

Artur Antosz, Stefan Ptak

*Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy*

## Badania nad wytwarzaniem emulsji woskowych metodą emulgowania wysokociśnieniowego oraz ultradźwiękowego

We wstępnej części artykułu przedstawiono cztery zasadnicze metody wytwarzania emulsji. W części doświadczalnej zaprezentowano wyniki badań nad sporządzaniem emulsji woskowych przy użyciu dwóch różnych technik emulgowania: wysokociśnieniowego i ultradźwiękowego z zastosowaniem jonowych i niejonowych emulgatorów. Dokonano porównania wybranych właściwości fizykochemicznych wytworzonych emulsji.

Słowa kluczowe: emulsje, emulsje woskowe.

### Research on the production of wax emulsions with high-pressure and ultrasonic emulsification

The first part of the paper presents four basic methods of producing emulsion. In the experimental part, are presented, results of the research on wax emulsion production conducted using two different emulsification techniques: high-pressure and ultrasonic with the use of ionic and non-ionic emulsifiers. A comparison was made of selected physico-chemical properties of the produced emulsion.

Key words: emulsions, wax emulsions.

### Wstęp

Dyspersje dwu lub więcej niemieszających się faz ciekłych nazywamy emulsjami, najczęściej fazami tymi są olej i woda. Emulsje należą do licznej grupy układów dyspersyjnych dość powszechnie występujących zarówno w przyrodzie, jak też wytwarzanych przez przemysł. Emulsje powstają i są wykorzystywane w wielu gałęziach nowoczesnego przemysłu. Typowe przykłady emulsji to: mleko, masło, margaryna, rozpuszczalne w wodzie lakiery oraz kremy i maści. W przemyśle farmaceutycznym i kosmetycznym, w celu zapewnienia wysokiej biodostępności oraz stabilności emulsji, wymagane jest rozdrobnienie fazy rozproszonej poniżej 1  $\mu\text{m}$  [11, 12].

Stabilność emulsji, rozumiana jako zdolność do nierozwarstwiania się na odrębne fazy w czasie stosowania i przechowywania, jest podstawową cechą decydującą o właściwościach użytkowych i handlowych tych substancji. Najważniejszymi czynnikami wpływającymi na stabilność emulsji są: wysoki stopień dyspersji oraz wąski przedział rozmiarów kropelek fazy rozproszonej. Wielkości te decydują rów-

nież o walorach organoleptycznych i przyswajalności emulsji w zastosowaniach przemysłowych. Od struktury emulsji zależą także ich właściwości reologiczne. Emulsje są termodynamicznie niestabilne ze względu na ich spontaniczną tendencję do minimalizacji międzyfazowego obszaru pomiędzy składnikami. Bardzo duże rozdrobnienie fazy rozproszonej zapobiega rozwarstwianiu emulsji i wpływa na poprawę trwałości kinetycznej układu [3, 6].

Emulsje woskowe są produktami umożliwiającymi w prosty i ekonomiczny sposób wykorzystanie doskonałych właściwości barierowych i ochronnych wosków. Łatwość aplikowania emulsji woskowych bez konieczności stosowania procesów podgrzewania i topienia powoduje, że są one coraz szerzej wykorzystywane w przemyśle i gospodarstwie domowym, głównie jako środki do:

- powlekania i zaklejania włóknistych produktów celulozowych, takich jak: papier, karton i tektura,
- impregnowania płyt wiórowych,

- impregnowania włókien, lin i tekstyliów,
- ochrony powierzchni podłóg, karoserii samochodowych oraz mebli,
- pokrywania powierzchni owoców i warzyw.

### Metody wytwarzania emulsji woskowych

Istnieją różne metody wytwarzania emulsji. W oparciu o sposób dostarczenia i wielkość nakładu energetycznego można je podzielić na wysokoenergetyczne i niskoenergetyczne. Metody wysokoenergetyczne, wymagające dostarczenia do układu energii w celu uzyskania emulsji, to:

- metody mechaniczne, realizowane z zastosowaniem mieszadła szybkoobrotowego,
- metody ultradźwiękowe,
- metody emulgowania wysokociśnieniowego.

W technikach tych zużywa się energię dostarczaną do układu w celu rozdrobnienia kropli fazy rozproszonej w obecności środka powierzchniowo czynnego, który służy do zmniejszenia napięcia międzyfazowego. Metody niskoenergetyczne wykorzystują potencjał chemiczny składników emulsji. Przykładem może być efekt ouzo oraz inwersja faz pod wpływem temperatury lub zmiany składu. Te metody emulgowania bazują na bardzo niskim napięciu międzyfazowym i są znane również jako spontaniczne emulgowanie. Technika pośrednią pomiędzy metodami wysokoenergetycznymi i niskoenergetycznymi jest emulgowanie wykorzystujące porowate membrany [6].

