

УДК 66.063; 66.081.6
PACS 82.70.Kj

Эмульгирование жидкостей с применением плоских металлических мембран для получения монодисперсных эмульсий

А. Н. Кондрашов, М. М. Гончаров, О.О. Фатталов*, С. А. Жданов

Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, Пермь, ул. Букирева, 15
*email: fattalov@mail.ru

В статье приводятся результаты экспериментального исследования процесса мембранной эмульсификации. В качестве пары рабочих жидкостей дисперсная среда-дисперсная фаза выбраны вода и силиконовое масло соответственно. Исследуется влияние скорости срывного потока, а также расхода дисперсной фазы на размер и однородность производимых частиц. Показано, что усиление интенсивности потока приводит к увеличению размеров частиц, но практически не оказывает влияния на степень их однородности. С другой стороны, увеличение расхода масла обуславливает за собой увеличение как среднего значения, так и среднеквадратичного отклонения размеров капель. Таким образом, в ходе работы была определена область значений управляющих параметров, внутри которой увеличение производительности слабо сказывается на качестве эмульсии.

Ключевые слова: мембраны, эмульгирование, монодисперсность, эмульсия

Поступила в редакцию 01.09.2018; принята к опубликованию 13.09.2018

Membrane emulsification for the monodisperse emulsions production

A. N. Kondrashov, M. M. Goncharov, O.O. Fattalov*, S.A. Zhdanov

Perm State University, Bukireva St. 15, 614990, Perm
*email: fattalov@mail.ru

The article presents the results of the membrane emulsification process study. Water and silicone oil are selected as the pair of working fluids. The influence of the external flow velocity, as well as the dispersed phase volume flow rate on the size and uniformity of produced particles was studied. It was shown that the increase in the external flow intensity leads to an increase in the particle size, but has practically no effect on the degree of dispersion. On the other hand, an increase in oil consumption entails an increase in both the mean value and the standard deviation of droplet sizes. Thus, the optimal range of the parameters values was determined, within which the increase in productivity has a little effect on the emulsion quality.

Keywords: membranes, emulsification, monodispersion, emulsion

Received 01.09.2018; accepted 13.09.2018

doi: 10.17072/1994-3598-2018-3-73-78

1. Введение

Объемы эмульсий, применяемых в повседневной жизни человека, ежегодно растут. Как следствие, увеличивается количество их производителей и сфер применения. Гели, пасты и кремы нашли применение как в бытовых нуждах человека, так и в высокотехнологичных производствах, включая и инновационные исследовательские лаборатории. Например, монодисперсные эмульсии используются в качестве подвижной фазы в хроматографических колоннах [1]. Часто эмульсии выступают в роли не конечного самостоятельного продукта, а являются лишь продуктом промежуточной стадии для дальнейшего изготовления твердых частиц. В частности, полимеризацией исходной эмульсии производят ионообменные смолы, имеющие широкое применение в химической промышленности [2]. Такие частицы используются в качестве адсорбентов и применяются для очистки сточных вод, а также извлечения радионуклидов из отработанных продуктов атомных электростанций [3].

Существует несколько основных методов получения эмульсий. При конденсационном методе эмульгирования эмульсии образуются из микроскопических капель, постепенно укрупняющихся в результате охлаждения на твердой подложке испаряющейся жидкости. Диспергационный метод эмульгирования подразумевает дробление жидкой фазы за счет механического воздействия [4]. Устройства, позволяющие получать эмульсии таким методом, – различные диспергаторы и гомогенизаторы. Еще один распространенный механический метод получения эмульсий – ультразвуковой. При его применении под действием УЗ поля происходит разрыв жидкой фазы за счет ультразвуковой кавитации [5, 6].

Настоящая работа посвящена исследованию способов оптимизации технологии мембранного эмульгирования [7, 8]. Процесс мембранного эмульгирования заключается в продавливании нерастворимой фазы, например силиконового масла, в объем дисперсионной среды (воды) через поры микропористой мембраны. На выходе из пор масло образует капли. Если при этом вдоль поверхности мембраны будет с высокой скоростью двигаться жидкость, то капли начнут отрываться. Главное преимущество такого метода – регулируемый размер получающейся капли. Этот способ привлекает возможностью при малом расходе энергии и материалов получать высокооднородные эмульсии и легко управлять концентрацией дисперсной фазы.

