deformacji i rozpadu kropel. Przykładowe obrazy zarejestrowane w przedziale czasu równym 140 [ms] pokazano na rys. 3.



Rys. 3. Kolejne etapy deformacji i rozpadu kropli podczas wytwarzania emulsji w mieszalniku wibracyjnym (f = 1,25 Hz, A = 0,03 m, czas 140 ms, prędkość 1000 FPS, czas eksp. 5 ms )

Seria zdjęć ilustruje rozpad pojedynczej kropli, znajdującej się w obszarze (szczelinie) między mieszadłem a ścianką zbiornika, w polu intensywnego przepływu cieczy.

Na rys. 3a pokazano stan początkowy. Mieszadło jest nieruchome i znajduje się w skrajnym dolnym położeniu. Na wytworzoną wcześniej kroplę nie działają naprężenia wywołane ruchem cieczy, nie jest ona jeszcze zdeformowana i przyjmuje kształt niemal idealnie kulisty.

Ruch mieszadła w górę (Rys. 3b) indukuje w mieszalniku przepływ cieczy, kropla znajdująca się w jego polu ulega wstępnej, początkowo jeszcze nieznacznej deformacji. Na zdjęciu widoczne jest już jednak wyraźne jej wydłużenie w kierunku poprzecznym do kierunku przepływu.

Dalszy ruch mieszadła w górę skutkuje wzrostem prędkości przepływu cieczy, szybką rotacją kropli oraz jej *rozciągnięciem* w kierunku zgodnym z kierunkiem linii prądu. Na tym etapie mieszania przyjmuje ona wydłużony i bardziej nieregularny kształt (Rys. 3c,d).

W 75 milisekundzie (Rys. 3e) kropla ulega już znacznej deformacji, w jej górnej części tworzy się charakterystyczne przewężenie (tzw. szyjka) mogące być ewentualnym miejscem podziału.

Na rysunku (Rys. 3f) zarejestrowano podział kropli w miejscu widocznego wcześniej przewężenia. W 95 milisekundzie następuje jej rozpad (pęknięcie szyjki), tworzą się wyraźne, odrębnie struktury, początkowo jeszcze silnie zdeformowane, mające jednak tendencję do powrotu do kształtu kulistego.

Ruch mieszadła intensyfikuje przepływ w aparacie, w cieczy generowane są coraz większe naprężenia pod wpływem których nowopowstałe krople ulegają dalszym, silnym deformacjom. Na ich powierzchniach widoczne są wyraźne odkształcenia oraz nie jedno lecz kilka przewężeń będących miejscami kolejnego podziału (Rys. 3g).

W 140 milisekundzie następuje ponowny rozpad powstałych wcześniej kropel nafty. W miejscach najsilniej zdeformowanych średnice przewężeń sukcesywnie maleją, osiągają wartość krytyczną, praktycznie w tym samym czasie następuje ich rozerwanie. W rezultacie powstają kolejne, mniejsze krople, mające kształt zbliżony do kulistego, każda z nich stanowi już jednak odrębną strukturę (Rys. 3h).

Podczas prowadzonych badań koncentrowano się głównie na zjawisku deformacji i rozpadu kropel. Należy jednak zaznaczyć, iż podczas wytwarzania emulsji w mieszalniku wibracyjnym zachodzi równocześnie drugi proces – łączenia się kropel (ich koalescencji). Przeprowadzone badania pokazały jednak, że koalescencja – w porównaniu z procesem rozpadu – przebiega bardziej dynamicznie a krople łączą się w znacznie krótszym czasie. Pełna i precyzyjna analiza tego zjawiska przy użyciu wykorzystywanego w badaniach sprzętu i technik rejestracji obrazu była zatem praktycznie niemożliwa.

#### LITERATURA

- Bałdyga J., Podgórska W., 1998. Drop break-up in intermittent turbulence: Maximum stable and transient sizes of drops. *Can. J. Chem. Eng.*, 76, 456-470. DOI: 10.1002/cjce.5450760316
- Calabrese R.V., Chang T.P., 1986. Drop break-up in turbulent stirred-tank contactors, AICHE. J., 32, 657-666. DOI: 10.1002/aic.690320416
- Kamieński J., 2004. Mieszanie układów wielofazowych. WNT, Warszawa
- Kamieński J., Wójtowicz R., 2003. Dispersion of liquid-liquid systems in a mixer with a reciprocating agitator. *Chem. Eng. Proc.*, 42, 1007-1017. DOI: 10.1016/S0255-2701(02)00214-3

Media Cybernetics Inc., 2004. Image Pro Plus, Start-Up Guide. Silver Spring

- Olympus, 2012- *i-SPEED 1GB Camera* (07.2012): http://www.olympus-ims. com/en/hsv-products/i-speed-1gb-camera/
- Paul E.L., Atiemo-Obeng W.A., Kresta S.M., 2004. Handbook of Industrial Mixing. Science and Practice, Wiley & Sons Inc., New Jersey
- Skelland A.H.P., Kanel J.S., 1990. Minimum impeller speeds for complete dispersion of non-Newtonian liquid-liquid systems in baffled vessels. *Ind. Eng. Chem.*. Res., 29, 1300-1306. DOI: 10.1021/ie00103a032
- Tsouris C., Tavlarides L., 1994. Breakage and coalescence models for drops in turbulent dispersions. *AIChE J.*, **40**, 395-406. DOI: 10.1002/aic.690400303
- Zlokarnik M., 2001. Stirring. Theory and Practice. Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim