

**Arthur Beitler**

# **Emulgieren mit mikroporösen Strukturen am Stoffsystem Öl/Wasser**

**Eine experimentelle Untersuchung  
von Emulgierparametern**



**Diplomica Verlag**

Arthur Beitler

**Emulgieren mit mikroporösen Strukturen am Stoffsystem Öl / Wasser:  
Eine experimentelle Untersuchung von Emulgierparametern**

ISBN: 978-3-8428-2238-2

Herstellung: Diplomica® Verlag GmbH, Hamburg, 2015

---

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Die dadurch begründeten Rechte, insbesondere die der Übersetzung, des Nachdrucks, des Vortrags, der Entnahme von Abbildungen und Tabellen, der Funksendung, der Mikroverfilmung oder der Vervielfältigung auf anderen Wegen und der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, bleiben, auch bei nur auszugsweiser Verwertung, vorbehalten. Eine Vervielfältigung dieses Werkes oder von Teilen dieses Werkes ist auch im Einzelfall nur in den Grenzen der gesetzlichen Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes der Bundesrepublik Deutschland in der jeweils geltenden Fassung zulässig. Sie ist grundsätzlich vergütungspflichtig. Zuwiderhandlungen unterliegen den Strafbestimmungen des Urheberrechtes.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Die Informationen in diesem Werk wurden mit Sorgfalt erarbeitet. Dennoch können Fehler nicht vollständig ausgeschlossen werden und der Verlag, die Autoren oder Übersetzer übernehmen keine juristische Verantwortung oder irgendeine Haftung für evtl. verbliebene fehlerhafte Angaben und deren Folgen.

© Diplomica Verlag GmbH

<http://www.diplomica-verlag.de>, Hamburg 2015

# Danksagung

Meine besondere Danksagung gilt an Prof. Dr.-Ing. habil. Udo Fritsching und Prof. Dr.-Ing. habil. Lutz Mädler, die meine Untersuchungen begutachtet haben.

Für die hilfreiche und freundliche Unterstützung während meiner Ausarbeitung danke ich insbesondere Dipl.-Ing. Nils Hornig und Dipl.-Wi.-Ing. Benjamin Glasse, sowie den Mitarbeitern des IWT: Stiftung Institut für Werkstofftechnik in Bremen.

Bei dem Fachbereich Produktionstechnik an der Universität Bremen bedanke ich mich für die Bereitstellung der für diese Untersuchungen erforderlichen Geräte und Labore.

Arthur Beitler



# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Intermolekulare Wechselwirkungskräfte in einem Öltropfen und eine gedachte resultierende Kraft $F_R$ mit Wirkung zum Tropfeninneren.....	15
Abbildung 2: Sichtbarer Unterschied zwischen einer Öl-in-Wasser-Emulsion und Öl-und-Wasser-Mischung.....	16
Abbildung 3: Schematische Darstellung der Vorgänge in einer instabilen Öl-in-Wasser-Emulsion .....	17
Abbildung 4: Schematischer Aufbau eines Emulgatormoleküls mit hydrophilem und lipophilem Molekülteil .....	19
Abbildung 5: Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Emulgatorkonzentration mit CMC-Punkt und schematischer Darstellung der Emulgator-Aktivitäten ....	20
Abbildung 6: Schematische Darstellung von Mizellen und der Stabilisierung eines Tropfens in einer O/W- und W/O-Emulsion mittels Emulgatormolekülen.....	22
Abbildung 7: Unterschiedliche Mizellenstrukturen.....	23
Abbildung 8: Drei Tropfen mit unterschiedlichen Randwinkeln $\theta$ zwischen Flüssigkeitstropfen und Feststoff.....	24
Abbildung 9: Schematische Übersicht der vier grundsätzlichen mechanischen Emulgiervverfahren .....	25
Abbildung 10: Schematische Darstellung eines Rotor-Stator-Systems.....	26
Abbildung 11: Schematische Darstellung des Emulgierens an einem Mikrokanalmodul.....	27
Abbildung 12: Schematische Darstellung des Premix-Membranemulgierens .....	28
Abbildung 13: Schematische Darstellung der Tropfenbildung und Tropfenablösung beim Membranemulgieren am Beispiel einer O/W-Emulsion mit wasserlöslichen Emulgatoren .....	31
Abbildung 14: Wirkende Kräfte an einem aus einer Pore austretenden Einzeltropfen .....	32
Abbildung 15: Einfluss der Benetzungseigenschaft einer Membran am Beispiel einer O/W-Emulsion.....	33
Abbildung 16: Schematische Darstellung einer parabolischen Geschwindigkeitsverteilung $u(r)$ für eine laminare Strömung eines Newtonschen Fluids in einem Rohr mit dem Radius $r_{\text{Rohr}}$ .....	34
Abbildung 17: Schematische Darstellung der Prozessgrößen beim Membranemulgieren in einem Strömungskanal.....	36