В данной работе описаны результаты экспериментального исследования размеров получаемых капель, а также дается оценка степени однородности эмульсии в зависимости от скорости натекающего срывного потока и величины расхода дисперсной фазы.

2. Методика эксперимента

Основные управляющие параметры при мембранном эмульгировании – это поверхностные свойства мембраны (гидрофильность или гидрофобность), размеры и геометрия пор, скорость срыва капель потоком натекающей жидкости, а также давление масляной фазы под мембраной, влияющее на пропускную способность пор.

В ходе реализации эксперимента проводилась оценка влияния расхода масла и интенсивности потока срывающей жидкости на средний размер и величину дисперсии масляных капель. Расход силового масла варьировался в диапазоне значений $Q \in [0.5; 35.0]$ мл/ч, скорость срывающего потока жидкости была представлена в виде безразмерного параметра и выражена через безразмерный параметр Рейнольдса в диапазоне значений

$$Re = \frac{\omega R^2}{\nu} \in [5 \cdot 10^3; 4 \cdot 10^4],$$

где ν – вязкость, R – радиус кюветы, ω – частота вращения.

Для выполнения эксперимента была изготовлена установка, схематично представленная на рис. 1.

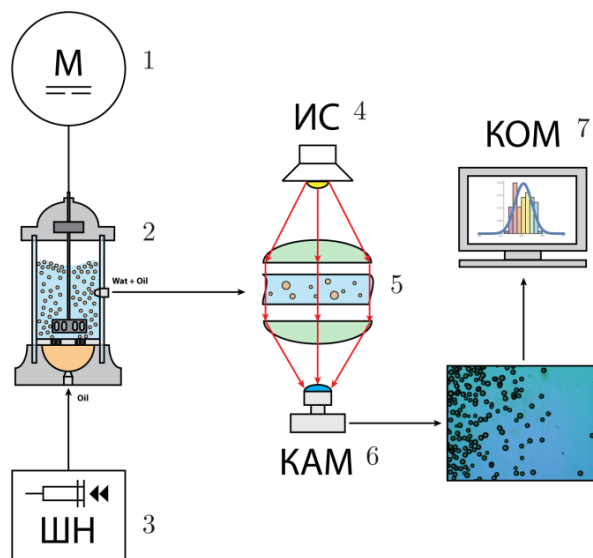


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 – двигатель, 2 – дисперсионная ячейка, 3 – шприцевой насос, 4 – источник света, 5 – оптическая система, 6 – камера, 7 – компьютер

Рабочая установка состоит из электродвигателя (на рис. 1 обозначен цифрой 1) необходимого для перемешивания дисперсионной среды в дисперсионной ячейке (на рис. 1 обозначен цифрой 2). Рабочая ячейка имеет два отверстия: входное для подачи масла шприцевым насосом (на рис. 1 обозначен цифрой 3) и выходное для отбора пробы получаемой эмульсии. Оптическая система, предназначенная для оценки степени однородности

эмульсии, состоит из источника света, пары линз и цифровой камеры (на рис. 1 соответственно обозначены цифрами 3, 4 и 5). Полученные микрофотографии анализируются с помощью компьютера (на рис. 1 обозначен цифрой 7).

Процесс создания эмульсии «вода-масло» происходил в дисперсионной ячейке, схема которой приведена на рис. 2.

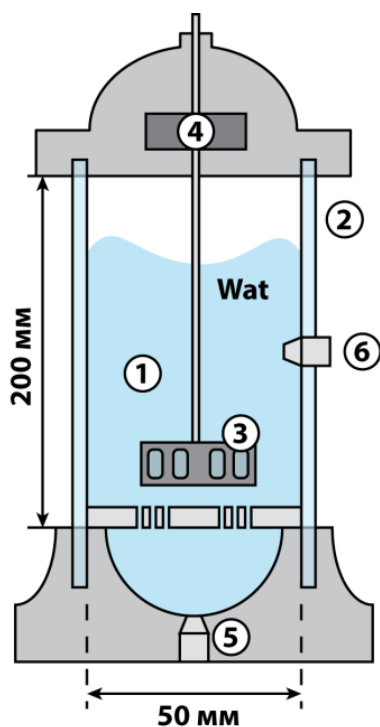


Рис. 2. Дисперсионная ячейка: 1 – рабочая полость, 2 – стеклянные стенки, 3 – мешалка, 4 – подшипник, 5 – входное отверстие для масла, 6 – выпускное отверстие для эмульсии

