

Artur Antosz, Halina Syrek

Institut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy

Badania nad wytwarzaniem mikroemulsji woskowych w reaktorze ciśnieniowym. Część II

W artykule przedstawiono wyniki badań nad wytwarzaniem mikroemulsji woskowych w reaktorze ciśnieniowym. W procesie tym zastosowano bezpośrednią oraz pośrednią metodę emulgowania. Surowcami bazowymi były woski polietylenowe polarne, o temperaturze kroplenia w zakresie 106÷118°C. Dla wytworzonych emulsji oznaczono wybrane właściwości fizykochemiczne i użytkowe.

Słowa kluczowe: emulsje, woski polarne.

Investigations on the production of wax microemulsions in a pressure reactor. Part II

In the article, the results of research on production of wax microemulsions in a pressure reactor was presented. For the propose of the emulsification process, direct and indirect methods were used. The base raw materials were polar polyethylene waxes melting in the range of from 106°C to 118°C. The chosen physico-chemical and applied properties for examined microemulsions were also determined.

Key words: emulsions, polar waxes.

Wstęp

Obecnie emulsje woskowe stanowią bardzo liczną grupę produktów i półproduktów w wielu dziedzinach gospodarki, takich jak przemysł spożywczy, papierniczy, kosmetyczny, farmaceutyczny, produkcji farb i lakierów, włókienniczy oraz innych. W postaci emulsji występuje wiele surowców będących wynikiem naturalnych procesów zachodzących w przyrodzie, np. mleko to najpopularniejsza emulsja pochodzenia zwierzęcego. Innym przykładem naturalnej emulsji jest lateks, wytwarzany przez rośliny kauczukowe [2, 10].

Ze względu na właściwości fizyczne emulsjami nazywane są układy dwufazowe składające się z fazy rozproszonej (określanej również mianem zdyspergowanej) oraz fazy ciągłej, stanowiącej ośrodek rozpraszający. W przypadku emulsji woskowych fazą ciągłą jest woda, natomiast fazą rozpraszaną – stałe cząsteczki wosków parafinowych i/lub innych rodzajów wosków, np. naturalnych lub syntetycznych [17].

Istnieje wiele różnych metod i urządzeń do wytwarzania emulsji, procesy te różnią się pod wieloma względami. Mogą

przebiegać w zbiornikach, tj. okresowo, lub w sposób ciągły. Istotną różnicą jest zastosowany mechanizm rozbijania kropeł, osiągnęty przez siły zewnętrzne, działające głównie w fazie ciągłej. Podczas mieszania mechanicznego układu olej–woda tworzą się krople, które następnie przyjmują kształt cylindrów, a te rozpadają się na mniejsze kropelki. Proces ten powtarza się do chwili, aż kropelki są zbyt małe, aby mogła zachodzić ich dalsza deformacja, i podział ustaje [1, 5].

Rozwój technologii w gałęziach przemysłu wykorzystującego podczas produkcji emulsje woskowe, zwłaszcza wprowadzenie nowoczesnych linii produkcyjnych w przemyśle papierniczym, spowodował wypieranie stosowanego wosku naftowego na korzyść wosków syntetycznych. Emulsje na bazie wosków syntetycznych łączą zalety emulsji naftowych, takie jak: łatwość stosowania, brak potrzeby podgrzewania i topienia oraz przyjazność dla środowiska naturalnego – ze względu na brak rozpuszczalników organicznych. Użycie tych wosków w emulsjach jako wosku bazowego pozwala

na wykorzystanie lepszych właściwości wytrzymałościowych i ochronnych wosków syntetycznych [6, 7].

Zastosowanie wosków syntetycznych o wysokich temperaturach topnienia jako komponentu bazowego emulsji wymusiło w konsekwencji zmiany konstrukcyjne homoge-

nizatorów używanych do wytwarzania takich emulsji. Proces homogenizacji dla tych wosków wymaga zastosowania podwyższonego ciśnienia, w wyniku którego w temperaturze 150°C zarówno wosk, jak i woda znajdują się w fazie ciekłej [15].

Surowce do wytwarzania emulsji woskowych [8, 9, 11, 13]

Do wytwarzania emulsji woskowych stosowane są najczęściej woski półsyntetyczne, w tym głównie homopolimery etylenu, rzadziej propylenu. Pośród produktów syntetycznych używane są woski polarne (modyfikowane), uzyskiwane przez utlenianie wosków polietylenowych, względnie ich dalszą estryfikację z alkoholami alkilowymi lub polihydroksyalkoholami. W grupie tej zastosowanie znajdują również woski kopolimerowe typu polietylenowo-winylowych (EVA), poliestrowych i poliamidowych, które prócz doskonałych właściwości wosków poliolefinowych wykazują dodatkowo lepszą adhezyjność i elastyczność [1, 2].

