# Untersuchungen zum Einfluss des Strömungsverhaltens auf das Tropfenaufbruchverhalten bei der Hochdruckhomogenisation mittels µPIV

# On the influence of flow conditions on droplet breakup during high pressure homogenization

# Katharina Kelemen, Heike P. Schuchmann

Institut für Bio- und Lebensmitteltechnik, Bereich I: Lebensmittelverfahrenstechnik, Karlsruher Institut für Technologie, Kaiserstr. 12 76131 Karlsruhe

Hochdruckhomogenisation, Tropfenaufbruch,  $\mu$ PIV, Visualisierung High pressure homogenization, droplet breakup,  $\mu$ PIV, visualization

# Zusammenfassung

Die Hochdruckhomogenisation ist ein Verfahren zur Herstellung von Emulsionen im submikronen Bereich für Lebensmittel-, Pharma- und Kosmetikanwendungen. Hierbei wird eine Rohemulsion typischerweise auf einen Druck von einigen 100 bar verdichtet und durch eine Zerkleinerungseinheit, im einfachsten Fall eine Lochblende mit Öffnungen im Bereich von wenigen 100 µm, entspannt. Die im Strömungsfeld entstehenden Spannungen vor, in und hinter der Blende deformieren die Tropfen und brechen sie schließlich auf.

Aufgrund des hochkomplexen Strömungsfeldes im Nachlauf der Blende, hohen Prozessdrücken und Strömungsgeschwindigkeiten, sowie limitierter Zugänglichkeit ist eine Inlinemesstechnik bis heute eine große Herausforderung. Der Tropfenaufbruch bei der Hochdruckhomogenisation findet aufgrund von mehreren überlagerten Mechanismen statt und ist bis heute nicht im Detail beschrieben.

Mithilfe speziell angefertigter optisch zugänglicher Blenden und µPIV wird die vorliegende Strömung hinter der Blende bei Re-Zahlen von 285 bis 1280 untersucht. In unterschiedlichen Abständen hinter der Blende wird zunächst eine einphasige Strömung (kontinuierliche Phase einer Emulsion) charakterisiert, um die zerkleinerungsrelevanten Spannungen in der Strömung zu quantifizieren. Hierbei werden die Möglichkeiten und Limitierungen der Messtechnik diskutiert.

Anschließend werden Einzeltropfen während der Passage durch die Blende visualisiert. Deformation und Aufbruch der Tropfen werden bei den charakterisierten Strömungen im Rahmen der Möglichkeiten des µPIV dargestellt und in Bezug auf bekannte Tropfenaufbruchmechanismen diskutiert.

# Einleitung

Zur Herstellung und Zerkleinerung von Emulsionen hat die Hochdruckhomogenisation eine lange Tradition. Bereits 1899 wurde von (Gaulin, 1899) ein Apparat zur Homogenisation von Milch patentiert. Die Milch wird dabei durch eine Zerkleinerungseinheit mit einem engen Querschnitt mittels einer Pumpe gefördert, wodurch sich ein Druck von einigen 100 bar aufbaut. Durch die spontane Druckabsenkung hinter der Verengung und die Strömungsführung entstehen Instabilitäten und Spannungen, die zur Deformation und zum Aufbruch der Fett-

tropfen in der Milch auf eine Größe von 1-3 µm bei deren Passage führen. Das Prinzip des Verfahrens ist in Abb. 1 dargestellt und hat sich im Wesentlichen seit der ersten Patentierung nicht verändert. Heute wird die Hochdruckhomogenisation für die Herstellung von Emulsionen mit Tropfengrößen im Bereich von einigen µm bis wenigen 100 nm eingesetzt und findet in der chemischen, kosmetischen, pharmazeutischen und Lebensmittel-Industrie Anwendung.