Ze względu na sposób prowadzenia procesy emulgowania można podzielić na ciągłe lub periodyczne. Obydwie metody charakteryzują się różną wydajnością produktu oraz wymaganymi nakładami ekonomicznymi, niezbędnymi do zapewnienia infrastruktury pomocniczej dla urządzeń pracujących w systemie ciągłym.

Najczęściej w produkcji przemysłowej stosowane są urządzenia przeznaczone do pracy ciągłej, a w laboratoriach do pracy w systemie periodycznym.

#### **Metoda mechaniczna**

Spośród wielu istniejących metod otrzymywania emulsji najprostszym sposobem jest wytrząsanie. Jest to technika stosowana jedynie w doraźnych przypadkach. Rzadko można za jej pomocą otrzymać trwałe emulsje. Pewna grupa układów emulsyjnych wykazuje nietolerancję na długotrwałe wytrząsanie i w jego efekcie ulega deemulgowaniu. Równie nieskomplikowaną z technicznego punktu widzenia metodą wytwarzania emulsji jest mieszanie. Składniki tworzące emulsje rozdrabnia się przy użyciu pojedynczego lub wielu mieszadeł o różnej konstrukcji. Jest to najpopularniejszy sposób pozwalający otrzymywać dobrej ja-

kości emulsje. Metodę tę powszechnie stosuje się w praktyce laboratoryjnej oraz w procesach przemysłowych realizowanych na małą skalę [4].

Wytwarzanie emulsji metodą mechaniczną można prowadzić w sposób ciągły lub periodyczny. W zależności od zastosowanej techniki używane są mieszadła mechaniczne o różnej geometrii i konstrukcji.

Proces emulgowania wiąże się z powstaniem odpowiednio dużej powierzchni międzyfazowej na granicy ciecz–ciecz. Energia potrzebna do realizacji tego celu w metodzie mechanicznej jest dostarczana przez wytrząsanie, mieszanie i wirowanie. Istota działania mechanicznych metod wytwarzania emulsji sprowadza się do zapewnienia takich warunków prowadzenia procesu, którym odpowiada występowanie właściwie wysokich sił ścinających [3]. Efektywna energia powodująca rozpad kropli fazy rozproszonej w homogenizatorach periodycznych oddziałuje w postaci sił bezwładności oraz sił ścinających w przepływie burzliwym. Homogenizatory mechaniczne charakteryzują się średnią wydajnością, natomiast oddziaływanie sił tworzących emulsje można zakwalifikować od średnich do wysokich – w zależności od częstości obrotów i geometrii mieszadła. Średnie średnice kropli fazy rozproszonej uzyskiwane podczas emulgowania mechanicznego wynoszą najczęściej powyżej 2  $\mu\text{m}$ .

Homogenizatory mechaniczne przeznaczone do pracy ciągłej to przede wszystkim młyny koloidalne o różnych konstrukcjach oraz mieszalniki wysokoobrotowe. Ich konstrukcja oparta jest na mieszadłach z osiowym przepływem emulgowanej mieszanki. W młynach koloidalnych podział kropli fazy rozproszonej następuje wskutek działania sił bezwładności i ścinających oraz sił stycznych. W urządzeniach tego typu uzyskuje się najczęściej rozdrobnienie fazy rozproszonej powyżej 1  $\mu\text{m}$ . Przepływowe homogenizatory do pracy ciągłej charakteryzują się dużą wydajnością [12].

#### **Homogenizatory wysokociśnieniowe**

Homogenizatory wysokociśnieniowe działają na zasadzie przetłaczania cieczy przez wąską szczelinę utworzoną przez nieruchome części. Duża prędkość przepływu, która w przekroju szczeliny może dochodzić do 200  $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ , powoduje ścinanie hydrauliczne oraz znaczny spadek ciśnienia, dzięki czemu można uzyskać wysokie rozdrobnienie fazy rozproszonej na krople o rozmiarach około 1  $\mu\text{m}$  lub mniejsze [7, 13].

Na emulsję wstępną dozowaną do homogenizatora wysokociśnieniowego działają siły ścinające w przepływie turbulentnym i laminarnym oraz kawitacji. Pod wpływem tych sił dochodzi do rozrywania krople fazy rozproszonej na mniejsze krople. Wartości działających sił są regulowane przy użyciu wielkości szczeliny w zaworze homogenizującym.

