

Daniel GŁĄBAŁA, Jerzy SĘK

e-mail: jerzysek@p.lodz.pl

Katedra Inżynierii Chemicznej, Wydział Inżynierii Procesowej i Ochrony Środowiska, Politechnika Łódzka, Łódź

Badanie wpływu metody DAF na przebieg procesów rozdzielania się faz w emulsjach

Wstęp

Emulsje występujące w środowisku naturalnym dzielą się na dwa rodzaje: emulsja typu O/W (olej w wodzie) i W/O (woda w oleju) [Gilewicz, 1957]. Wykorzystuje się je także m.in. w przemyśle kosmetycznym, farmaceutycznym, motoryzacyjnym oraz w produkcji żywności. Do nich należą w znacznej większości emulsje typu O/W [Johnson, 1979]. Równocześnie takie układy emulsyjne stosuje się w procesach ochrony środowiska, a dokładnie przy utylizacji ścieków przemysłowych i komunalnych oraz przy uzdatnianiu wody.

Emulsje należą do układów bardzo skomplikowanych, ponieważ zachodzące w nich oddziaływania termodynamiczne i elektrokinetyczne w bezpośredni sposób wpływają na równowagę układu i często powodują ich niestabilność.

Deemulgacja – to ogólne zjawisko niestabilności, podczas której krople oleju fazy rozproszonej unoszą się ku górze oddzielając się od fazy wodnej. Przejawem niestabilności emulsji jest przebieg procesów flokulacji, śmietankowania oraz koalescencji [Aske i in., 2002; Beetge i Horne, 2005].

Flotacja jest procesem stosowanym do rozdziału faz, a zwłaszcza do oddzielenia fazy stałej od fazy ciekłej lub fazy ciekłej od fazy ciekłej. W tym drugim przypadku flotacja stosowana jest do oddzielania tłuszczu, olejów, benzyn i rozpuszczalników organicznych od ścieków. Wyróżnia się różne typy flotacji: np. sprężonym powietrzem, ozoflotację, odśrodkową, elektroflotację czy próżniową [Rubio i in., 2002].

Flotacja rozpuszczonym powietrzem DAF (Dissolved Air Flotation) zachodzi wówczas, gdy do flotacji używa się również czynnika wspomagającego, którym mogą być np. pęcherzyki powietrza, powstające podczas rozprężania układu w zbiorniku flotacyjnym. Mikropęcherzyki wtedy mają wymiar od 40 do 120 μm , co wobec niewielkich wymiarów cząstek zawieszonych stwarza duże prawdopodobieństwo kontaktu fazy rozproszonej (oleju) z pęcherzykiem powietrza [Moosai i Dawe, 2003].

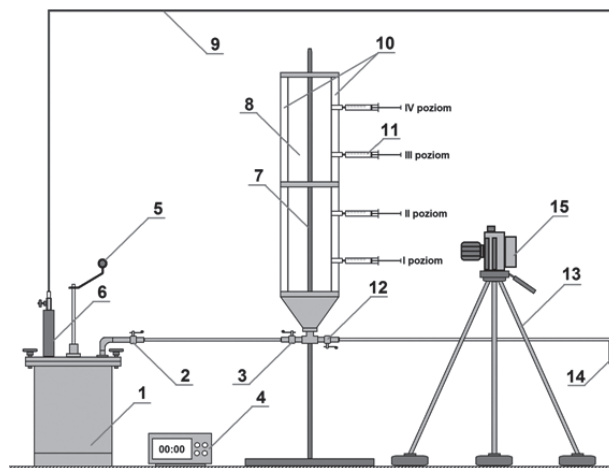
Metodę DAF najczęściej wykorzystuje się do usuwania olejów ze ścieków przemysłowych. Proces jest bardziej skuteczny wraz z substancją chemiczną do podczyszczania (metoda końcowego oczyszczania) zanieczyszczeń, aby poprawić efekt do 99% [Welz i in., 2007]. Aby wspomóc procesy samoczynnej i wspomaganą przez pęcherzyki powietrza deemulgacji stosuje się środki powierzchniowo czynne, tj. deemulgatory, które osłabiając trwałość emulsji rozdziela ją na dwie fazy. Do tej grupy można zaliczyć różnego rodzaju sole, jak np. siarczan glinu, chlorek wapnia. Środki te skracają czas procesu rozwarstwiania i są często używane w przemyśle [Bensadok i in., 2006].