Abbildung 18: Schematische Darstellung eines Messvorgangs der Oberflächenspannung eines Fluids mit der Wilhemy-Plattenmethode.....	37
Abbildung 19: Schematische Darstellung der benetzten Platte im Querschnitt dargestellt .....	37
Abbildung 20: Schematische Darstellung des Aufbaus einer PIV-Messung .....	38
Abbildung 21: Schematische Darstellung des Prinzips der Laserbeugung an einer Partikelfraktion .....	40
Abbildung 22: Rohrleitungs- und Instrumentenfließschema der Versuchsanlage .....	41
Abbildung 23: Explosionsdarstellung des Plexiglas-Kanals mit Tiegel und Dichtungen.....	42
Abbildung 24: Maße des Plexiglas-Kanals in mm .....	42
Abbildung 25: Ermittelte Volumenströme $\dot{V}$ bei unterschiedlicher Förderleistung $P_{FL}$ .....	46
Abbildung 26: Schematische Darstellung des Messbereiches in dem Plexiglas-Kanal während der PIV-Messung .....	48
Abbildung 27: Übersicht der jeweiligen Geschwindigkeitsfunktion $u(h)$ zu einer Förderleistung $P_{FL}$ .....	49
Abbildung 28: Gemessene Oberflächenspannungen der Wasserproben des Reinigungsprozesses .....	51
Abbildung 29: Tropfengrößenverteilung einer Wasserprobe, einer nicht geschüttelten Rohemulsion und zwei geschüttelte Rohemulsionen .....	53
Abbildung 30: Kurzzeitstabilität einer mittels Tween 20 stabilisierten Emulsion während eines Zeitraumes von $t = 4$ Wochen.....	55
Abbildung 31: Membran in Membranhalter aus Edelstahl eingespannt .....	56
Abbildung 32: Membran in Membranhalter aus Glas eingeklebt .....	56
Abbildung 33: Vergleich der Tropfenbildung und -ablösung anhand jeweils dreier Fotoaufnahmen der Emulgierzonen A und B .....	60
Abbildung 34: Schematische Darstellung des Verhältnisses aus Membranhalterdurchmesser $d_H$ und Membrandurchmesser $d_M$ in Emulgierzone A und B .....	62
Abbildung 35: Grafischer Vergleich der Modalwerte und der Sauterdurchmesser der durch die Förderpumpe mechanisch dispergierten Emulsionen bei veränderter Förderleistung von $P_{FL} = 10 \dots 100\%$ .....	64
Abbildung 36: Grafischer Vergleich der Modalwerte und der Sauterdurchmesser der durch die Förderpumpe mechanisch dispergierten Emulsionen bei veränderter Dispergierzeit von $t = 2,5 \dots 40$ min.....	65