Innego rodzaju woski syntetyczne, wchodzące aktualnie do szerszego użycia w produkcji emulsji, to produkty z procesu Fischera-Tropscha, czyli wysokociśnieniowej polimeryzacji gazu syntezowego, otrzymywanego początkowo w procesie konwersji węgla z parą wodną. Obecnie woski FT wytwarzane są z gazu ziemnego metodą *Gas to Liquid* (GTL) [16, 17].

Spośród wosków naturalnych do wytwarzania emulsji drugiej generacji stosowane są woski ziemne (montanowe) oraz roślinne twarde (Carnauba, Candelilla). Głównymi składnikami tych wosków są estry i hydroksyestry wyższych kwasów tłuszczowych i wyższych alkoholi, których zawartość dochodzi do 85% (*m/m*). Ponadto zawierają one wolne kwasy tłuszczowe (głównie nasycone), węglowodory nasycone i nienasycone, wolne alkohole, laktony, barwniki i substancje mineralne. W skład wosku montanowego wchodzi również znaczna ilość, tj. od 20% do 23% (*m/m*), żywic. Charakterystyczną cechą wosków naturalnych jest łatwość emulgowania, spowodowana dużą zawartością substancji zmydlających się. Woski naftowe, w tym parafiny i mikro-woski, wykorzystywane są w emulsjach II generacji w niewielkich ilościach; ich udział polega głównie na zmniejszeniu lepkości syntetycznych wosków bazowych. Charakterystykę wosków bazowych, stosowanych do wytwarzania różnego rodzaju emulsji przemysłowych, przedstawiono w tablicy 1 [3].

Tablica 1. Charakterystyka surowców woskowych stosowanych do wytwarzania emulsji

Nazwa wosku	Zastosowanie	Temperatura topnienia [°C]	Lepkość kinemat. w stanie stopionym 120°C [mm ² /s]	Ciężar cząsteczkowy [g/mol]	Liczba kwasowa [mg KOH/g]
Wosk typu homopolimer etylenu					
Luwax AL 3	Przemysł papierniczy i opakowaniowy, przemysł farb i lakierów, środki ochronne i nablyszczające, PCV	102÷108	135÷240	śr. 3 500	–
Luwax AL 61		107÷113	950÷1550	śr. 7 000	–
Luwax A		101÷109	950÷1550	śr. 7 000	
Luwax AM 3		104÷108	150÷220	śr. 3 500	
Wosk polietylenowy mikronizowany					
Luwax AF 30	Przemysł farb i lakierów, wyrób tuszów drukarskich, produkcja tworzyw sztucznych	110÷118	średni wymiar cząstki 6,5 μm	gęstość, 23°C, g/cm ³ 0,940÷0,955	
Luwax AF 31		110÷118	średni wymiar cząstki 7 μm	gęstość, 23°C, g/cm ³ 0,940÷0,955	
Luwax AF 32		110÷118	średni wymiar cząstki 7,5 μm	gęstość, 23°C, g/cm ³ 0,940÷0,955	
Wosk polietylenowy utleniony					
Luwax OA	Powlekanie papieru, przemysł tekstylny, powlekanie owoców, środki ochronne i nablyszczające	94÷104	250÷500	2 700	19÷25
Luwax OA 2		103÷112	250÷400	2 800	19÷25
Luwax OA 5		102÷110	280÷420	5 400	15÷19
Luwax ES 9696 zawier. ok. 8% wody		129÷133	ok. 6500 (140°C)	11 000	17,5÷19