Abb. 1: Prinzip der Hochdruckhomogenisation

In den letzten Jahrzehnten wurde viele unterschiedlich strukturierte Zerkleinerungseinheiten entwickelt, deren Hauptmerkmal jedoch eine rapide Querschnittverengung bleibt (Köhler und Schuchmann, 2012). Die einfachste Form einer Homogenisiereinheit stellt eine Lochblende dar, mit der ähnliche Tropfengrößen im submikronen Bereich erreicht werden können, wie mit komplexeren Geometrien (Stang et al., 2001). Die Mechanismen, die während der Homogenisation zum Aufbruch der Tropfen führen, sind jedoch bis heute im Detail nicht vollständig verstanden, da die Strömungsverhältnisse, die den Tropfenaufbruch maßgeblich beeinflussen, auf lokaler Ebene bisher noch nicht charakterisiert werde konnten.

Rund um die Blende treten unterschiedliche Strömungsformen auf: im Einlauf dominieren aufgrund der Beschleunigung laminare Dehnströmungen, die in den Randgebieten durch Scherströmungen überlagert sein können. Aufgrund der Störung durch die Blende kommt es im Nachlauf zu Instabilitäten und Wirbelbildung bis zum Umschlag in eine turbulente Strömung. Nach der Theorie von (Kolmogorov, 1958) wird Turbulenz als Energiekaskade beschrieben, wobei große energiegeladene Wirbel in immer kleinere zerfallen und die Energie letztlich in Wärme dissipiert. Zusätzlich kann in der Strömung Kavitation auftreten, wenn aufgrund von lokalen Druckschwankungen der Dampfdruck unterschritten wird. Das Entstehen und Kollabieren von Dampfblasen kann zu lokal auftretenden Flüssigkeitsstrahlen und Mikroturbulenzen führen (Bechtel et al., 1999).

Durch die unterschiedlichen Strömungsformen werden Spannungen übertragen, die am Tropfen angreifen und diesen deformieren und zerkleinern, wenn eine kritische, den Tropfen erhaltende viskose Kraft und Grenzflächenkräfte überschritten werden (Walstra, 1983).

In laminaren Dehn- und Scherströmungen werden Tropfen zu Filamenten gedehnt und zerfallen aufgrund von Endabschnürungen und den so genannten auftretenden Rayleigh-Instabilitäten (Stone, 1994). In turbulenter Strömung werden abhängig von der Wirbelgröße zwei Fälle unterschieden: ist der Wirbel deutlich größer als der Tropfen, wird dieser wie in laminarer Strömung geschert (turbulent viskoses Regime), hat der Wirbel dieselbe Größe wie der Tropfen oder kleiner, treten Geschwindigkeitsgradienten an der Tropfenoberfläche auf, die zu Druckdifferenzen und somit Deformation führen können (Trägheitsregime) (nach (Kolmogorov, 1958) und (Hinze, 1955)). In kavitierenden Strömungen werden stark beschleunigten Flüssigkeitsstrahlen (Bechtel et al., 1999), sowie Eigenschwingungen der Tropfen aufgrund der Druckimpulse (Kurzhals, 1977) für den Tropfenaufbruch verantwortlich gemacht.

Bei der Hochdruckhomogenisation hingegen treten komplexe lokal sehr unterschiedliche Strömungsverhältnisse auf. Es folgt daraus, dass der Tropfenaufbruch während der Hochdruckhomogenisation nicht durch einen einzelnen Zerkleinerungsmechanismus beschrieben werden kann. Während der Homogenisation laufen mehrere Teilschritte gleichzeitig ab, so dass die endgültige Tropfengröße das Resultat der Zerkleinerung sowie anschließender Stabilisierung und eventuell auftretender Koaleszenz ist. Die Messung einer im Anschluss genommenen Probe kann daher kaum Aufschluss über den Tropfenaufbruch alleine geben. Um diesen näher aufzuklären, müssen die zerkleinerungswirksamen Spannungen und die Tropfen während der Homogenisation inline gemessen werden. Hierbei werden an die Messtechnik aufgrund der geringen Abmaße der Zerkleinerungseinheit von wenigen 100 µm, hohen Geschwindigkeiten von bis zu mehreren 100 m s<sup>-1</sup> und hohen Prozessdrücken von mehreren 100 bar hohe Anforderungen gestellt.