Zazwyczaj stosuje się dwustopniowe emulgowanie wysokociśnieniowe. W pierwszym stopniu dochodzi do rozdrobnienia krople emulsji wstępnej. Drugi stopień ma na celu stabilizację emulsji, polegającą na rozbiciu tworzących się po pierwszym stopniu agregatów krople fazy rozproszonej. Homogenizatory tego typu są stosowane w celu uzyskania emulsji charakteryzujących się podwyższoną stabilnością, otrzymaną dzięki wysokiemu rozdrobieniu cząstek emulsji. Przemysłowe homogenizatory ciśnieniowe pracują najczęściej w zakresach ciśnienia od 3 do 20 MPa. Istnieje liniowa zależność pomiędzy wielkością zastosowanego ciśnienia a rozmiarem uzyskanych średnic krople fazy rozproszonej emulsji. Emulgowanie w warunkach wyższego ciśnienia powoduje większe rozdrobnienie fazy zdyspergowanej [1, 12].

### **Homogenizatory ultradźwiękowe**

W tego typu homogenizatorach za procesy emulgowania, obok kawitacji, odpowiedzialne są kapilarne fale międzyfazowe. Fale te rozchodzą się na powierzchni międzyfazowej, nie przenikając w głąb ośrodka. Podczas zwiększania natężenia ultradźwięków następuje wzrost amplitudy fali kapilarnej do takiej wartości, przy której z grzbietów fali odrywają się krople cieczy – wyrzucane do fazy rozpraszającej [8, 10].

Najważniejszymi parametrami procesowymi wpływającymi na efektywność emulgowania ultradźwiękowego są: moc, czas trwania emulgowania i częstotliwość fal ultradźwiękowych. W homogenizatorach ultradźwiękowych można otrzymać emulsje o bardzo dużym stopniu rozdrobnienia fazy zdyspergowanej.

Proces wytwarzania emulsji w polu ultradźwiękowym jest bardzo złożony i zależy nie tylko od warunków fizycz-

nych działania ultradźwięków, ale również od rodzaju, właściwości fizykochemicznych oraz parametrów akustycznych niemieszających się ze sobą cieczy [1, 12].

### **Emulgowanie membranowe**

W procesie emulgowania z wykorzystaniem membran wykonanych z ceramiki lub porowatego szkła faza rozproszona przetłaczana jest przez pory membrany do drugiej cieczy stanowiącej fazę ciągłą. Faza ciągła przepływa wzdłuż wewnętrznej powierzchni membrany i porywa formując się krople u wylotów porów [1].

Podczas przetłaczania fazy rozpraszanej do ciągłej przez rurowe membrany o takiej samej średnicy porów stosuje się niskie ciśnienia, najczęściej o wartości około 200 kPa. Homogenizatory membranowe mogą pracować w systemie szeregowym lub równoległym.

Podczas emulgowania za pomocą porowatych membran krople emulsji są tworzone przez bezpośrednią dyspersję i nie zachodzi tutaj działanie sił rozrywających cząstki emulsji na mniejsze – jak w przypadku innych metod emulgowania. Dostarczona energia służy do pokonania porowatej struktury membrany i do oderwania tworzącej się kropli fazy rozpraszanej przez przepływ fazy ciągłej. Stosowane membrany mają pory odmiennej wielkości w celu uzyskania emulsji o różnym stopniu rozdrobnienia. Membrany powinny być wykonane z materiałów odpornych na pęknięcia pod wpływem ciśnienia zastosowanego podczas emulgowania. Najczęściej używane są membrany szklane lub ceramiczne. Emulsje o większym stopniu rozdrobnienia uzyskuje się za pomocą membran złożonych z wielu warstw. Bardzo istotną cechą jest również polarność. Membrany nie mogą być zwilżane przez fazę zdyspergowaną. Membrany hydrofobowe są stosowane przy otrzymywaniu emulsji typu W/O, a hydrofilowe przy uzyskiwaniu emulsji O/W. Wielkość cząstek fazy zdyspergowanej zależy od wielkości porów membrany, emulgatora i jego stężenia, typu powierzchni membrany oraz prędkości przepływu fazy ciągłej i ciśnienia transmembranowego [1, 12].