cd. Tablica 1

Nazwa wosku	Zastosowanie	Temperatura topnienia [°C]	Lepkość kinemat. w stanie stopionym 120°C [mm ² /s]	Ciężar cząsteczkowy [g/mol]	Liczba kwasowa [mg KOH/g]
Wosk montanowy/ Wosk montanowy estrowy					
Luwax S	Środki ochronne i nabłyszczające do skóry i karoserii samochodowych, produkcja tworzyw sztucznych	80÷87	ok. 12	–	135÷160
Luwax LS		82÷88	ok. 12	–	145÷165
Luwax LG		77÷83	ok. 13	–	135÷160
Luwax OP częściowo utleniony		99÷105	200÷400	–	110÷130
Wosk typu kopolimer etylenu					
Luwax EVA 1	Przemysł farb i lakierów, środki ochronne i nabłyszczające do karoserii samochodowych, powlekanie papieru i innych tworzyw	84÷92	1400÷1950		
Luwax EVA 3		93÷98	1200÷1500		
Luwax ES 91014		100÷108	1200÷1600		
Luwax 91015		85÷95			
Luwax EAS 5		75÷85			
Wosk polieterowy					
Luwax V	Środki ochronne i nabłyszczające do skóry i karoserii samochodowych oraz podłóg	47÷51	ok. 600 (100°C)	ok. 28 000	
Woski naftowe i naturalne					
Rafinowana parafina	Przemysł tekstylny	60÷64	Penetracja 0,1 mm maks. 13		
Biały wosk mikrokrystaliczny	Przemysł tekstylny	68÷74	Penetracja 0,1 mm 16÷33		
Cera alba	Przemysł tekstylny	62÷65	Penetracja 0,1 mm 15÷20		
Wosk pszczeli	Przemysł tekstylny	58÷63	Penetracja 0,1 mm maks. 20		

Opis stanowiska

Emulsje zawierające wysokotopliwe woski syntetyczne, o temperaturze topnienia powyżej 95°C, wymagają zastosowania reaktora ciśnieniowego umożliwiającego prowadzenie procesu emulgowania w zakresie temperatury do 160°C, przy ciśnieniu do 10 barów.

Reaktor zbudowany jest z cylindrycznego zbiornika ze stali nierdzewnej, otoczonego płaszczem chłodzącym (woda), posiada dolny spust produktu – wytworzonej emulsji woskowej. W dolnej części reaktora, na zewnątrz, umieszczona jest grzałka elektryczna. W pokrywie reaktora zamocowano pionowe mieszadło z końcówką mieszającą śmigłową oraz czujnik temperatury. Ponadto w pokrywie znajduje się króciec do wprowadzania surowców (woski, emulgatory, środki pomocnicze, woda zdeminalizowana) oraz wlot dodatkowej wody technologicznej z umieszczonego obok na stelażu ogrzewanego zbiornika ciśnieniowego. Dodatkowa woda

technologiczna dozowana jest do reaktora porcjami, poprzez elektrozawór sterowany programatorem czasowym. Silnik mieszadła posiada płynnie regulowane częstości obrotów, w zakresie 0÷6000 obr./min, za pomocą falownika.

Ciężenie panujące w reaktorze jest mierzone przy użyciu elektronicznego przetwornika.

Wszystkie dostępne na bieżąco odczyty wskaźników i regulatorów są zlokalizowane na tablicy świetlnej, umieszczonej na obudowie dygestorium, w którym znajduje się reaktor ciśnieniowy.

Konstrukcja reaktora zapewnia bezpieczną pracę podczas wytwarzania emulsji pod podwyższonym ciśnieniem, prowadzonego metodą bezpośrednią lub pośrednią.

W metodzie bezpośredniej dozuje się do mieszalnika ciśnieniowego wodę, wosk, emulgatory i pozostałe składniki oraz rozpoczyna się mieszanie i podgrzewanie. W zależno-

ści od rodzaju zastosowanych wosków syntetycznych oraz dodatków, parametry procesu emulgowania wynoszą:

- temperatura od 110°C do 150°C,
- czas mieszania od 10 minut do 30 minut.

Wytworzoną emulsję poddaje się szokowemu schłodzeniu, najlepiej za pomocą zewnętrznego wymiennika ciepła.

W metodzie pośredniej w pierwszym etapie dozuje się do naczynia ciśnieniowego część z przewidzianej ilości wody oraz pozostałe składniki, zamyka szczelnie naczynie i rozpoczyna podgrzewanie do wymaganej temperatury emulgowania. Po odpowiednim czasie mieszania do wytworzonego koncentratu emulsji dodaje się pozostałą część wody, uprzednio podgrzanej do temperatury emulgowania w osobnym zbiorniku ciśnieniowym. Po kolejnym okresie mieszania gotową emulsję schładza się szokowo, tak jak w metodzie bezpośredniej.

W metodzie bezpośredniej znajdują zastosowanie emulgatory niejonowe, natomiast w metodzie pośredniej lepsze rezultaty uzyskuje się, stosując emulgatory anionowe i kationowe.

Proces emulgowania odbywa się w reaktorze ciśnieniowym zaprojektowanym i wykonanym w Dziale Technicznym INiG – PIB.

