

*Sylwia WŁODARCZAK, Marek OCHOWIAK, Andżelika KRUPIŃSKA, Małgorzata MARKOWSKA  
Politechnika Poznańska  
Instytut Technologii i Inżynierii Chemicznej*

## **METODY OKREŚLANIA STRUKTURY EMULSJI O/W WYTWARZANYCH W ROZPYLACZACH O STOŻKOWEJ KOMORZE WIROWEJ**

W pracy przedstawiono proces wytwarzania emulsji O/W w rozpylaczach wirowych o różnej konstrukcji. Szczegółowo omówiono dwie metody określenia wielkości kropeł. Analizowano rozkłady średnic kropeł i średnie średnice Sautera. Wykazano, że udział fazy olejowej oraz geometria rozpylacza, a zwłaszcza wysokość komory, wpływają na wielkość kropeł.

### **THE METHODS FOR DETERMINING THE STRUCTURE OF O/W EMULSION FORMED IN THE ATOMIZERS WITH CONICAL SWIRL CHAMBER**

The paper presents the process of emulsion O/W formation in the pressure-swirl atomizers of the different construction. Two methods for determining the droplet size are discussed in detail. Droplet size distributions and Sauter mean diameters were analyzed. It has been shown that the oil phase share and atomizer geometry, especially the chamber height, affect the droplet size.

#### **1. WPROWADZENIE**

Rozpylacze są stosowane w wielu dziedzinach życia codziennego i przemysłu, zwłaszcza w przemyśle maszynowym i energetycznym do rozpylania paliw, farb lub czystej wody, a także w rolnictwie. Rozpylacze można również zastosować do wytwarzania oraz rozpylania różnorodnych emulsji, co wykorzystywane jest na szeroką skalę w przemyśle spożywczym, kosmetycznym, farmaceutycznym czy malarskim [1-3].

Emulsje są układami dwóch niemieszających się cieczy, z których jedna stanowi fazę ciągłą, a druga fazę rozproszoną. Głównym składnikiem wszystkich emulsji jest woda, drugim natomiast jest olej, nazywany tak niezależnie od charakteru lub składu substancji. Olejem może być przykładowo benzen, toluen, benzyna, ropa naftowa oraz oleje rzepakowe, lniane itp. [2-4].

Wiele czynników, w tym właściwości emulsji, wpływają na przebieg i charakter rozpylania. Sam przebieg procesu może mieć wpływ na strukturę emulsji, ze względu na fakt oddziaływania sił ścinających, mogących deformować krople fazy wewnętrznej. Duże siły występujące podczas rozpylania, w połączeniu ze znaczną lepkością, sprzyjają rozerwaniu kropeł oleju w emulsji [1-3].

#### **2. METODYKA BADAŃ**

Celem pracy było wytworzenie emulsji typu O/W oraz analiza wielkości kropeł z wykorzystaniem analizatora wielkości kropeł Mastersizer 2000 firmy Malvern Instruments Ltd oraz mikroskopu Nikon Eclipse 50i z komputerem i kamerą OptaTech. Emulsję wytwarzano na stanowisku wyposażonym w zbiornik oleju, baterię rotametrów cieczowych VA-40 firmy Krohne Messtechnik GmbH & Co KG, pompę CHI 2-30 firmy Grundfos, zawory oraz rozpylacz wirowy z dwoma króćcami wlotowymi. Ponadto instalacja była podłączona do bieżącej wody, której przepływ kontrolowano również rotametrem. Wodę i olej doprowadzono węzami do króćców wlotowych rozpylacza. Przy każdych nastawach natężenia przepływu wody i oleju w rozpylaczu wytwarzana była emulsja, która następnie, po opuszczeniu otworu wylotowego, ulegała rozpyleniu. Próbkę emulsji zbierano do pojemnika i podawano równolegle analizie optycznej i mikroskopowej. Stosowaną fazą olejową był olej mineralny

20-50 o lepkości  $42,8 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$  i gęstości  $866 \text{ kg/m}^3$ ] opracowany w Instytucie Nafty i Gazu (Kraków). Zakres badań obejmował przepływy emulsji o objętościowym natężeniu przepływu wynoszącym:  $1,39 \cdot 10^{-5}$ ;  $2,08 \cdot 10^{-5}$ ;  $2,78 \cdot 10^{-5} \text{ [m}^3/\text{s]}$ . Emulsje różniły się stosunkiem oleju do wody. Wytworzono emulsje o udziale objętościowym fazy rozproszonej  $\varphi$ : 0,1; 0,2 i 0,3  $\text{m}^3/\text{m}^3$ .

Zastosowano trzy rozpylacze o stożkowej komorze wirowej. Kąt wprowadzenia cieczy wynosił w każdym przypadku  $30^\circ$ . Średnice zarówno otworów wlotowych, jak i otworu wylotowego wynosiły  $d = 0,0025 \text{ [m]}$ . Konstrukcje różniły się natomiast wysokością komory wirowej  $H_s$  oraz średnicą podstawy stożka  $D_s$ . Schemat rozpylaczy przedstawiono w pracy [3], a wymiary w Tabeli 1.