Герметичная рабочая полость (рис. 2 обозначена цифрой 1) заполняется рабочей жидкостью. Стеклянные стенки (рис. 2 обозначены цифрой 2) позволяют визуально наблюдать за процессом получения эмульсификации. Мешалка (рис. 2 обозначена цифрой 3) приводит в движение дисперсионную среду, а подшипник (на рис. 2 обозначен цифрой 4) центрирует лопасти мешалки. Через входное отверстие (рис. 2 обозначено цифрой 5) в рабочий объем полости подается масло. Выходное отверстие (на рис. 2 обозначено цифрой 6) предназначается для отбора проб, проходящих анализ на степень однородности.

Схематическое изображение рабочей мембраны, а также фотография, полученная при помощи оптической микроскопии, приведены на рис. 3, а и 3, б соответственно. Металлическая мембрана была изготовлена из никеля, а затем покрыта стеклом. Диаметр пропускных пор $d = 0.2 \cdot 10^{-4}$ м. Особая геометрия мембраны выбрана не случайным образом. При равномерном вращении мешалки по-

ступательная скорость движения жидкости линейно растет с удалением от центра. Поэтому с целью минимизации различий скоростей срывного потока вблизи мембраны микропоры (рис. 3, а) на ее поверхности располагаются в форме кольца, внешний и внутренний радиусы которого заключены в промежутке $r \in [1.8; 2.7] \cdot 10^{-3}$ м.

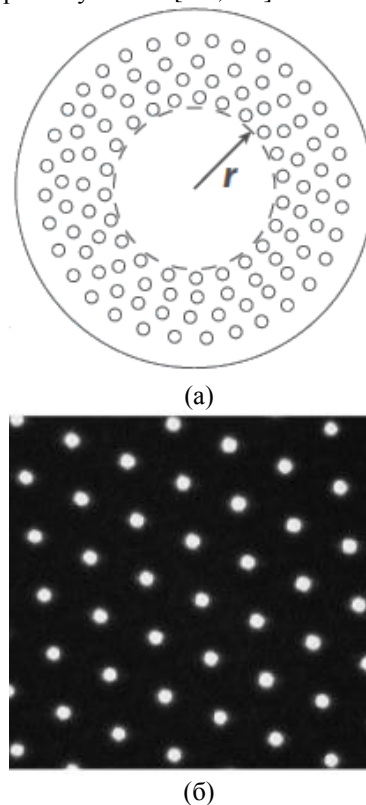


Рис. 3. Рабочая мембрана: а – схематическое изображение; б – фотография мембраны под микроскопом. Внутренний радиус $r = 1.8 \cdot 10^{-3}$ м

Выбор рабочего диапазона объясняется следующим образом: исходя из проведенных оценок в пределах такого кольца рабочие скорости не будут отличаться более чем на 36%. В свою очередь, сужение ширины оказывается нецелесообразным ввиду следующего за ним существенного уменьшения производительности. Таким образом, выбранный диапазон радиусов служит неким компромиссом между однородностью срывного потока и производительностью мембраны.

Объектом исследования была выбрана стандартная модель эмульсии «вода-масло», а в качестве эмульгируемых жидкостей применялись силиконовое масло ПМС-500 и дистиллированная вода. Для стабилизации эмульсии применяли ПАВ *Tween 20 ITW Reagents 162312.1611* производства компании «PanReac AppliChem» с объемной концентрацией $c = 20$ кг/м³.

Несомненно, наличие и концентрация ПАВ влияют на силу межфазного взаимодействия и способны оказать существенное влияние на качество получаемого продукта. Тем не менее цель текущей работы – изучение влияния интенсивности

срывного течения и расхода дисперсной фазы на распределение размеров капель получаемой эмульсии. Поэтому в рамках поставленной задачи концентрация ПАВ рассматривается в качестве постоянного параметра и в каждой реализации эксперимента остается неизменным. Механические свойства используемых в эксперименте жидкостей приведены в таблице.