Stanowisko reaktora przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1. Stanowisko reaktora ciśnieniowego

Badania nad wytwarzaniem emulsji na bazie wosków syntetycznych

Do wytwarzania emulsji woskowych zastosowano woski syntetyczne polietylenowe utlenione, w postaci zmikronizowanej lub makro. W pierwszym etapie przeprowadzono próby otrzymywania emulsji metodą bezpośrednią, z zastosowaniem dwóch syntetycznych wosków utlenionych. Próbki uzyskanych emulsji były zróżnicowane pod względem parametrów procesowych wykorzystanego wosku bazowego oraz procentowej zawartości wosków lub ich mieszanek w emulsji.

W kolejnym etapie badań wytworzono dwie emulsje woskowe metodą pośrednią. Skład tych emulsji był taki sam, zastosowano jedynie różne parametry procesowe.

Specyfikację wosków używanych do przygotowania emulsji woskowych, podaną przez dostawcę [12], przedstawiono w tabelicy 2.

Na podstawie wcześniejszych badań prowadzonych w Instytucie, w trakcie realizacji projektu pt.: *Innowacyjne*

technologie wytwarzania mikroemulsji woskowych do specjalistycznych zastosowań w gospodarce [14], do wytwarzania emulsji na bazie wosków syntetycznych wytypowano konkretne emulgatory oraz ich zestawienia. Zastosowano mieszaninę dwóch emulgatorów niejonowych typu polioksyetylenowanych alkilofenoli lub mieszaninę polioksyetylenowanego kwasu tłuszczowego i polioksyetylenoalkilofenolu o zróżnicowanej liczbie grup etoksylogowych, wykazujących odpowiednią wartość HLB. Jako emulgatora dodatkowego, rozpuszczalnego w fazie wodnej, użyto stabilizującego emulgatora anionowego typu alkilobenzenosulfonianu sodu.

Do wytworzenia w laboratorium emulsji woskowych zastosowano również środki pomocnicze typu regulatory pH, których dodatek pozwalał na uzyskanie właściwego odczynu przygotowywanych emulsji. Były to wodne roztwory wodorotlenku sodu lub wodorotlenku potasu, o stężeniu 10% (m/m).

Tablica 2. Specyfikacja wosków stosowanych do wytwarzania emulsji woskowych

Nr kodowy próbki	Surowiec	Temperatura kroplenia [°C]	Liczba kwasowa [mg KOH/g]	Dynamiczny współczynnik lepkości 140°C [mPas]
784/B1	Deurex MO 4615 (wosk polietylenowy utleniony, zmikronizowany)	106÷116	maks. 10	100÷300
955/B1	Deurex EO 42 (wosk polietylenowy utleniony, makro)	106÷114	15÷19	100÷300

Ilość regulatora pH zwiększano w przypadku wyższej liczby kwasowej wosku bazowego.

W celu zlikwidowania lub znaczącego ograniczenia pienienia w reaktorze ciśnieniowym – w procesach wytwarzania emulsji woskowych zawierających woski polietylenowe utlenione wykorzystano środek przeciwpianny, tj. 10-procentowy roztwór Pluronic F-68, produkcji BASF Corp.

Metoda bezpośrednia

Do wytworzenia sześciu emulsji zastosowano metodę bezpośrednią, w której wszystkie składniki dozowano do zbior-

nika reaktora poprzez króciec w pokrywie. Aparat szczelnie zamykano i rozpoczynano ogrzewanie wraz z jednoczesnym mieszaniem, stosując niskie częstotliwości obrotów mieszadła (około 300 obr./min). Po osiągnięciu założonej temperatury emulgowania (135÷155°C) i ustabilizowaniu się ciśnienia, które w zależności od temperatury wewnątrz homogenizatora wynosiło od około 3 barów do 5 barów, częstotliwości obrotów mieszadła zwiększano do 2000 obr./min i kontynuowano proces homogenizacji emulsji przez okres 30 minut. Następnie wyłączano grzanie, zmniejszono obroty mieszadła oraz uruchamiano przepływ zimnej wody w układzie chłodzenia reaktora. Po uzyskaniu temperatury emulsji rzędu 60°C odkręcano dolny zawór reaktora i gotowy produkt przepuszczano przez spiralną chłodnicę wodną. Skład wytwarzanych emulsji przedstawiono w tabelicy 3.