Ein Großteil der Forschung beschäftigt sich daher mit der Visualisierung des Tropfenaufbruches in skalierten Modellen von Hochdruckhomogenisatoren. (Kolb et al., 2001) und (Budde et al., 2002) untersuchten Tropfen mit einigen mm Durchmesser in einer ca. 50fach vergrößerten Emulgiereinheit. Beide Arbeitsgruppen stellten fest, dass die Tropfen erst nach der Blende im turbulenten Umschlaggebiet aufbrachen. (Galinat et al., 2005; Galinat et al., 2007) untersuchten den Tropfenaufbruch von Millimetergroßen Tropfen in turbulenten Strömungen, wobei gezielt das viskose und das Trägheitsregime betrachtet wurden.

(Innings et al., 2011) visualisierten Tropfenaufbruch in einem Flachventil und versuchten dabei die geometrische und physikalische Ähnlichkeit beizubehalten. Auch sie stellten Tropfenaufbruch im turbulenten Regime bei hohen Wirbelstärken im Nachlauf der Verengung fest. Diese Beobachtungen konnten durch dieselben Autoren anhand weniger Einzeltropfenbeobachtungen im originalen Maßstab bestätigen (Innings und Tragardh, 2005).

Die Untersuchung des Tropfenaufbruchs in skalierten Systemen ist jedoch nur dann mit dem Originalmaßstab vergleichbar, wenn alle das Problem beschreibenden Kennzahlen konstant gehalten werden. Meist ist dies nur unter gewissen Voraussetzungen möglich, wenn beispielsweise Kavitation und der Einfluss grenzflächenaktiver Substanzen ausgeschlossen werden kann. In einem realen System ist das meist nicht gegeben, daher besteht die Notwendigkeit Tropfenaufbruchmechanismen im originalen Maßstab zu untersuchen.

Im Beitrag wird die Strömung hinter einer speziell angefertigten optisch zugänglichen Blende mit einer Querschnittsverengung von 2 mm auf 0,2 mm mittels mPIV gemessen und zerkleinerungsrelevante Spannungen identifiziert. Anschließend werden eingefärbte Öltropfen bei der Passage durch die Blende visualisiert. Die dabei beobachteten Tropfendeformationsund -aufbruchphänomenen werden mit den identifizierten lokal vorliegenden Spannungen aus der Strömungscharakterisierung korreliert. Damit sollen Tropfendeformation und aufbruch bei unterschiedlichen Strömungsbedingungen während der Passage durch die Blende beschrieben werden.

# Material und Methoden

#### Material:

Als kontinuierliche Phase wurde demineralisiertes Wasser mit 10 Gew% Polyethylenglykol (PEG) der Firma Roth verwendet. Diese Lösung hatte bei 25 °C eine Viskosität von 12 mPa·s und wies bis zu einer Scherrate von  $5 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$  Newtonsches Fließverhalten auf. Als Seedingpartikel kamen 1,1 µm große Polystryrol-Partikel "Fluospheres Nile Red" der Firma Invitrogen mit einer Konzentration von 0,0025 Gew% zum Einsatz.

Zur Visualisierung von Öltropfen wurden die kontinuierliche Phase ohne Seedingpartikel mit 0,2 Gew% des Emulgators Tween<sup>®</sup>20 verwendet. Die disperse Phase bestand aus einem mittelkettigen Triglycerid (Miglyol<sup>®</sup>812 der Firma Schumann und Sohn) mit einer Viskosität von 30 mPa·s bei 25 °C. Nach Angaben des Herstellers ist das Öl Newtonsch. Als fluoreszierender öllöslicher Farbstoff kam Nilrot der Firma Sigma zum Einsatz. Von diesem wurden 120 ppm mindestens vier Stunden in Miglyol<sup>®</sup> 812 unter Rühren gelöst. Interaktionen des

Farbstoffs mit den sich in der umgebenden Phasen befindlichen Additiven (PEG und Emulgator Tween<sup>®</sup> 20) wurden ausgeschlossen.