Свойства жидкостей при нормальном атмосферном давлении $p = 10^5$ Па и при комнатной температуре $t = 23^0$ С

Жидкость	Плотность, кг/м ³	Вязкость, м ² /с
Дистиллированная Вода	1000	10^{-6}
Силиконовое масло ПМС 500	980	$5 \cdot 10^{-4}$

Полученные с помощью оптической системы микрофотографии отобранных проб анализировались методами машинного зрения. Анализ распределения частиц по размерам позволяет судить о степени однородности приготовленной эмульсии. В типичном эксперименте для последующего анализа отбираются порядка $n = 10^2$ фотографий одной пробы так, чтобы исследуемая выборка составляла около $N = 10^4$ объектов (капель). Вид полученного распределения близок к нормальному, что позволяет использовать среднее значение и среднеквадратичное отклонение в качестве количественных оценок характерных размеров и однородности эмульсии.

3. Эксперимент и результаты

В первой серии экспериментов проводилось исследование зависимости размеров получаемых капель не только от скорости срыва, но и степень монодисперсности капель (через среднеквадратичное отклонение) от скорости срывающего потока. Для сопоставления результатов, полученных в различных гидродинамических условиях, на приведенных рисунках интенсивность течения характеризуется безразмерным параметром Рейнольдса.

Так, на рис. 4 показана зависимость среднего диаметра капли d от числа Рейнольдса, а на рис. 5 – соответствующая зависимость коэффициента вариации CV от числа Рейнольдса.

Исходя из полученных результатов известно, что с ростом скорости срывающего потока размер капель уменьшается (рис. 4). В то же время минимальный разброс по размерам наблюдается при наибольшем значении числа Рейнольдса (рис. 5), что справедливо и для диаметра получаемых капель.

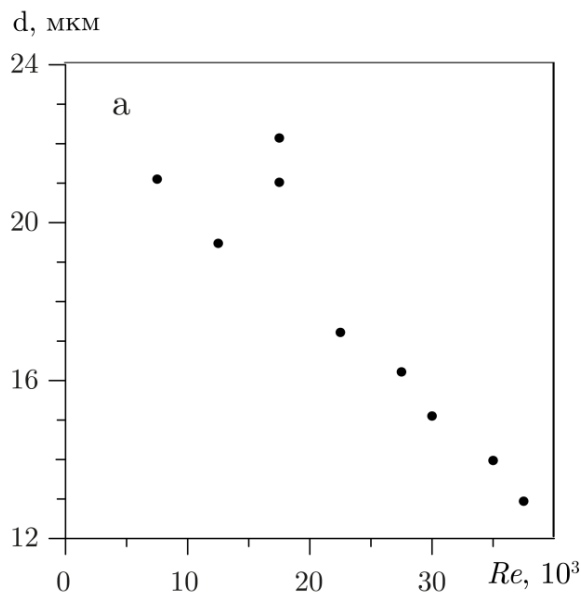


Рис. 4 Зависимость диаметров получаемых капель от скорости срыва

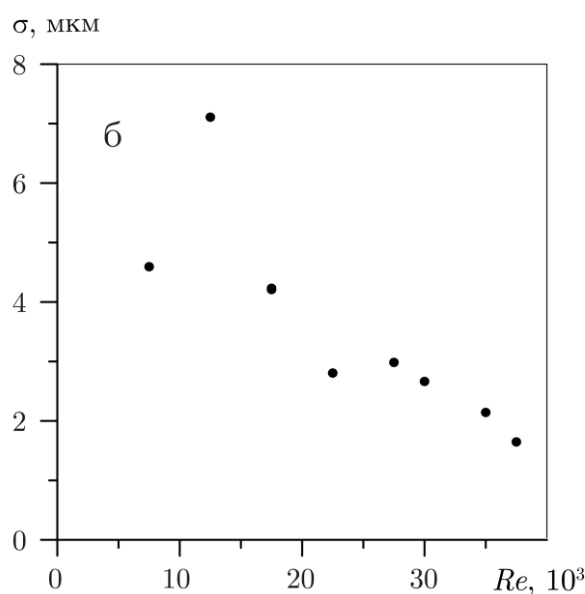


Рис. 5 Зависимость среднеквадратичного отклонения от скорости срыва

В свою очередь, увеличение расхода дисперсной фазы приводит к укрупнению капель (рис. 6) и одновременно увеличению дисперсии (рис. 7). Полученная зависимость диаметра капель меняет свой характер при расходе $Q = 18$ мл/ч, что обусловлено изменением режима работы мембраны. Зависимость от расхода в диапазоне от 0 мл/ч до 18 мл/ч носит степенной характер. При расходе более чем 18 мл/ч зависимость между размером капель и расходом близка к линейному закону.