Tabela 1

Wymiary badanych rozpylaczy

Rozpylacz	$H_s \text{ [m]}$	$D_s \text{ [m]}$
R1	0,02	0,02
R2	0,02	0,08
R3	0,04	0,02

Do pierwszej analizy wielkości kropeł wykorzystano sprzęt pomiarowy Mastersizer 2000 firmy Malvern Instruments Ltd z przystawką Hydro 2000G. Jest to urządzenie służące do pomiaru rozkładu wielkości cząstek w badanej próbce. Jego działanie opiera się na wykorzystaniu dyfrakcji laserowej umożliwiającej pomiar kropeł w zakresie wielkości  $0,02 \div 2000 \text{ }\mu\text{m}$ . Osprzęt urządzenia był wyposażony w mieszadło ustawione na  $1000 \text{ min}^{-1}$ . Początkowo wprowadzono wodę destylowaną do układu w celu przeczyszczenia i oznaczenia tła optycznego i elektrycznego. Następnie do wody wstrzykiwano próbkę emulsji, która ulegała rozcieńczeniu, w odpowiedniej kontrolowanej ilości. Po zakończonej analizie został wygenerowany raport, a dane importowano do programu Microsoft Excel celem dalszego opracowania.

Do drugiej analizy wykorzystano natomiast mikroskop firmy Nikon Eclipse 50i oraz komputer z kamerą OptaTech, co pozwalało na wykonanie serii zdjęć struktury emulsji, którą wcześniej naniesiono na szklaną płytkę i przykryto szkiełkiem nakrywkowym. Zastosowano powiększenie 10x. Obróbki obrazów dokonano w programie Image-Pro Plus w trybie manualnym. Początkowo należało zmienić tryb kolorów na skalę odcieni szarości analizowanego obrazu, następnie dokonano kalibracji w celu zmiany jednostki z pikseli na milimetry. Ostatecznie wybrano manualny tryb pomiaru, powierzchnię kropeł jako parametr mierzony, a także zakres pomiarowy. Program automatycznie liczył powierzchnię kropeł, a następnie wyniki były eksportowane do programu Microsoft Excel, gdzie wykonywano dalsze obliczenia.

Na podstawie uzyskanych wyników określono rozkłady średnic kropeł oraz średnie średnice Sautera. W przypadku zastosowania analizatora Mastersizer 2000 firmy Malvern Instruments Ltd automatycznie uzyskuje się objętościowe rozkłady wielkości kropeł oraz średnice zastępcze, natomiast w metodzie fotograficznej konieczne są obliczenia. Średnią średnicę Sautera oblicza się na podstawie zależności:

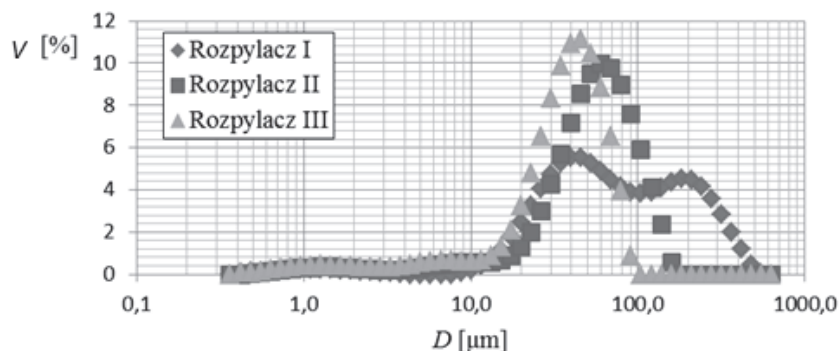
$$D_{32} = SMD = \frac{\sum_{i=1}^{i=j} N_i D_i^3}{\sum_{i=1}^{i=j} N_i D_i^2} \quad (1)$$

Wyników otrzymanych za pomocą tych dwóch metod nie można porównać, ze względu na to, że w metodzie opartej na zjawisku dyfrakcji laserowej uzyskuje się wyniki w odniesieniu do objętości kropeł, a w metodzie mikroskopowej – w odniesieniu do liczby kropeł. Znanych jest wiele różnych metod pomiarowych, które jednak często dają rozbieżne wyniki. Ponadto metody te różnią się liczbą analizowanych kropeł, badanym obszarem, dokładnością i zakresem pomiarowym. Podczas analizy mogą występować błędy spowodowane chociażby nakładaniem się na siebie kilku kropeł, niepoprawnym wyeliminowaniem niektórych kropeł czy ograniczonymi możliwościami urządzenia pomiarowego.