#### Herstellung der Rohemulsion:

Die zu untersuchende Rohemulsion wurde mit einem Dispersphasenanteil von 10 Gew% in der Rotor-Stator-Maschine IKA<sup>®</sup> magic LAB<sup>®</sup> der Firma FrymaKoruma hergestellt. Es wurde eine verzahnte Kolloidmühle mit einem Spalt von 159 µm verwendet und die Emulsion mittels Zwangsumlauf zwei Minuten bei 3000 U/min emulgiert. Alle untersuchten Emulsionen hatten somit einen konstanten charakteristischen Tropfendurchmesser von  $x_{50,3}$  = 40 µm, wobei 80 % der Tropfen zwischen 25 und 70 µm lagen.

Anschließend wurde die Emulsion verdünnt, um eine Einzeltropfenbeobachtung zu ermöglichen. In Vorversuchen konnte gezeigt werden, dass für die Tropfenvisualisierung ein Dispersphasenanteil von 0,025 % gewährleistet, dass keine Überlappung der Tropfen die Visualisierung beeinträchtigt.

#### Versuchsdurchführung:

Für die Untersuchungen mittels Micro-Particle Image Velocimetry ( $\mu$ PIV) kam eine speziell angefertigte optisch zugängliche Blende zum Einsatz. Der in einen Stahlblock gefräste quadratische Kanal hat eine Kantenlänge von 2 mm mit einer Verengung auf 0,2 x 0,2 mm von 3 mm Länge. Die Verengung befand sich an der Oberfläche des Blocks (siehe ). Der Kanal wurde mit einem 3 mm dicken Plexiglas abgedeckt, welches mit einem Rahmen und 8 Schrauben mit je 6 Nm angepresst wurde.



Draufsicht der optisch zugänglichen Blende:



Mit dem vorhanden optischen Aufbau konnte ein runder Bildausschnitt von 2 mm Durchmesser dargestellt werden. Für die Untersuchungen im Nachlauf der Blende wurden drei Bereiche für die Visualisierung von Strömung und Tropfen ausgewählt. Diese werden im Folgenden auf den Blendendurchmesser d normiert. Die Positionen direkt am Ausgang der Blende  $(x_{aus}/d = 0)$  und im Abstand von 4 bzw. 8 mm hinter der Blende  $(x_{aus}/d = 20 \text{ bzw. 40})$  sind in Abb. 2 ebenfalls dargestellt. Die Messebene befand sich auf der Mittelachse der Blende.

Das Fluid wurde mithilfe eines Drucktopfs in die Blende gefördert. Dieser kann mit einem konstantem Druck bis zu 100 bar beaufschlagt werden. Für die Visualisierung von Tropfen in der Blende wurde in den Versuchsaufbau eine Rohrschlange mit einem Fassungsvermögen von 400 mL integriert. Diese wurde mit der Emulsion vor dem Versuch befüllt und mit kontinuierlicher Phase durch die Blende gefördert. Bei einigen Versuchen kam eine zweite Blende hinter der optisch zugänglichen Blende zum Einsatz, die einen Gegendruck von 15 % ds Gesamtdruckes erzeugte um damit Kavitation einzuschränken. Das Verfahrensschema ist in Abb. 2 dargestellt.

Alle Messungen wurden mit einem  $\mu$ -PIV der Firma Dantec Dynamics durchgeführt. Der eingesetzte Nd:YAG Doppelpuls Laser beleuchtete das Messvolumen mit einer Wellenlänge von 532 nm. Bei allen Messungen wurde das Zeiss Objektiv C PLAN mit einer 10fachen Vergrößerung verwendet. Die Schärfentiefe war somit 5,5 µm und die nach (Lindken et al., 2008) berechnete Korrelationstiefe bei den eingesetzten Seedingpartikeln betrug 46 µm. Die Kamera HiSense Neo sCMOS mit 2048 x 2048 Pixeln und 16-bit hatte einen minimalen Bildabstand von 120 ns. Die Auflösung betrug damit 1,4 µm/Pixel. Die Darstellung und Auswertung der Rohbilder geschah mit der Software Dynamic Studio ebenfalls der Firma Dantec Dynamics. Das Geschwindigkeitsfeld wurde korrelationsbasiert ausgewertet, wobei eine Mehrfach-Auswertung mit verkleinernden Fenstern eingesetzt wurde. Die engültige Fenstergröße betrug 16x16 Pixel mit 50 % Überlappung. Die anschließend gemittelten Geschwindigkeitsfelder hatten somit eine Auflösung von 1 Vektor/10 µm bei einer Aufnahmerate von 8 Hz. An jeder Position wurden N = 228 Bilder aufgenommen.