Abbildung 37: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 2, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 80%, φ = 0,60%.....	67
Abbildung 38: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 80%, φ = 0,30%.....	68
Abbildung 39: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 2, p = 3 bar, P <sub>FL</sub> = 20 ... 100%; φ = 0,60% .....	71
Abbildung 40: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 2, P. 3 und p. 4, p = 7 bar, P <sub>FL</sub> = 80%; φ <sub>P.2</sub> = 0,60%; φ <sub>P.3</sub> = 0,30%; φ <sub>P.4</sub> = 0,15%.....	72
Abbildung 41: Abhängigkeit des Modalwertes einer Tropfengrößenverteilung von dem eingesetzten Dispersphasenflux .....	73
Abbildung 42: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 7 bar, P <sub>FL</sub> = 80%, 3 g Tween 20, 3 g Tween 65 und 0,7 g Tween 80, φ = 0,30% .....	75
Abbildung 43: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 0,2 ... 1,0 bar, P <sub>FL</sub> = 30%, P <sub>FL</sub> = 30% Premix .....	78
Abbildung 44: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 30%, P <sub>FL</sub> = 30% Premix .....	79
Abbildung 45: Abhängigkeit des Modalwertes einer Tropfengrößenverteilung einer O/W-Emulsion von dem Emulgierdruck; P. 3, p = 0,2 ... 1,0 ... 7,0 bar, P <sub>FL</sub> = 30%, P <sub>FL</sub> = 30% Premix .....	80
Abbildung 46: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 4, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 40%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	81
Abbildung 47: Abhängigkeit des Sauterdurchmessers einer Tropfengrößenverteilung einer O/W-Emulsion von dem Emulgierdruck; P. 4, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 40%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	83
Abbildung 48: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 0,5 bar, P <sub>FL</sub> = 10 ... 50%, P <sub>FL</sub> = 30% Premix .....	84
Abbildung 49: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 3 bar, P <sub>FL</sub> = 30 ... 100%, P <sub>FL</sub> = 30% Premix .....	85
Abbildung 50: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 4, p = 1 bar, P <sub>FL</sub> = 20 ... 60%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	87
Abbildung 51: Abhängigkeit des Modalwertes einer Tropfengrößenverteilung einer O/W-Emulsion von der Förderleistung; P. 4, p = 1 bar, P <sub>FL</sub> = 20 ... 60%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	88
Abbildung 52: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 4, p = 7 bar, P <sub>FL</sub> = 20 ... 100%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	89

Abbildung 53: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 3, $p = 1 \dots 7$ bar, $P_{FL} = 60\%$ , $P_{FL} = 50\%$ Premix .....	90
Abbildung 54: Tropfengrößenverteilungen der O/W-Emulsionen; P. 4, $p = 1 \dots 7$ bar, $P_{FL} = 60\%$ , $P_{FL} = 50\%$ Premix .....	91
Abbildung 55: Vergleich des Sauterdurchmessers $d_{3,2}$ und der Breite $b_N$ einer Tropfengrößenverteilung der an einer P. 3 und P. 4 Membran mittels des Premix-Membranemulgierens erzeugten Emulsionen; $p = 1 \dots 7$ bar, $P_{FL} = 60\%$ , $P_{FL} = 50\%$ Premix .....	93



# Tabellen- und Anhangverzeichnis

Tabelle 1: Klassische Einteilung von dispersen Systemen nach W. O. Ostwald .....	13
Tabelle 2: Übersicht der drei unterschiedlichen Membranen .....	43
Tabelle 3: Übersicht der drei unterschiedlichen Emulgatortypen .....	44
Tabelle 4: Übersicht des jeweiligen Volumenstromes $\dot{V}$ und der jeweiligen mittleren Strömungsgeschwindigkeit $u_m$ zugeordnet zu einer Förderleistung $P_{FL}$ und Reynolds-Zahl $Re$ .....	47
Tabelle 5: Kennwerte der Tropfengrößenverteilung einer Wasserprobe, einer nicht geschüttelten Rohemulsion und zwei geschüttelte Rohemulsionen .....	53
Tabelle 6: Übersicht der Parameter der Versuchsdurchführungen mittels direkten Membranemulgierens .....	58
Tabelle 7: Übersicht der Parameter der Versuchsdurchführungen mittels Premix- Membranemulgierens .....	59
Tabelle 8: Vergleich der Membranhalter der Emulgierzonen A und B .....	62
Tabelle 9: Kennwerte der durch die Förderpumpe mechanisch dispergierten Emulsionen bei veränderter Förderleistung von $P_{FL} = 10 \dots 100\%$ .....	63
Tabelle 10: Kennwerte der durch die Förderpumpe mechanisch dispergierten Emulsionen bei veränderter Dispergierzeit von $t = 2,5 \dots 40 \text{ min}$ .....	65
Tabelle 11: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 2, $p = 1 \dots 7 \text{ bar}$ , $P_{FL} = 80\%$ , $\varphi = 0,60\%$ ....	68
Tabelle 12: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 3, $p = 1 \dots 7 \text{ bar}$ , $P_{FL} = 80\%$ ; $\varphi = 0,30\%$ ....	69
Tabelle 13: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 2, $p = 3 \text{ bar}$ , $P_{FL} = 20 \dots 100\%$ , $\varphi = 0,60\%$ .....	71
Tabelle 14: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 2, P. 3 und p. 4, $p = 7 \text{ bar}$ , $P_{FL} = 80\%$ ; $\varphi_{P.2} = 0,60\%$ ; $\varphi_{P.3} = 0,30\%$ ; $\varphi_{P.4} = 0,15\%$ .....	73
Tabelle 15: Vergleich zwischen dem 3,5-fachen des mittleren Porendurchmessers einer Membran und dem Sauterdurchmesser der Tropfengrößenverteilung einer erzeugten Emulsion .....	74
Tabelle 16: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 3, $p = 7 \text{ bar}$ , $P_{FL} = 80\%$ , 3 g Tween 20, 3 g Tween 65 und 0,7 g Tween 80, $\varphi = 0,30\%$ .....	76
Tabelle 17: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 3, $p = 0,2 \dots 1,0 \dots 7,0 \text{ bar}$ , $P_{FL} = 30\%$ , $P_{FL} = 30\%$ Premix .....	80