## **Opis stanowisk do emulgowania**

### **Emulgowanie wysokociśnieniowe**

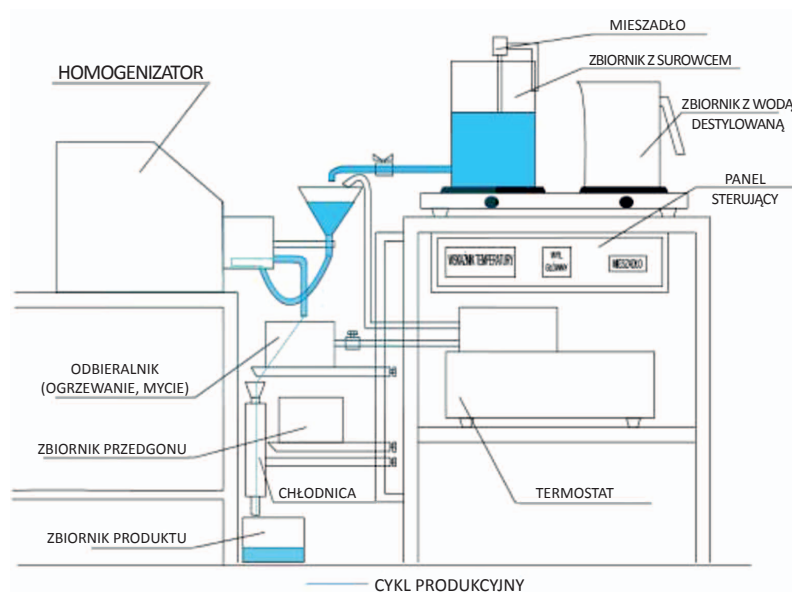
Głównym aparatem wchodzącym w skład stanowiska jest laboratoryjny homogenizator ciśnieniowy NS 1001L PANDA 1K, wyprodukowany przez włoską firmę GEA NIRO-SOAVI S.p.A. Aparat jest wyposażony w dwustopniową głowicę homogenizującą. W pierwszym stopniu emulgowania zachodzi proces rozbijania cząstek wosku do wymiarów rzędu kilku mikrometrów. W drugim stopniu następuje ujednorodnienie emulsji i zmniejszenie jej lepkości [7]. Schemat stanowiska homogenizatora wysokociśnieniowego przedstawiono na rysunku 1.

### **Emulgowanie ultradźwiękowe**

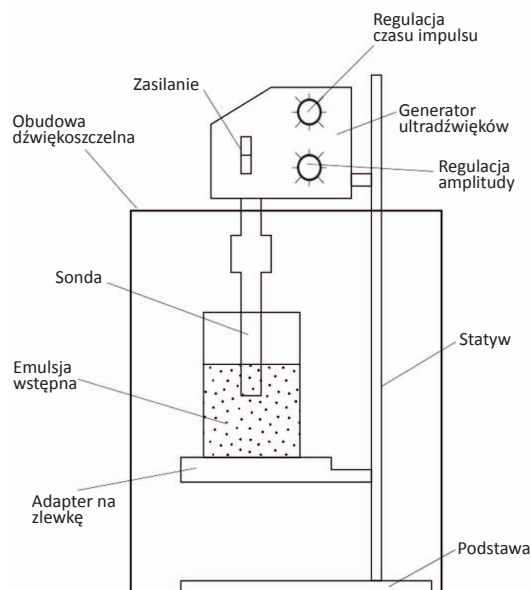
Emulgowanie ultradźwiękowe prowadzono przy użyciu urządzenia Hielscher UP400S o mocy ultradźwięków 400 W, 24 kHz. Produkowane przez firmę Hielscher urządzenia ultradźwiękowe są wykorzystywane w laboratoriach i zakładach produkcyjnych na całym świecie. Emulsję wstępną składającą się z odpowiedniej ilości stopionego wosku, wody i emulgatorów, przygotowaną w mieszalniku mechanicznym, umieszczano w naczyniu o odpowiednich rozmiarach. Przygotowanie emulsji woskowych było prowadzone

w określonych parametrach: mocy, czasu impulsu i czasu trwania testu [2]. Schemat laboratoryjnego stanowiska do

wytwarzania emulsji woskowych metodą soniczną przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 1. Schemat stanowiska do wytwarzania emulsji woskowych metodą emulgowania wysokociśnieniowego



Rys. 2. Schemat stanowiska do wytwarzania emulsji woskowych metodą emulgowania sonicznego

### Badania nad wytwarzaniem emulsji woskowych

W celu wykonania emulsji woskowych zastosowano dwa rodzaje parafin dostępnych w ofercie handlowej:

- parafinę LPT 53H, rafinowaną wodorem,
- parafinę HR 56, rafinowaną wodorem.

Właściwości stosowanych surowców woskowych przedstawiono w tabelicy 1.

Tablica 1. Charakterystyka jakościowa surowców woskowych

Nazwa wosku, producent	Temperatura krzepnięcia [°C]	Lepkość kinematyczna [mm <sup>2</sup> /s]	Zawartość oleju [% (m/m)]
Parafina, LPT 53H	53,0	3,950	0,68
Parafina, 56 HR	55,2	4,028	0,75

Na podstawie wcześniejszych badań prowadzonych w Instytucie do wytworzenia emulsji woskowych wytypowano dwa zestawy emulgatorów. Pierwszy zestaw to typowe emulgatory niejonowe, stosowane głównie w procesach wytwarzania emulsji O/W metodą emulgowania ciśnieniowego

oraz jako emulgator dodatkowy – stabilizujący emulgator anionowy.

Drugi zestaw surfaktantów zawierał emulgatory kationowe oraz dodatek emulgatora anionowego.

W trakcie badań emulsje woskowe wytwarzane były w dwóch fazach. W pierwszym etapie wykonano emulsję wstępną, tak zwany premiks, natomiast w drugim – premiks poddawano właściwemu procesowi emulgowania wysokociśnieniowego lub sonicznego.