# Ergebnisse und Diskussion

# Strömungscharakterisierung am Blendenausgang der einphasigen Strömung

Für die Messung der Strömung mittels µPIV wurden zunächst die Voraussetzungen erörtert. Nach Abschätzung der Strömungsgeschwindigkeit anhand von Volumenstrommessungen und dem mit dem Setup maximal möglichen Homogenisierdruck wurde der zu untersuchende Strömungsbereich ausgewählt. Strömungen sowie Tropfendeformation und -aufbruch wurden bei Re = 285, 825 und 1280 charakterisiert. Weiterhin muss eine ausreichende Anzahl an Doppelbildern aufgenommen werden, um ein gemitteltes Strömungsfeld zu erhalten. Innerhalb dieser Anzahl an Bildern muss die Strömungsgeschwindigkeit konvergieren. Mit der maximalen möglichen Anzahl an Bildern (N = 228) konvergierte die Strömung an der Position direkt am Blendenausgang nach ca. 200 Bildern mit einer Abweichung von ± 0,3 % bei allen untersuchten Re-Zahlen. Im Blendennachlauf hingegen konvergierte die Strömungsgeschwindigkeit bei Re > 300 nicht innerhalb von 228 Bildern. Daher wird die Strömung ausschließlich am Blendenausgang diskutiert und für die Ermittlung von zerkleinerungsrelevanten Spannungen herangezogen. Die optische Messtechnik ist zudem auf transparente, einphasige Medien limitiert. Bei Re > 300 traten im Blendenausgang Gasgebiete auf, die auf Kavitation zurückgeführt wurden. Durch das Anlegen von 15 % Gegendruck konnten diese soweit minimiert werden, dass eine homogene Seedingverteilung gegeben war und somit das Geschwindigkeitsfeld gemessen werden konnte.

Um das Strömungsverhalten am Blendenausgang bei unterschiedlichen Strömungsbedingungen vergleichen zu können, wurde die aus den instantanen Geschwindigkeitsfeldern gemittelte Strömungsgeschwindigkeit auf der Mittelachse des Strahls u<sub>c</sub> mit der jeweiligen maximal auftretenden Geschwindigkeit am Blendenausgang  $\overline{u_{c,max}}$  normiert. In Abb. 3 ist die Abnahme dieser normierten mittleren Geschwindigkeit in Abhängigkeit zum Abstand der Blende für die untersuchten Re-Zahlen dargestellt.



Abb. 3: Änderung der normierten Strömungsgeschwindigkeit  $\overline{u_c/u_{c,max}}$  am Blendenausgang für Re = 285, 825 und 1280. Konstante Parameter: Pulsationsfreie Strömung durch einen Drucktopf, nicht koaxiale Blende mit d=daus = 0; 1, I=d = 15, 10 %ige PEG-Lösung

Bei allen Re-Zahlen ist eine kontinuierliche Abnahme der Geschwindigkeit direkt nach der Blende bis zu einem Abstand von  $x_{aus}/d = 2,5$  zu beobachten. Eine kontinuierliche Geschwindigkeitsabnahme nach einer Querschnittserweiterung, wie sie bei Re = 285 zu sehen ist, ist typisch für laminare Freistrahlen (Pai, 1954). Bei höheren Re-Zahlen (Re > 825) nimmt die Änderung in der Geschwindigkeitsabnahme bei  $x_{aus}/d \approx 3$  rapide ab.