Celem badań było porównanie wyników eksperymentów wykonanych za pomocą metod nefelometrycznych, dotyczących procesu deemulgacji wymuszonej (flotacja DAF) oraz klasycznego procesu rozwarstwiania emulsji olejowych. Jednocześnie chodziło o zbadanie wpływu na procesy obu deemulgacji różnych ilości deemulgatora dodawanego do emulsji O/W.

Badania doświadczalne

Aparatura

Zbudowana aparatura umożliwiała deemulgację emulsji olejowych za pomocą powietrza rozpuszczonego (mikropęcherzyków). Instalacja składała się ze zbiornika ciśnieniowego z mieszadłem, komory flotacyjnej, sprężarki oraz wspomagającej armatury (Rys. 1). Zaproponowano wykorzystanie urządzenia pomiarowego, które stosowało jedną ze znanych metod nefelometrycznych, tj. turbidymetrię, do pomiarów stężenia oleju po procesie deemulgacji emulsji olejowych. Stosowano



Rys. 1. Stanowisko badawcze: 1 – zbiornik ciśnieniowy, 2 – wylot emulsji z powietrzem (zawór odcinający), 3 – wlot emulsji do komory DAF (zawór kulowy), 4 – stoper oraz termometr pomiarowy, 5 – mieszadło łopatkowe, 6 – zawór redukcji powietrza sprężonego, 7 – statyw dla komory DAF, 8 – komora DAF, 9 – dopływ powietrza pod zadaniem ciśnieniem, 10 – światłowki kompaktowe, 11 – miejsca pomiarowe, 12 – zawór spustowy, 13 – statyw pod aparat cyfrowy, 14 – odpływ, 15 – aparat cyfrowy

analizator *Turbiscan Lab*, urządzenie optyczne, wykorzystujące rozpraszanie światła i umożliwiające charakterystykę rzeczywistego stanu dyspersji i długoterminową analizę procesów destabilizacji zachodzących w emulsjach.

Materiały

W badaniach wykorzystano emulsje o 5% zawartości substancji oleistych, takie bowiem znajdują się zazwyczaj w ściekach poprodukcyjnych różnych zakładów przemysłowych.

Do stworzenia emulsji użyto oleju *Emulgol ES-12* firmy *Orlen*, natomiast do wywołania procesu samoistnej i wymuszonej powietrzem deemulgacji wykorzystano deemulgator – uwodniony siarczan glinu (III) o trzech stężeniach: 1,0; 1,4; 1,8 g/l.

Metodyka i zakres badań

Próbki emulsji były pobierane do celek pomiarowych *Turbiscan LAB* co 2 minuty na 4 różnych wysokościach komory DAF – 8 od momentu wprowadzenia cieczy aż do upływu 12 minut podczas trwania doświadczenia obu wyżej wymienionych procesów deemulgacyjnych. Pierwszy pomiar był wykonywany na $\frac{1}{4}$ wysokości (najniższy), drugi – $\frac{1}{2}$, trzeci – $\frac{3}{4}$, a czwarty (najwyższy) – 1. Po tym czasie te 24 próbki były pozostawiane na okres 24 godzin.

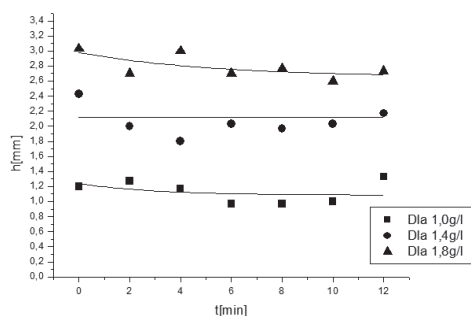
Po jednej dobie proces deemulgacji był zakończony i wykonywano ostatni pomiar własności wszystkich próbek na urządzeniu *Turbiscan LAB*. Na podstawie tego ostatniego badania 24 celek doświadczalnych emulsji 5% wykonano cztery wykresy (Rys. 2-5).

Wyniki pomiarów i dyskusja

Grubość fazy olejowej jest jedną z głównych własności odczytanych za pomocą turbidymetrii.