Wytwarzanie emulsji wstępnej odbywało się metodą „woda do wosku”. Do roztopionego w mieszalniku wosku dodawano odpowiednią ilość emulgatorów niejonowych lub jonowych i podgrzewano do temperatury 85°C, nieustannie mieszając (około 300 obr/min). Osobno podgrzewano do temperatury 90°C właściwą ilość wody destylowanej, z ewentualnym dodatkiem emulgatora anionowego oraz substancje pomocnicze. Wodę dozowano stopniowo do wosku, uzyskując emulsję wstępną. Składy oraz parametry procesów emulgowania podano w tabelicy 2.

### Ocena właściwości wytworzonych emulsji

Wytworzone emulsje woskowe poddano ocenie jakościowej. Podstawowym parametrem charakteryzującym jakość emulsji jest jej stabilność. Obserwacja wzrokowa emulsji w czasie 30 dni magazynowania to kluczowa metoda spraw-

dzenia stabilności. Emulsje nie wykazywały żadnych oznak degradacji w trakcie badania stabilności.

Pomiary współczynnika lepkości dynamicznej przeprowadzono przy użyciu lepkościomierza Brookfielda LV-II+ Pro,

Tablica 2. Skład emulsji wytworzonych z zastosowaniem różnych technik emulgowania

Kod próbki	Skład emulsji			Warunki homogenizacji			Uwagi
	Wosk [% (m/m)]	Woda [% (m/m)]	Emulgatory, substancje pomocnicze [% (m/m)]				
emulgowanie ciśnieniowe				ciśnienie emulgowania [bar]		ocena organoleptyczna emulsji	
				I st.	II st.		
EC-1	parafina LPT 53H 20%	72,8	jonowe 7,2%	150	30	jednorodna, mlecznobiała	
EC-2	parafina LPT 53H 20%	72,8	jonowe 7,2%	250	30	jednorodna, mlecznobiała	
EC-3	parafina LPT 53H 20%	72,8	jonowe 7,2%	500	30	jednorodna, mlecznobiała	
EC-4	parafina LPT 53H 20%	72,8	jonowe 7,2%	750	30	jednorodna, mlecznobiała	
EC-5	parafina LPT 53H 35%	61,0	niejonowe 4%	200	40	jednorodna, mlecznobiała	
emulgowanie ultradźwiękowe				czas impulsu [%]	moc [%]	czas pracy [s]	ocena organoleptyczna emulsji
EU-1	parafina LPT 53H 30%	59,8	jonowe 10,2%	100	100	900	
EU-2	parafina LPT 53H 20%	72,8	jonowe 7,2%	100	100	900	
EU-3	parafina LPT 53H 35%	61,0	niejonowe 4%	100	100	900	
EU-4	parafina 56 HR 30%	62,0	niejonowe 8%	60	90	900	
EU-5	parafina 56 HR 30%	62,0	niejonowe 8%	80	100	900	
EU-6	parafina 56 HR 30%	62,0	niejonowe 8%	100	100	900	

w temperaturach 20 i 40°C, stosując prędkości obrotowe wrzeczona rzędu 50 obr/min. Badane emulsje woskowe wykazywały zróżnicowane współczynniki lepkości dynamicznej w zależności od procentowego udziału stosowanego komponentu woskowego. Wraz ze wzrostem temperatury pomiaru malała lepkość dynamiczna emulsji. Porównując emulsje EC-1, EC-2, EC-3, EC-4 z emulsją EU-2 oraz EC-5 z EU-3, można stwierdzić, że emulsje o tym samym składzie, wytwarzane metodą emulgowania wysokociśnieniowego, charakteryzują się niższymi współczynnikami lepkości dynamicznej niż emulsje wytworzone metodą emulgowania sonicznego.

Na podstawie otrzymanych wyników współczynnika lepkości dynamicznej próbek emulsji, wytworzonych w homogenizatorze ultradźwiękowym, można stwierdzić wyższą wartość współczynnika lepkości dynamicznej dla próbki EU-1 uzyskanej przy użyciu emulgatorów kationowych od emulsji

wytworzonych za pomocą emulgatorów niejonowych o bardzo podobnym udziale składnika woskowego (emulsje EU-4, EU-5, EU-6). Wyniki oznaczeń współczynnika lepkości dynamicznej przedstawiono w tablicy 3.

Wartościową metodą, na podstawie której można ocenić skuteczność emulgowania, jest metoda pomiaru wielkości i charakterystyki rozkładu cząstek zdyspergowanych w emulsji. Pomiar wielkości cząstek rozproszonych metodą dynamicznego rozpraszania światła (DSL) prowadzono zgodnie z procedurą opisaną w normie PN-ISO 13321, zwanej również spektroskopią korelacyjną fotonów (PCS). Badania wykonano na aparacie Zetasizer Nano S firmy Malvern Instruments. Aparat pozwala na pomiar średnicy zdyspergowanych cząstek w zakresie od 1 nm do 6 μm [5].