Tablica 3. Skład emulsji wytwarzanych w reaktorze ciśnieniowym

Składniki emulsji	Zawartość składnika [% (m/m)]					
	ERC-I	ERC-II	ERC-III	ERC-IV	ERC-V	ERC-VI
Wosk polietylenowy utleniony (Deurex MO 4615) 784/BL			5	10	15	20
Wosk polietylenowy utleniony (Deurex EO 42) 955/BL	20	30	20	20		
Mieszanina emulgatorów	9	9	9	9	9	9
Środek przeciwpianny	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Woda zdeminielizowana	69,5	59,5	64,5	59,5	74,5	69,5
10-procentowy roztwór wodny NaOH	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
pH emulsji	8,0	8,1	8,4	7,4	8,3	7,9
Parametry emulgowania						
Temperatura [°C]	140	140	140	145	155	145
Czas [min]	30					
Częstotliwości obrotów [obr./min]	2000				1500	2000

Metoda pośrednia

Przeprowadzono dodatkowo dwie próby wytworzenia emulsji, z wykorzystaniem metody ciśnieniowej pośredniej oraz zastosowaniem różnych parametrów technologicznych.

W pierwszym etapie procesu do reaktora ładowano całkowitą masę wosku i surfaktantów oraz część masy wody. Pozostałą masę wody wlewano do

dodatkowego zbiornika, połączonego z mieszalnikiem za pomocą dwóch przewodów. Na jednym z nich znajduje się elektrozawór sterujący dozowaniem wody do reaktora, natomiast drugi przewód służy do wyrównania ciśnienia między zbiornikiem wody a reaktorem. Następnie szczelnie zamykano reaktor oraz zbiornik dodatkowy i rozpoczynano podgrzewanie składników do przewidzianej temperatury emulgowania.

W drugim etapie procesu, po osiągnięciu założonej temperatury emulgowania, wytwarzano emulsje W/O, mieszając zawartość reaktora przez 20 minut z założoną częstotliwością obrotów mieszadła. Równocześnie w dodatkowym zbiorniku podgrzewano wodę do temperatury emulgowania.

Tablica 4. Skład emulsji wytworzonej w reaktorze ciśnieniowym metodą pośrednią

Składniki emulsji	Skład [% (m/m)]	
	ERC-P-VII	ERC-P-VIII
Etap wytworzenia emulsji W/O		
Wosk polietylenowy utleniony (Deurex MO 4615)	20	20
Rokafenol NL 6	4	4
Rokafenol N 22	4	4
ABS Na/S	1	1
Środek przeciwpianny	0,02	0,02
Woda zdeminielizowana	16,5	16,5
10-procentowy roztwór wodny NaOH	1,5	1,5
Etap wytworzenia emulsji O/W		
Emulsja wstępna	47	47
Woda zdeminielizowana	53	53
Parametry emulgowania		
Temperatura [°C]	140	145
Częstotliwości obrotów [obr./min]	1500	2000

W kolejnym etapie do reaktora dostrzykiwano w kontrolowanych porcjach, przez około 10 minut, pozostałą masę wody ze zbiornika dodatkowego, rozcieńczając wytworzoną emulsję W/O. Podczas dalszego mieszania przez okres 15 min w reaktorze zachodziło zjawisko inwersji do emulsji O/W.

Uformowaną emulsję poddawano gwałtownemu schłodzeniu w reaktorze, a następnie dodatkowo schładzano pod ciśnieniem atmosferycznym, stosując efektywny wymiennik ciepła (chłodnicę spiralną). Skład wytworzonych emulsji podano w tablicy 4.

Ocena właściwości wytworzonych emulsji

Z punktu widzenia zastosowań przemysłowych najważniejszą cechą emulsji stanowi jej stabilność. Najprostszą metodą sprawdzania stabilności emulsji jest obserwacja wzrokowa magazynowanej emulsji w czasie 30 dni. Badane emulsje nie wykazały żadnych zjawisk degradacji, takich jak:

- I – intensywności rozpraszania światła przez cząstki,
- II – liczby cząstek o danych średnicach,
- III – objętości, zajmowanej przez cząstki o danych średnicach.

Wyniki przeprowadzonych pomiarów rozkładu i wielkości cząstek stałych zamieszczono w tablicy 6.

Tablica 5. Dynamiczny współczynnik lepkości dla wytworzonych emulsji

	ERC-I	ERC-II	ERC-III	ERC-IV	ERC-V	ERC-VI	ERC-P-VII	ERC-P-VIII
Dynamiczny współczynnik lepkości 20°C [mPas]	10,7	27,3	15,6	21,5	13,7	12,0	18,0	16,9

śmietankowanie, sedymentacja, flokulacja i koalescencja.

Kolejnym ważnym parametrem charakteryzującym emulsje woskowe jest ich współczynnik lepkości dynamicznej. Do oznaczenia dynamicznego współczynnika lepkości wykorzystano wiskozymetr Brookfielda LV-II+Pro. Wyniki pomiarów w 20°C i 40°C przedstawiono w tablicy 5.