Dieses Verhalten ist typisch für turbulente Freistrahlen, bei welchen es nach einem konstanten Kernstrahl aufgrund von Wechselwirkungen in der Mischzone in den Randgebieten des Strahls zu einer Abnahme in der Geschwindigkeit kommt (Ball et al., 2012). Ein Gebiet mit einem konstanten Kernstrahl ( $\overline{u_c}/\overline{u_{c,max}} = 1$ ), wie er bei turbulenten Freistrahlen bis  $x_{aus}/d \approx 7$  auftritt, konnte jedoch nicht beobachtet werden. Der nicht mit konstanter Geschwindigkeit austretende Strahl bei  $x_{aus}/d < 3$  und Re  $\geq 825$  kann daher auf eine beginnende Transition hindeuten.

Zur genaueren Charakterisierung der Strömung im Blendenausgang werden die <u>Geschwin</u>digkeitsfluktuationen betrachtet. Diese sind als normierter Wert in axialer Richtung u'<sup>2</sup>/ $u_{c,max}^2$  im Re= 285 und 1280 in Abb. 4 unten dargestellt.

Für die geringste Re-Zahl von 285, bei welcher laminare Strömung angenommen wird, sind nur leichte Erhöhungen bei  $u'^2/u_{c,max}^2$ von bis zu 0,02 zu erkennen, die ab einem Blendenabstand von x<sub>aus</sub>/d = 6 bereits abklingen. Dies deutet darauf hin, dass die Instabilitäten im Strahlrandbereich gering sind und sich die Strömung laminar ausbreitet. Bei Re = 1280 hingegen zeigt sich eine Mischzone am Strahlrand direkt am Blendenausgang im Bereich von y/d ≈ ± 0,5 durch erhöhte Werte in den axialen Geschwindigkeitsschwankungen. Die Größenordnung der gemessenen Werte befindet sich im Bereich von turbulenten Freistrahlen nach scharfkantigen Blenden (Milanovic und Hammad, 2010; Mi und Nathan, 2010). Bei der höchsten untersuchten Re-Zahl von 1280 zeigt sich zudem eine Ausbreitung der Mischzone:

 $u'^2/u_{c,max}^2$  ist ab einem Blendenabstand von  $x_{aus}/d = 4$  nicht nur am Strahlrand, sondern über den gesamten, sich ausbreitenden Strahl  $-1 \le y/d \le 1$  erhöht und steigt mit zunehmendem Abstand zur Blende an.

#### Einfluss der Strömung auf das Tropfenverhalten

Tropfendeformation und -aufbruch wurde bei laminaren (Re = 285) und transitionellen (Re = 1280) Strömungsbedinungen untersucht, wobei die Prozesspunkte denjenigen der einphasigen Strömungscharakterisierung entsprachen. Nach (Galinat et al., 2007) wird das Strömungsverhalten im Nachlauf einer skalierten Blende bis zu einem Dispersphasenanteil von 10 % unwesentlich durch die vorhandenen Tropfen beeinflusst. Bei den vorliegenden Untersuchungen mit einem Dispersphasenanteil von 0,025 % sollten die in einphasiger



Abb. 4: Visualisierung von Tropfen durch inv<u>ertierte M</u>aximalwertbilder der Emulsion (oben) und normierte Geschwindigkeitsfluktuation u<sup>2</sup>/u<sup>2</sup><sub>c,max</sub> (unten) am Blendenausgang bei Re = 285 (links) und Re = 1280 (rechts). Konstante Parameter: Pulsationsfreie Strömung durch einen Drucktopf, nicht koaxiale Blende mit d/d<sub>aus</sub> = 0,1, l/d = 15, kontinuierliche Phase: 10 %ige PEG-Lösung

Strömung gemessenen Spannungen daher problemlos auf das Zweiphasensystem übertragbar werden können.

Am Blendenausgang sind Tropfen bei unterschiedlichen Belastungen in Abb. 4 oben visualisiert. Zur Veranschaulichung sind alle 228 aufgenommenen Einzelbilder überlagert dargestellt.