Tabelle 18: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 4, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 40%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	82
Tabelle 19: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 4, p = 1 bar, P <sub>FL</sub> = 20 ... 60%, P <sub>FL</sub> = 40% Premix .....	87
Tabelle 20: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 3, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 60%, P <sub>FL</sub> = 50% Premix .....	91
Tabelle 21: Kennwerte der O/W-Emulsionen; P. 4, p = 1 ... 7 bar, P <sub>FL</sub> = 60%, P <sub>FL</sub> = 50% Premix .....	92
A 1: Porenverteilungen der P. 2, P. 3 und P. 4 Membran.....	101
A 2: Wertetabelle der Kalibrierung der Förderpumpe.....	102
A 3: Wertetabelle der Oberflächenspannungen aller Proben und dem jeweiligen Mittelwert.....	102
A 4: Vergleich der Tropfengrößenverteilungen der durch die Förderpumpe dispergierten Emulsionen bei veränderten Förderleistungen von P <sub>FL</sub> = 10 ... 100%; φ = 1% .....	103
A 5: Vergleich der Tropfengrößenverteilungen der durch die Förderpumpe dispergierten Emulsionen bei veränderten Dispergierzeiten von t = 2,5 min ... 40 min; φ = 1% .....	103

# Notation und Abkürzungen

## Notation:

Lateinische Kleinbuchstaben			Lateinische Großbuchstaben		
b	[m]	Breite	A	[m <sup>2</sup> ]	Fläche
c		Konzentration	F	[N]	Kraft
d	[m]	Durchmesser/Tropfengröße	I	[Wm <sup>-2</sup> ]	Intensität
f	[m]	Brennweite	J	[ms <sup>-1</sup> ]	Flux
h	[m]	Höhe	K		Porenstruktur-Beiwert
k		Anpassungsparameter	R <sub>m</sub>	[Pasm <sup>-3</sup> ]	hydraulischer Widerstand
l	[m]	Länge	R <sup>2</sup>		Bestimmtheitsmaß
p	[Pa]	Druck	U	[m]	Umfang
r	[m]	Radius	V	[m <sup>3</sup> ]	Volumen
t	[s]	Zeit	$\dot{V}$	[m <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> ]	Volumenstrom
u	[ms <sup>-1</sup> ]	Geschwindigkeit	W	[J]	Energie/Arbeit

  

Griechische Kleinbuchstaben			Griechische Großbuchstaben		
$\gamma$	[Nm <sup>-1</sup> ]	Oberflächen-/Grenzflächenspannung	$\Theta$	[°]	Streuwinkel
$\varepsilon$		Porosität			
$\eta$	[kgm <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> ]	dynamische Viskosität			
$\theta$	[°]	Randwinkel			
$\lambda$	[m]	Wellenlänge			
$\mu$	[m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	kinematische Viskosität			
$\rho$	[kgm <sup>-3</sup> ]	Dichte			
$\varphi$		Dispersphasenanteil			

## Abkürzungen:

BSM	Beugungsspektrometrie
CMC	kritische Mizellenbildungskonzentration
HLB	hydrophilic-lyphophilic-balance
O/W	Öl in Wasser
P.	Porositätsklasse
PIV	Particle Image Velocimetry
W/O	Wasser in Öl