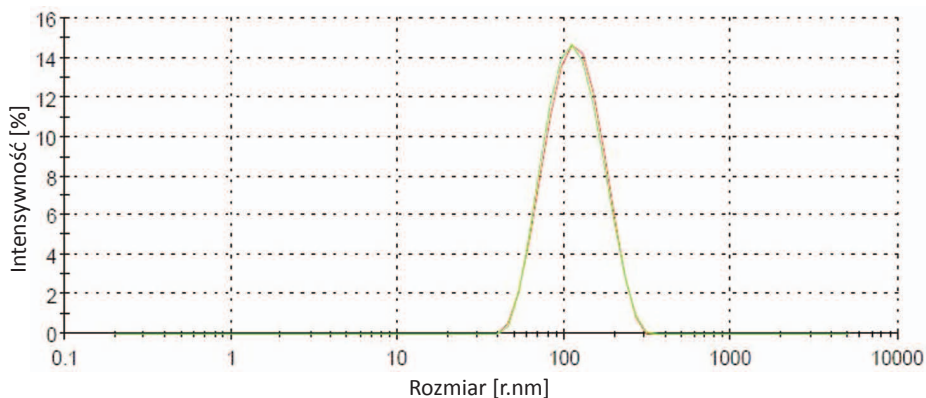
Cenną metodą, na podstawie której można ocenić skuteczność procesu emulgowania, jest metoda pomiaru wielkości i charakterystyki rozkładu cząstek stałych fazy rozproszonej emulsji. Badania te wykonano w aparacie Zetasizer Nano S, firmy Malvern Instruments. Pozwala on na pomiar średnicy cząstek zdyspergowanych w cieczy, w zakresie od 1 nm do 6 µm, metodą dynamicznego rozpraszania światła [4]. Wytworzone emulsje przebadano zgodnie z procedurą opisaną w normie PN-ISO 13321, którą wprowadzono w Zakładzie TC INiG w 2010 roku. Próbkę rozpuszczano w wodzie, stosując 100-krotne rozcieńczenie; pomiar wykonywano w temperaturze 25°C. Dla każdej z badanych emulsji oznaczono średnicę cząstek rozproszonych (średnica hydrodynamiczna), jak również rozkład wielkości cząstek w stosunku do:

Tablica 6. Wielkość i rozkład cząstek stałych

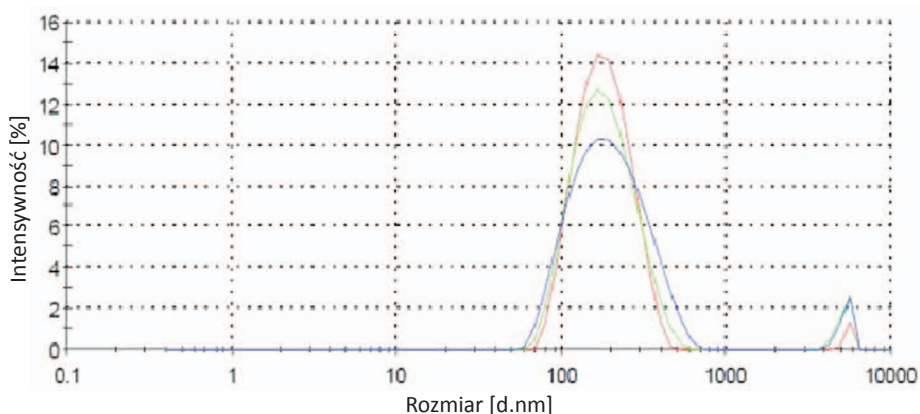
Kod próbki emulsji	Rozkład cząstek po:	Średnica hydrodynamiczna cząstki stałej [nm]	Procentowy udział głównego piksu [%]
ERC-I	intensywności	101,3	100,0
	objętości	67,3	100,0
	liczebności	43,1	100,0
ERC-II	intensywności	358,2	72,1
	objętości	366,2	54,2
	liczebności	83,6	98,3
ERC-III	intensywności	313,0	100,0
	objętości	303,4	100,0
	liczebności	334,0	100,0
ERC-IV	intensywności	202,8	97,5
	objętości	193,7	93,9
	liczebności	118,8	100,0
ERC-V	intensywności	381,2	74,8
	objętości	86,8	74,8
	liczebności	80,2	100,0
ERC-VI	intensywności	120,7	100,0
	objętości	122,1	100,0
	liczebności	78,9	100,0
ERC-P-VII	intensywności	187,5	98,5
	objętości	176,6	94,8
	liczebności	117,0	100,0
ERC-P-VIII	intensywności	125,6	93,8
	objętości	127,1	76,0
	liczebności	31,21	92,8