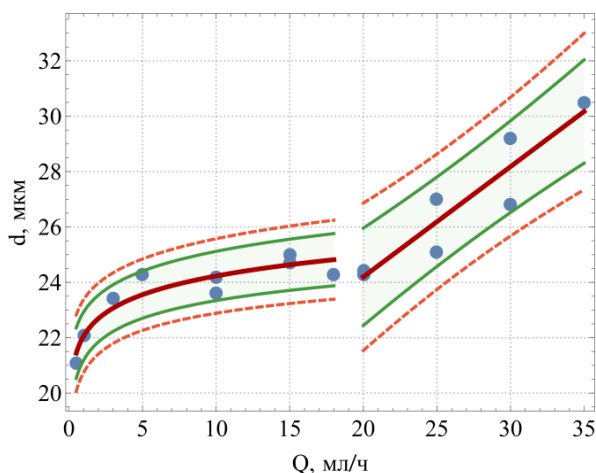


Рис. 6 Зависимость диаметров получаемых капель от расхода

Таким образом, существует значительная корреляция (0.87 – диаметр от расхода; 0.91 – диаметр от Рейнольдса) между размером капель, скоростью потока и расходом дисперсной фазы. Причем наиболее весомой оказывается роль расхода – при его увеличении возрастает скорость генерации продукта, но одновременно значительно увеличивается разброс капель по размерам. Лучшие показатели однородности достигаются при малых скоростях подачи масла и высоких скоростях срывающего потока. Поэтому наиболее однородными получались относительно маленькие капли диаметром $d=1.3 \pm 0.1 \text{ м}^{-5}$.

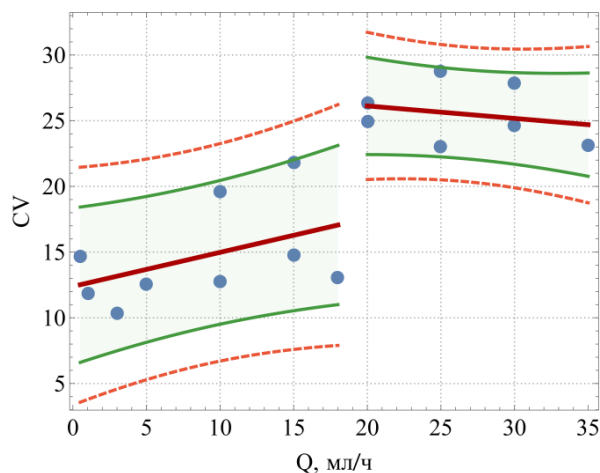


Рис. 7 Зависимость среднеквадратичного отклонения от расхода

4. Заключение

Исследован процесс мембранной эмульсификации на примере плоской металлической мембраны из никеля, покрытого стеклом. Показано, что с ростом скорости срыва диаметр капель уменьшается, а с ростом расхода дисперсной фазы – увеличивается.

На основании полученных результатов можно сделать вывод о наличии связи между размером

частиц, скоростью их производства и степенью неоднородности готового продукта.

Так, исходя из проведенных экспериментов, наиболее однородными (имеющими наименьший разброс по размерам) являются эмульсии, приготовленные в условиях медленной подачи масла при одновременно высокой скорости срывающего потока, причем маленькие капли ($d = 1.30 \pm 0.1 \text{ м}^{-5}$) оказываются практически вдвое более однородными ($CV = 8\%$), нежели более крупные ($d = 2.3 \pm 0.4 \text{ м}^{-5}$, $CV = 17\%$).