Es ist deutlich zu sehen, wie die Tropfen zu langen Filamenten gedehnt die Blende verlassen. Sie sind in der Regel nur wenige Pixel breit bei einer Länge von 1 mm und länger. Somit sind die Filamente meist durch den Bildausschnitt abgeschnitten. Während bei Re = 285 in den Rückströmgebieten im Randbereich viele Tropfen unterschiedlicher Größe zu erkennen sind, sind die Tropfen im Rückströmgebiet bei Re = 1280 sehr klein und werden nur mit etwa 2-5 Pixeln abgebildet. Unter den invertierten Maximalwertbildern sind in Abb. 4 die Geschwindigkeitsfluktuationen in axialer Richtung ( $\overline{u'^2}/u_{c,max}^2$ ) bei den entsprechenden Re-Zahlen visualisiert. Bei der niedrigeren Re-Zahl von 285 führt die laminare Strahlausbreitung zu sehr geringen Fluktuationen und es zeigen sich daher keine Instabilitäten an den austretenden Tropfenfilamenten. Bei Re = 1280 hingegen führen die Geschwindigkeitsfluktuation am Strahlrand zum "Zerflattern" der Filamente und sichtbaren Wellenbewegungen. Diese deutlichen Instabilitäten der Tropfenfilamente treten im Bereich der höchsten Fluktuationen von  $u'^2/u_{cmax}^2 > 0,05$  ca. sechs Blendendurchmesser hinter der Blende auf.

Weiterhin wurden Tropfen in einem Abstand von etwa 20 und 40 Blendendurchmessern Abstand hinter der Blende visualisiert. Bei laminaren Strömungsbedingungen (Re = 285) sind im Blendennachlauf bei  $x_{aus}/d \approx 20$  noch zu Filamenten deformierte Tropfen im Kernbereich der Strömung bei  $-0.5 \le y/d \le 0.5$  zu erkennen (Abb. 5, links oben). In den Randgebieten außerhalb des Strahls sind kleinere Tropfen unterschiedlicher Größe zu sehen. Stromabwärts ( $x_{aus}/d \approx 40$ ) scheinen diese Filamente in einzelne kleine Tropfen zu zerfallen (Abb. 5, rechts oben). Anhand der Einzelbilder ist die Aufreihung der einzelnen Tropfen klar zu erkennen, es handelt sich nicht um einen Effekt, der durch die Überlagerung der Bilder zustande kommt. Der Zerfall eines Filaments anhand von Rayleigh-Instabilitäten in viele gleichmäßige Tropfen wird bei Tropfen beobachtet, die abrupt überkritisch belastet werden (Taylor, 1934; Janssen und Meijer, 1993). Eine solche Belastung erfahren die Tropfen bei der abrupten Beschleunigung am Blendeneingang.

Der Versuch, bei transitionellen Strömungsbedingungen (Re = 1280) im Blendennachlauf Tropfen zu visualisieren, ist in Abbildung Abb. 5 unten zu sehen. Hier sind bei  $x_{aus}/d \approx 20$  Tropfenfilamente zu erkennen, die stark zerflattern und aufgrund der Geschwindigkeitsfluktuationen starke Wellen und Zerknäulungen aufweisen. Im weiteren Verlauf ist bei  $x_{aus}/d \approx 40$  fast nichts mehr zu erkennen, die Tropfen sind kleiner als 5 Pixel. Dies kann einerseits bedeuten, dass die Tropfen bereits aufgebrochen sind. Andererseits ist es möglich, dass der Tropfenaufbruch nicht mehr detektiert werden kann. Wenn die gedehnten Filamenten dünner als die Auflösegrenze sind (< 1,4 µm), werden sie nicht mehr abgebildet. In großkaligen Untersuchungen zeigte sich, dass Tropfen als lange Fäden verknäult vorliegen (Budde et al., 2002). Werden die Tropfen aufgrund kleiner angreifender Wirbel im TI Regime deformiert und aufgebrochen, so werden diese vermutlich so klein, dass sie nicht mehr aufgelöst werden.

Die resultierende Tropfengrößenverteilung zeigt auch, dass ein Großteil der Tropfen kleiner als ein µm ist und somit nicht mehr dargestellt werden kann. Zusätzlich weisen die Strömungsuntersuchungen darauf hin, dass bei Re = 1280 der austretende Strahl stromabwärts von der Wand abweicht und sich die Messebene daher nicht mehr in der Strahlmitte befindet. Dies kann auch der Grund sein, weshalb bei  $x_{aus}/d \approx 40$  keine Tropfenfilamente mehr zu sehen sind.