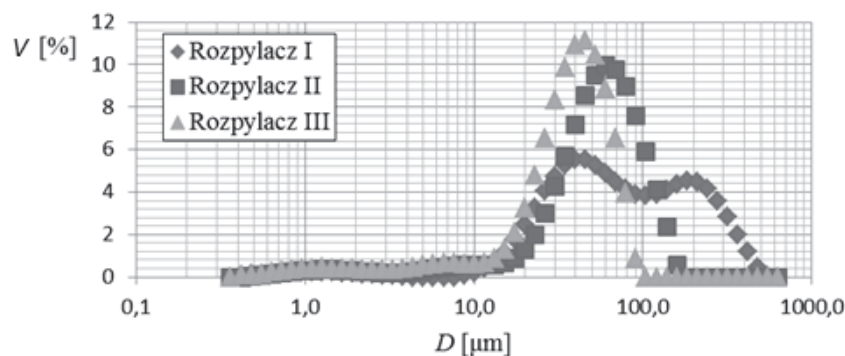
### 3. WYNIKI BADAŃ

W przypadku wyników uzyskanych dzięki zastosowaniu metody optycznej, zwiększenie objętościowego natężenia przepływu emulsji spowodowało niewielkie przesunięcia wartości w kierunku mniejszych wartości, przy czym są to różnice na tyle niewielkie, iż można przyjąć, że natężenie przepływu emulsji nie ma znaczącego wpływu na rozkład wielkości kropeł. Przykładowe rozkłady wielkości kropeł przedstawiono na Rys. 1. Analizując wpływ geometrii rozpylacza przy zmiennym natężeniu przepływu emulsji, zauważono, że największe różnice są widoczne przy małych przepływach, gdzie najmniejsze krople otrzymuje się dla rozpylacza R3 (o największej wysokości). Przy większym natężeniu przepływu emulsji, różnice pomiędzy rozpylaczem R2 i R3 (o różnej średnicy i wysokości), zacierają się i uzyskuje się podobne histogramy. W przypadku rozpylacza R1 otrzymuje się szeroki rozkład wielkości kropeł.

a)



b)



Rys. 1. Przykładowe rozkłady wielkości kropeł dla  $\varphi = 0,1$  dla różnych objętościowych natężeń przepływu: a)  $2,08 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$ , b)  $2,78 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$ .

Fig. 1. Example droplet size distributions for  $\varphi = 0.1$  for different volumetric flow rates of the emulsions: a)  $2.08 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$ , b)  $2.78 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$ .

Dla rozpylacza R3 uzyskano także najwyższe wartości średniej średnicy Sautera, bez względu na zawartość fazy olejowej. Wartości średniej średnicy Sautera uzyskane dla rozpylacza R1 i R2 były zbliżone. Wyniki przedstawiono w Tabeli 2.

W przypadku metody fotograficznej sporządzono liczbowe rozkłady wielkości kropeł. Na ich podstawie zaobserwowano, że bez względu na zawartość fazy olejowej, dla rozpylacza R3 uzyskano największą liczbę kropeł w przedziale do  $5 \mu\text{m}$ . Nie wykazano natomiast znaczących różnic w przypadku kropeł o największych średnicach (od  $70$  do  $100 \mu\text{m}$ ).

Tabela 2

Wartości średnich średnic Sautera uzyskane metodą optyczną

Rozpylacz	$\varphi$	$D_{32}$ [ $\mu\text{m}$ ]
R1	0,1	13
	0,2	44
	0,3	58
R2	0,1	13
	0,2	44
	0,3	55
R3	0,1	34
	0,2	67
	0,3	73

W Tabeli 3 przedstawiono obliczone na podstawie zależności (1) wartości średniej średnicy Sautera. Podobnie, jak w przypadku metody opartej na dyfrakcji laserowej, największe średnie średnice uzyskano dla rozpylacza R3. Największa różnica dostrzegalna jest w przypadku największej zawartości fazy olejowej ( $\varphi = 0,3$ ).

Tabela 3

Wartości średnich średnic Sautera uzyskane metodą mikroskopową

Rozpylacz	$\varphi$	$D_{32}$ [ $\mu\text{m}$ ]
R1	0,1	14
	0,2	28
	0,3	33
R2	0,1	16
	0,2	35
	0,3	42
R3	0,1	16
	0,2	39
	0,3	85

#### 4. PODSUMOWANIE

Wielkość kropeł emulsji można określać różnymi metodami. Jednak dobór metody musi być przemyślany i dostosowany do zastosowania wyników, właściwości cieczy, możliwości aparatury, a także do oczekiwań badacza. Należy także pamiętać, że bezpośrednio nie można porównywać wyników uzyskanych z zastosowaniem różnych metod.

*Praca wykonana w ramach projektu PUT 0912/SABD/2002 dofinansowanego przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego.*

#### LITERATURA

1. Lefebvre A.H., McDonell V.G.: Atomization and Sprays, CRC Press 2017.
2. Tratnig A., Brenn G., Strixner T., Frankhauser P., Laubacher N., Stranzinger M.: Characterization of spray formation from emulsions by pressure-swirl atomizers for spray drying, Journal of Food Engineering 2009.
3. Broniarz-Press L., Włodarczak S., Ochowiak M.: Wytwarzanie emulsji w rozpylaczu o stożkowej komorze wirowej, Inżynieria i Aparatura Chemiczna 2016.
4. Dłuska E, Markowska-Radomska A: Makro- i nanoemulsje proste i wielokrotne w procesach chemicznych, biomedycznych i ochronie środowiska, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2017.