Rozkłady cząstek po intensywności rozpraszania światła wykazały w kilku przypadkach obecność drugiego pików, wskazującego na istnienie w emulsji cząstek o innych rozmiarach niż średni, wyznaczony przez główny pik. Cząstek tych było jednak w objętości próbki niewiele, gdyż rozkład po liczebności cząstek miał w większości przypadków postać jednego ostrego pików. Natomiast rozkłady cząstek po objętości były najbardziej zróżnicowane.

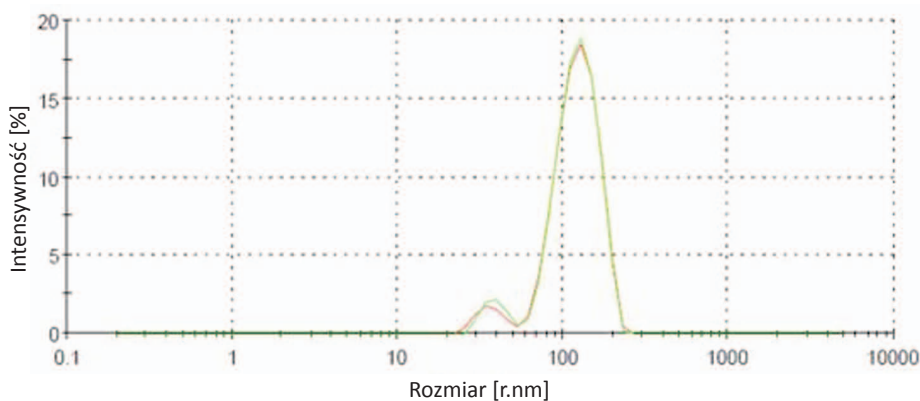
Dla przykładu przedstawiono wynik pomiarów rozkładu i wielkości cząstek po intensywności za pomocą wykresu, na rysunkach 2–5. Wykresy te porównują wyniki prób wytworzenia emulsji o tym samym składzie w różnych parametrach procesowych. Emulsja ERC-VI powstała w procesie emulgowania pośredniego, natomiast emulsje ERC-P-VII i ERC-P-VIII zostały wytworzone w procesie homogenizacji pośredniej z zastosowaniem różnych częstości obrotów mieszadła. Pomiaru wykonywane były podwójnie lub potrójnie, co obrazują różne kolory na wykresach.



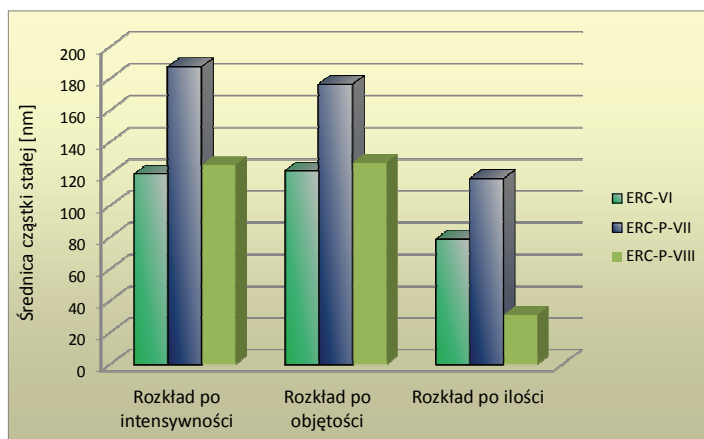
Rys. 2. Rozkład wielkości cząstek fazy rozproszonej po intensywności rozpraszania światła dla próbki ERC-VI



Rys. 3. Rozkład wielkości cząstek fazy rozproszonej po intensywności rozpraszania światła dla próbki ERC-P-VII



Rys. 4. Rozkład wielkości cząstek fazy rozproszonej po intensywności rozpraszania światła dla próbki ERC-P-VIII



Rys. 5. Porównanie wyników rozkładu cząstek głównych pików w emulsjach

Podsumowanie

Wytworzone mikroemulsje woskowe wykazały stabilność przez okres 30 dni magazynowania. Wszystkie próbki mikroemulsji charakteryzowały się niskimi współczynnikami lepkości dynamicznej, zwiększającymi się znacząco wraz ze wzrostem zawartości wosku w emulsji. Wyznaczone dla poszczególnych mikroemulsji wielkości cząstek fazy rozproszonej, w rozkładach po intensywności światła rozproszonego, mieściły się w zakresie od 101 nm do 381 nm. Badane mikroemulsje wykazały dużą jednorodność rozkładu cząstek rozproszonych; udział pików

głównego w rozkładach cząstek po intensywności mieścił się w zakresie od 72% do 100%.