Список литературы

1. Басова Е. М., Иванов В. М. Современное состояние высокоэффективной жидкостной хроматографии полициклических ароматических углеводородов // Вестник Московского университета. Серия 2: Химия. 2011. Т. 52. №. 3. С. 163–174.
2. Абрамов А. Технология переработки и обогащения руд цветных металлов. Т. 3. Кн. 1. М.: Litres, 2017.
3. Шилина А. С., Милинчук В. К. Сорбционная очистка природных и промышленных вод от катионов тяжелых металлов и радионуклидов новым типом высокотемпературного алюмосиликатного адсорбента // Сорбционные и хроматографические процессы. 2010. Т. 10. №. 2. С. 237–245.
4. Сафонова Е. А., Лымарь Е. С. Исследование влияния различных типов мешалок на процесс эмульгирования // Пищевые инновации и биотехнологии. 2017. С. 171–172.
5. Лузгин В. И., Шестовских А. Е., Петров А. Ю., Коптяков А. С. Ультразвуковые резонансные излучатели для технологий получения нанодисперсных эмульсий и суспензий // Актуальные проблемы энергосберегающих электротехнологий АПЭЭТ-2014. Екатеринбург, 2014. С. 72–77.
6. Голых Р. Н. Повышение эффективности ультразвукового кавитационного воздействия на химико-технологические процессы в гетерогенных системах с несущей высоковязкой или неньютоновской жидкой фазой: дис. к.т.н. Бийск, 2014.
7. Свитцов А. А., Смирнов А. А., Седышева С. А., Орлов Н. С. Мембранное эмульгирование в системе жидкость-жидкость // Мембраны. 2010. №. 1. С. 15–21.
8. Седышева С. А. Разработка технологии эмульгирования жидкостей с применением керамических мембран: автореф. дис. к.т.н. М., 2011.

References

1. Vasova E.M., Ivanov V.M. Modern state of high-performance liquid chromatography of polycyclic

- aromatic hydrocarbons. *Bulletin of Moscow University. Series 2: Chemistry*, 2011, vol. 52, no. 3, pp. 163–174 (In Russian).
2. Abramov A. *Technology of processing and enrichment of ores of non-ferrous metals*, vol. 3. Book 1. Moscow: Litres, 2017 (In Russian).
 3. Shilina A. S., Milinchuk V. K. Sorption purification of natural and industrial waters from cations of heavy metals and radionuclides by a new type of high-temperature aluminosilicate adsorbent. *Sorption and chromatographic processes*. 2010, vol. 10, no. 2, pp. 237–245.
 4. Safonova E. A., Lymar E. S. Study of the effect of different types of stirrers on the process of emulsification. *Food innovations and biotechnologies*, 2017, pp. 171–172 (In Russian).
 5. Luzgin V. I. et al. Ultrasound resonant emitters for the production of nanodispersed emulsions and suspensions. *Proc. of Current problems of energy-saving electrotechnologies. APEET-2014*, Ekaterinburg, 2014, pp. 72–77 (In Russian).
 6. Golikh R. N. *Increase of efficiency of ultra-sonic cavitation effect on chemical-technological processes in heterogeneous systems with a bearing high-viscosity or non-Newtonian liquid phase*. PhD Thesis. Biysk, 2014 (In Russian).
 7. Svitcov A. A., Smirnov A. A., Sedysheva S. A., Orlov N. S. Membrane emulsification in a liquid-liquid system. *Membranes*, 2010, no. 1, pp. 15–21 (In Russian)
 8. Sedysheva S. A. *Development of technology for emulsifying liquids with the use of ceramic membranes*. Abstr. of PhD Thesis, Moscow, 2011. (In Russian)

Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Кондрашов А. Н., Гончаров М. М., Фатталов О. О., Жданов С. А. Эмульгирование жидкостей с применением плоских металлических мембран для получения монодисперсных эмульсий // Вестник Пермского университета. Физика. 2018. № 3 (41). С. 73–78. doi: 10.17072/1994-3598-2018-3-73-78

Please cite this article in English as:

Kondrashov A. N., Goncharov M. M., Fattalov O. O., Zhdanov S. A. Membrane emulsification for the monodisperse emulsions production. *Bulletin of Perm University. Physics*, 2018, no. 3 (41), pp. 73–78. doi: 10.17072/1994-3598-2018-3-73-78