Z przeprowadzonej analizy DLS rozkładu cząstek fazy rozproszonej w emulsjach woskowych wynika, że wielkości

Tablica 3. Właściwości fizykochemiczne wytworzonych emulsji

Kod emulsji	Lepkość dynamiczna [mPa · s] (temp., nr wrzeczona, obroty)	Średnica cząstki [nm]			Rozkład ilościowy wielkości cząstek	Ocena stabilności podczas magazynowania
		po intensywności	po objętości	po liczebności		
EC-1	69,1 (20°C, S-61, 50 rpm) 69,3 (40°C, S-61, 50 rpm)	279	291	239	dwa piki	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EC-2	65,3 (20°C, S-61, 50 rpm) 57,7 (40°C, S-61, 50 rpm)	233	235	149	jeden ostry pik	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EC-3	79,4 (20°C, S-61, 50 rpm) 67,7 (40°C, S-61, 50 rpm)	203	195	124	jeden ostry pik	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EC-4	74,9 (20°C, S-61, 50 rpm) 69,6 (40°C, S-61, 50 rpm)	184	175	121	jeden ostry pik	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EC-5	83,6 (20°C, S-61, 50 rpm) 43,1 (40°C, S-61, 50 rpm)	244	354	152	dwa piki	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EU-1	3416 (20°C, S-64, 50 rpm) 1752 (40°C, S-64, 50 rpm)	441	596	264	jeden ostry pik	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EU-2	108,2 (20°C, S-61, 50 rpm) 65,5 (40°C, S-61, 50 rpm)	231	231	142	jeden ostry pik	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EU-3	103,2 (20°C, S-62, 50 rpm) 96,2 (40°C, S-61, 50 rpm)	162	171	130	jeden pik stosunkowo ostry	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EU-4	194,4 (20°C, S-62, 50 rpm) 153,0 (40°C, S-62, 50 rpm)	415	537	254	dwa piki	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EU-5	233,4 (20°C, S-62, 50 rpm) 233,1 (40°C, S-62, 50 rpm)	353	389	266	dwa piki	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania
EU-6	208,2 (20°C, S-62, 50 rpm) 150,0 (40°C, S-62, 50 rpm)	322	342	253	dwa piki	stabilna, bez oznak śmietankowania i żelowania

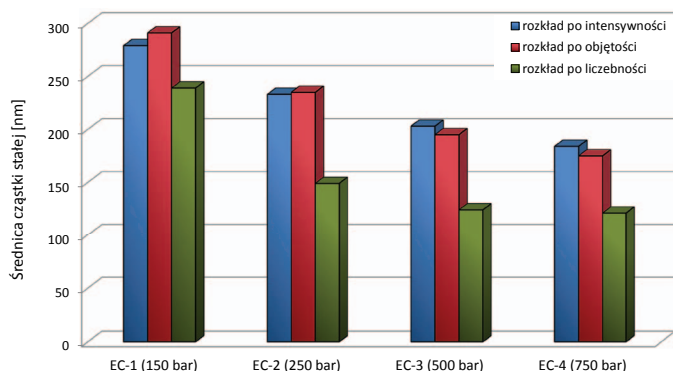
cząstek fazy rozproszonej po intensywności (średnice dynamiczne cząstek) mieściły się w zakresie od 163 do 446 nm. Emulsje woskowe wykonane metodą wysokociśnieniową charakteryzowały się małym zakresem wielkości cząstek: od 181 do 281, natomiast emulsje wytworzone w homogenizatorze ultradźwiękowym posiadały o wiele większy zakres: od 163 do 446 nm. W większości wykresów rozkładu cząstek fazy rozproszonej, przy odpowiednich wartościach średnicy cząstek zaznaczonych na osi odciętych, występuje jeden pik. Pojawienie się drugiego piku, o większym zakresie średnic cząstek, świadczy o niejednorodnym rozdrobnieniu fazy rozpraszanej. Zjawisko to występuje ze względu na obecność tzw. martwych przestrzeni w trakcie procesu emulgowania. Efekt ten jest szczególnie widoczny dla roz-

kładu objętościowego cząstek fazy rozproszonej, ponieważ niewielki procent cząstek o większej średnicy zajmuje stosunkowo dużą objętość.