Zależność grubości fazy olejowej w funkcji czasu przy trzech stężeniach deemulgatora dla samoczynnej deemulgacji na II poziomie pomiarowym (wg wysokości) w komorze DAF zaprezentowano na rys. 2.

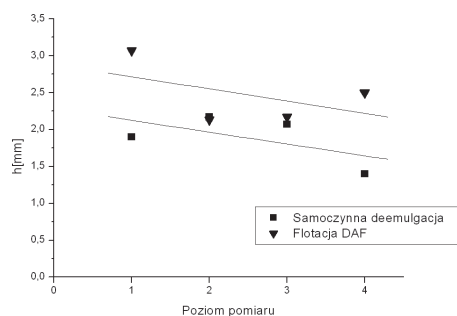
Zauważono, że wraz ze zwiększeniem stężenia soli, która przyspieszała rozwarstwienie faz w emulsji 5%, rośnie grubość fazy olejowej.



Rys. 2. Zależność grubości fazy olejowej w funkcji czasu przy trzech stężeniach deemulgatora dla samoczynnej deemulgacji na drugim poziomie komory DAF

Dla 1,0 g/l deemulgatora wartość fazy olejowej była najniższa i jej zakres wynosi ok. 1÷1,3 mm. Natomiast dla najwyższego stężenia soli otrzymano największą grubość oleju (zakres od ok. 2,6 do 3 mm). Porównując te trzy ilości deemulgatora można zauważyć, że z upływem czasu grubość fazy olejowej zmniejsza się na II poziomie. Było to wynikiem unoszenia się kropelek oleju ku górze komory DAF. Najszybszy spadek widać przy stężeniu 1,8 g/l soli.

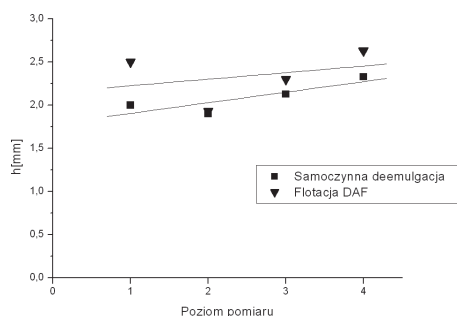
Na rys. 3 przedstawiono zależność grubości fazy olejowej od poziomu pomiarowego dla emulsji 5% ze stężeniem 1,0 g/l deemulgatora po upływie 2 minut trwania procesów.



Rys. 3. Zależność grubości fazy olejowej od poziomu pomiarowego dla emulsji 5% ze stężeniem 1,0 g/l deemulgatora po upływie 2 minut

Zauważono, że deemulgacja wymuszona za pomocą pęcherzyków powstałych z powietrza rozpuszczonego powodowała większą grubość fazy olejowej w próbce pomiarowej (badanej w *Turbiscan Lab*) niż w przypadku samoczynnej deemulgacji. Obniżenie wartości dla tych dwóch procesów ze zwiększeniem wysokości w komorze DAF, oznacza, że po upływie 2 minut na najniższym poziomie znajdowało się najwięcej kropelek oleju. Natomiast na poziomie IV, który był na najwyższej, tych kropelek było mniej. Oznacza to, że dopiero po tym czasie emulsja zaczęła się rozwarstwiać.

Inaczej wyglądają przebiegi obu procesów (Rys. 4) po upływie 6 minut od momentu rozpoczęcia badań.

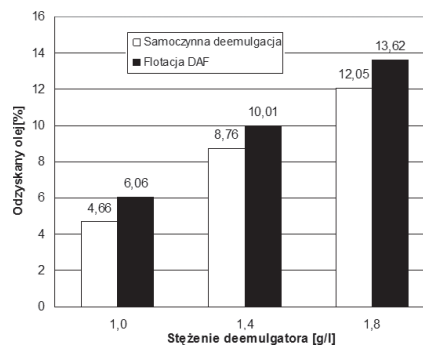


Rys. 4. Zależność grubości fazy olejowej od poziomu pomiarowego dla emulsji 5% ze stężeniem 1,0 g/l deemulgatora po upływie 6 minut

Ze zwiększeniem wysokości w komorze DAF następuje wzrost grubości fazy olejowej. Oznacza to, że po tym czasie jest mniej kropelek oleju na najniższym poziomie (I poziom) niż 4 minuty wcześniej. Wynika to

z faktu, że faza olejowa przemieściła się wyżej w komorze DAF w stosunku do wcześniejszego pomiaru po upływie 2 minut. Można stwierdzić, że proces rozwarstwienia postępował i zmierzał ku zakończeniu.