Po dokonaniu porównania wielkości i rozkładów cząstek stałych w wytworzonych emulsjach widać, że wysoką efektywność emulgowania uzyskano, stosując zarówno bezpośrednią, jak i pośrednią metodę emulgowania. Dla emulsji o tej samej zawartości wosku {20% (m/m)} stwierdzono korzystny wpływ zwiększenia częstości obrotów mieszadła podczas procesu emulgowania, niezależnie od tego, czy stosowano metodę bezpośrednią, czy pośrednią.

Prosimy cytować jako: Nafta-Gaz 2014, nr 8, s. 520–527

Artykuł powstał na podstawie pracy statutowej pt. *Badania nad wytwarzaniem mikroemulsji woskowych w oparciu o wysokotopliwe woski syntetyczne* – praca INiG na zlecenie MNiSW; nr zlecenia: 0066/TO/13, nr archiwalny: DK-4100-66/13.

Literatura

- [1] Gilewicz J.: *Emulsje*. PWN. Warszawa 1957.
- [2] *GTL prospects*. Oil and Gas Journal, marzec 2005, pp. 17–26.
- [3] Materiały informacyjne BASF, www.performancechemicals.basf.com/ev-wcms-in/internet/en_GB/function/conversions:/publish/upload/EV5/products/waxes_and_wax_emulsions/
- [4] Materska M. Wojtasik M.: *Zastosowanie Transmisyjnej Mikroskopii Elektronowej oraz techniki Dynamicznego Rozpraszania Światła w badaniach koloidalnych dodatków uszlachetniających do paliw zawierających tlenki żelaza*. Nafta-Gaz 2010, nr 8, s. 733–739.
- [5] Mc Clements D. J.: *Food Emulsions: Principles, Practices and Techniques*. CRP Press. Roca Baton 2004.
- [6] *Multiceras. Wax Value for Your Industry*, www.multiceras.com/app-txtile.htm
- [7] *Handbook of Microemulsion Science and Technology* Promod Kumar (red.), K. L. Mittal, Marcel Dekker, Inc., New York 1999.
- [8] Quality Chemical Industries: *Wax Emulsions*, www.qciindia.com/wax-emulsions.html
- [9] Sasol Wax: *Paper and packaging*, www.sasolwax.com/en/Applications/Industrial+Waxes/Pape (dostęp: czerwiec 2011).
- [10] Sayers R.: *Wax, An Introduction*. European Wax Federation Gentry 1982.
- [11] *Selected Formulary Book on Petroleum, Lubricants, Fats, Polishoes, Glass, Ceramics, Nitrogenous Fertilizers, Emulsions, Leather and Insecticides*. NPCS Delhi. India 2006.
- [12] *Specyfikacja produktów: Woski polietylenowe DEUREX, Wosk Carnauba T3, Wosk Candelilla*. DTH Cieślak Sp. z o.o. Gliwice 2011.
- [13] Sumika Chemtex Co. Ltd.: *Functional Polymers Division, Emulsions Group – Application List*, www.chemtex.co.jp/english/division/emulsion/product_grade (dostęp: czerwiec 2011).
- [14] Syrek H. i in.: *Innowacyjne technologie wytwarzania mikroemulsji woskowych do specjalnych zastosowań w gospodarce*. Sprawozdanie końcowe z realizacji projektu, 2012.
- [15] Syrek H., Antosz A.: *Emulsje woskowe – innowacyjne produkty, innowacyjne technologie wytwarzania*. Nafta-Gaz 2011, nr 9, s. 674–682.
- [16] *The Compete Book on Emulsifiers with Uses, Formulae and Processes*. NPCS Delhi. India 2003.
- [17] Warth A.: *The Chemistry and Technology of Waxes*. Reinhold Publishing Corp. 1960.



Mgr inż. Artur ANTOSZ
Asystent w Zakładzie Olejów, Środków Smarowych i Asfaltów.
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy
ul. Lubicz 25A
31-503 Kraków
E-mail: artur.antosz@inig.pl



Mgr inż. Halina SYREK
Starszy specjalista badawczo-techniczny w Zakładzie Olejów, Środków Smarowych i Asfaltów.
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy
ul. Lubicz 25A
31-503 Kraków
E-mail: halina.syrek@inig.pl