Analizując wielkość cząstek w emulsjach o takim samym składzie, wytworzonych w różnych parametrach procesu emulgowania, można stwierdzić, że:

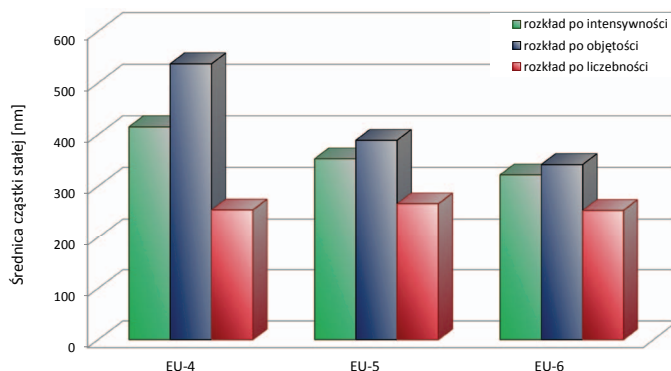
- w trakcie emulgowania wysokociśnieniowego średnice cząstek fazy rozproszonej maleją wraz ze wzrostem zastosowanego ciśnienia podczas procesu. Próbkę od EC-1 do EC-4 posiadają coraz większe rozproszenie cząstek stałych. Porównanie przedstawiono na rysunku 3;
- w próbkach wytworzonych podczas emulgowania ultradźwiękowego również zaobserwowano zależność rozmiaru cząstek emulsji od czasu trwania impulsu –

intensywniejsza sonifikacja w trakcie procesu skutkuje mniejszymi rozmiarami cząstek, emulsje EU-4, EU-5, EU-6 (rysunek 4);



Rys. 3. Wpływ ciśnienia zastosowanego w procesie homogenizacji na wielkość cząstek fazy rozproszonej

wysoki współczynnik lepkości dynamicznej danej emulsji wpływa niekorzystnie na rozdrobnienie fazy rozproszonej w procesie emulgowania ultradźwiękowego.



Rys. 4. Wpływ czasu trwania impulsu w procesie emulgowania ultradźwiękowego na wielkość cząstek fazy rozproszonej

### Podsumowanie

Wytworzone emulsje woskowe zachowały stabilność przez okres 30 dni magazynowania.

Badane emulsje woskowe wykazywały zróżnicowane współczynniki lepkości dynamicznej w zależności od procentowego udziału stosowanego komponentu woskowego. Wraz z podwyższeniem temperatury pomiaru malała lepkość dynamiczna emulsji. Porównując wytworzone emulsje, można stwierdzić, że emulsje o tym samym składzie, wytwarzane metodą emulgowania wysokociśnieniowego charakteryzują się niższymi współczynnikami lepkości dynamicznej niż emulsje wytworzone metodą emulgowania przy użyciu ultradźwięków. W przypadku zastosowania emulgatorów jonowych uzyskano większą wartość współczynnika lepkości

dynamicznej od emulsji wytworzonych przy użyciu emulgatorów niejonowych o bardzo podobnym udziale składnika woskowego.

Po dokonaniu porównania wielkości i rozkładów cząstek stałych w wytworzonych emulsjach można zaobserwować, że wysoką efektywność emulgowania uzyskano, stosując zarówno metodę wysokociśnieniową, jak i ultradźwiękową. Dla emulsji o podobnej zawartości składnika parafinowego stwierdzono korzystny wpływ podnoszenia ciśnienia emulgowania na rozdrobnienie fazy zdyspergowanej. W przypadku emulgowania przy użyciu ultradźwięków podobny efekt osiągnięto dzięki wydłużeniu czasu trwania impulsu podczas procesu.

Prosimy cytować jako: Nafta-Gaz 2017, nr 3, s. 200–207, DOI: 10.18668/NG.2017.03.08

Artykuł nadesłano do Redakcji 30.11.2016 r. Zatwierdzono do druku 20.01.2017 r.

Artykuł opracowano na podstawie pracy statutowej pt.: *Badania nad procesem wytwarzania emulsji woskowych z zastosowaniem jonowych i niejonowych emulgatorów* – praca INiG – PIB na zlecenie MNiSW; nr zlecenia: 0043/TO/16, nr archiwalny: DK-4100-43/16.

### Literatura

- [1] Dłużewska E., Maszewska M.: *Emulgowanie w przemyśle spożywczym*. Przemysł Spożywczy 2012, tom 66, nr 5, s. 18–22.
- [2] Gaikwad S.G., Pandit A.B.: *Ultrasound emulsification: effect of ultrasonic and physicochemical properties on dispersed phase volume and droplet size*. Ultrason Sonochem 2008, vol. 15, s. 554–563.
- [3] Gryszko J.: *Charakterystyka hydrodynamiczna pętlicowego reaktora z mieszaniem ciecz – ciecz oraz opracowanie metody wytwarzania w nim mikrocząstek stałych*. Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej 2008.
- [4] Jafari S.M., Assadpour E., He Y., Bhandari B.: *Re-coalescence of emulsion droplets during highenergy emulsification*. Food Hydrocolloids 2008, vol. 22, nr 7, s. 1191–1202.
- [5] 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.
- [6] Nazarzadeh E., Anthonypillai T., Sajjadi S.: *On the growth mechanisms of nanoemulsions*. Journal of Colloid and Interface Science 2013, vol. 397, s. 154–162.
- [7] Popko A.: *Zagadnienia ustalania parametrów eksploatacyjnych wysokociśnieniowych zaworów emulgujących*. Zagadnienia Eksploatacji Maszyn 2007, nr 4, s. 15–166.
- [8] Repelewicz U., Tal-Figiel B.: *Dispersed Phase Droplet Size In Ultrasonic Filed and under Mechanical Mixing*. Inżynieria Chemiczna i Procesowa 2007, nr 28, s. 385–398.