Na rys. 5 przedstawiono porównanie deemulgacji samoczynnej oraz wymuszonej przez pęcherzyki rozpuszczone w emulsji 5%.



Rys. 5. Ilość odzyskanego oleju w procesie flotacji DAF w stosunku do samoczynnej deemulgacji na najwyższym poziomie (IV) komory DAF

Stwierdzono, że przy flotacji DAF otrzymano większy udział oleju po upływie 12 minut dla wszystkich przeprowadzonych badań.

Wydajność deemulgacji wymuszonej wyniosła o ok. 2% więcej niż dla tradycyjnego rozwarstwienia na najwyższym poziomie (IV) komory DAF (8). Na przykład dla najwyższego stężenia deemulgatora (1,8 g/l) w procesie samoczynnego rozwarstwienia odebrano 12,05% oleju, natomiast dla wymuszonej deemulgacji – 13,62%. Najmniej odzyskanego oleju otrzymano dla najniższego stężenia deemulgatora – 1,0 g/l, która wynosiła 4,66% i 6,06%, odpowiednio dla samoczynnej deemulgacji i flotacji DAF.

Wnioski

Podczas badań doświadczalnych przeprowadzono obserwacje procesów deemulgacji samoczynnej oraz wymuszonej za pomocą pęcherzyków powstałych z powietrza rozpuszczonego w emulsji 5% (O/W). Doświadczenia wykazały, że za pomocą analizatora *Turbiscan Lab* można zaobserwować zmiany obu procesów rozwarstwienia się emulsji.

Na podstawie analizy danych turbidymetrycznych stwierdzono, że z upływem czasu grubość fazy olejowej zmniejsza się na niższych poziomach komory DAF, natomiast na najwyższym poziomie zaczyna przybywać więcej kropelek fazy rozproszonej (oleju).

Stwierdzono, że ze zwiększeniem stężenia deemulgatora rośnie grubość odzyskanej fazy olejowej.

Udowodniono, że flotacja DAF przyspiesza proces rozwarstwienia emulsji, co pozwala odzyskać więcej oleju niż przy tradycyjnej deemulgacji.

LITERATURA

- Aske N., Kallekvik H., Sjoblom J., 2002. Water-in-crude oil emulsion stability studied by critical electric field measurements. Correlation to physico-chemical parameters. *J. Pet. Sci. Eng.* **36**, 1–17. DOI: 10.1016/S0920-4105(02)00247-4
- Beetge J.H., Horne B.O., 2005. *Chemical demulsifier development based on critical electric field measurements*. SPE International Symposium on Oilfield Chemistry, 2-4 February 2005, The Woodlands, Texas. DOI: 10.2118/93325-MS
- Bensadok K., Belkacem M., Nezzal G., 2007. Treatment of cutting oil/water emulsion by coupling coagulation and dissolved air flotation. *Desalination* **206**, 440–448. DOI: 10.1016/j.desal.2006.02.070
- Gilewicz J., *Emulsje*, PWN, Warszawa 1957
- Johnson J.C., 1979. *Emulsifiers and Emulsifying Techniques*, Noyes Data, Park Ridge, NJ,
- Moosai R., Dawe R. A., 2003. Gas attachment of oil droplets for gas flotation for oily wastewater cleanup. *Sep. Purif. Tech.*, **33**, 303–314. DOI: 10.1016/S1383-5866(03)00091-1
- Rubio J., Souza M.L., Smith R.W., 2002. Overview of flotation as a wastewater treatment technique. *Minerals Eng.* **15**, 139–155. DOI: 10.1016/S0892-6875(01)00216-3.
- Welz M.L.S., Baloyi N., Deglon D.A., 2007. Oil removal from industrial wastewater using flotation in a mechanically agitated flotation cell. *Water SA.*, **33**, nr 4, 453–458. DOI: 10.4314/wsa.v33i4.5293