- [9] Syrek H., Antosz A., Pirowski A.: *Badania laboratoryjne nad wytwarzaniem mikroemulsji woskowych metodą wysokociśnieniowej homogenizacji*. Nafta-Gaz 2010, nr 8, s. 724–732.
- [10] Tal-Figiel B.: *Warunki niestabilności powierzchni międzyfazowej ciecz–ciecz w polu ultradźwiękowym*. Inżynieria Chemiczna i Procesowa 1986, nr 4, s. 637–652.
- [11] Trzaska E.: *Emulsje asfaltowe*. Nafta-Gaz 2016, nr 3, s. 207–212.
- [12] Urban K., Wagner G., Schaffner D., Röglin D., Ulrich J.: *High-Pressure Homogenization as Process for Emulsion Formation*. Chemical Engineering & Technology 2004, vol. 27, s. 361–368.
- [13] Weeis J.: *Emulsion Processing – Homogenization*. Emulsion Workshop, Amherst 13–14.11.2008; [http://people.umass.edu/mcclemen/FoodEmulsions2008/Presentations\(PDF\)/\(5\)Emulsion\\_Formation.pdf](http://people.umass.edu/mcclemen/FoodEmulsions2008/Presentations(PDF)/(5)Emulsion_Formation.pdf) (dostęp: 8.06.2016).



Mgr inż. Artur ANTOSZ  
Starszy specjalista badawczo-techniczny w Zakładzie Olejów, Środków Smarowych i Asfaltów.  
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy  
ul. Lubicz 25 A  
31-503 Kraków  
E-mail: [artur.antosz@inig.pl](mailto:artur.antosz@inig.pl)



Mgr inż. Stefan PTAK  
Główny specjalista inżynieryjno-techniczny; kierownik Zakładu Olejów, Środków Smarowych i Asfaltów  
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy  
ul. Lubicz 25 A, 31-503 Kraków  
E-mail: [stefan.ptak@inig.pl](mailto:stefan.ptak@inig.pl)

## OFERTA

## ZAKŁAD OLEJÓW, ŚRODKÓW SMAROWYCH I ASFALTÓW

## Zakres działania:

- opracowanie i modyfikacja technologii wytwarzania:
  - » olejów podstawowych (bazowych),
  - » środków smarowych: olejów przemysłowych i smarów plastycznych,
  - » wosków naftowych, (parafin i mikrowosków), wosków i kompozycji specjalnych oraz emulsji woskowych,
  - » dodatków stosowanych podczas wydobycia i transportu ropy naftowej i gazu ziemnego: inhibitorów korozji, inhibitorów parafin, inhibitorów hydratów, inhibitorów hydratów i korozji, deemulgatorów oraz inhibitorów oporów przepływu ropy naftowej,
  - » asfaltów drogowych i przemysłowych,
  - » olejów technologicznych do obróbki metali: emulgujących i nieemulgujących,
  - » niskokrzepnących płynów do chłodnic samochodowych i spryskiwaczy samochodowych;
- specjalistyczne badania oraz ocena właściwości fizykochemicznych i użytkowych:
  - » środków smarowych, smarów plastycznych i olejów przemysłowych, silnikowych,
  - » wosków naftowych, wosków specjalnych oraz kompozycji i emulsji woskowych,
  - » asfaltów drogowych przemysłowych oraz emulsji asfaltowych, roztworów i mas asfaltowych oraz innych specyfików asfaltowych;
- opracowywanie zagadnień związanych z gospodarką olejami odpadowymi i odpadami rafineryjnymi;
- sporządzanie ekobalansów procesów technologicznych metodą Oceny Cyklu Życia (LCA);
- prowadzenie sekretariatu Podkomitetu ds. Asfaltów KT 222.



**Kierownik:** mgr inż. Stefan Ptak  
**Adres:** ul. Łukasiewicza 1, 31-429 Kraków  
**Telefon:** 12 617 75 74  
**Faks:** 12 617 74 30, 12 617 75 22  
**E-mail:** [stefan.ptak@inig.pl](mailto:stefan.ptak@inig.pl)