Abb. 5: Visualisierung von Tropfen durch invertierte Maximalwertbilder im Blendennachlauf etwa 20 (links) bzw. 40 (rechts) Blendendurchmesser hinter Blende bei Re = 285 (oben) und Re = 1280 (unten). Konstante Parameter: Pulsationsfreie Strömung durch einen Drucktopf, nicht koaxiale Blende mit d/d<sub>aus</sub> = 0,1, I/d = 15, kontinuierliche Phase: 10 %ige PEG-Lösung

# Zusammenfassung

Mithilfe der optischen Strömungsmesstechnik  $\mu$ PIV wurden in einer speziell angefertigten optisch zugänglichen Hochdruck-Homogenisierblende Strömung und Tropfenverhalten bei laminaren bis transitionellen Strömungsbedingungen (Re = 285...1280) untersucht.

Am Blendenausgang wurde die Strömungsform anhand der Abnahme der mittleren Geschwindigkeit und der Geschwindigkeitsfluktuationen in axialer Richtung diskutiert. Bei steigender Re-Zahl waren oberhalb von Re = 285 erhöhte Fluktuationen in den Strahlrandgebieten des austretenden Strahls zu sehen, die auf Instabilitäten und eine Transition der Strömung hindeuten. Mit steigender Re-Zahl sind diese stärker ausgeprägt und breiten sich schließlich bei Re = 1280 über den gesamten Strahl aus.

Die Visualisierung von Tropfendeformation und -aufbruch mittels µPIV zeigte, dass innerhalb der räumlichen und zeitlichen Auflösung des eingesetzten Messaufbaus das Tropfenverhalten bei laminaren Bedingungen sehr gut dargestellt werden kann. Auch im transitionellen Strömungsbereich können Instabilitäten noch gut dargestellt werden, wobei die Beobachtung des tatsächlichen Tropfenaufbruchs aufgrund der Auflösung und der Auswahl des betrachteten Bereichs limitiert ist. Hinweise zum Ort des Tropfenaufbruchs konnten gegeben werden.

# Dankesworte

Die Arbeiten entstanden im Rahmen des JointLab IP3, eine gemeinsame Initiative des KIT und der BASF, finanziell unterstützt durch das Bundesministeriums für Bildung und Forschung (Projekt 13N120296).

Die Autoren danken dem Institut für Strömungsmechanik und Aerodynamik der Universität der Bundeswehr München für die messtechnische Unterstützung und dem wbk Institut für Produktionstechnik (KIT) für die Zusammenarbeit und Unterstützung bei der Konstruktion der optisch zugänglichen Blende.

# Literatur (Arial 11, F)

- Ball, C. G., Fellouah, H., Pollard, A.: *The flow field in turbulent round free jets*, Progress in Aerospace Sciences, 50, 1-26, **2012**.
- Bechtel, S., Gilbert, N., Wagner, H. G.: *Grundlagenuntersuchungen zur Herstellung von Emulsionen im Ultraschallfeld*, Chemie Ingenieur Technik, 71, (8), 810-817, **1999**.
- Budde, C., Schaffner, D., Walzel, P.: *Modellversuche zum Tropfenzerfall an Blenden in Flüssig/Flüssig/Dispersionen*, Chemie Ingenieur Technik, 74, (1-2), 101-104, **2002**.
- Galinat, S., Masbernat, O., Guiraud, P., Dalmazzone, C., Noik, C.: *Drop break-up in turbulent pipe flow downstream of a restriction*, Chem. Eng. Sci., 60, (23), 6511-6528, **2005**.
- Galinat, S., Torres, L. G., Masbernat, O., Guiraud, P., Risso, F., Dalmazzone, C., Noik, C.: Breakup of a drop in a liquid-liquid pipe flow through an orifice, AIChE J, 53, (1), 56-68, **2007**.
- Gaulin, A., Patentnr.: Brecet nr. 295596, Appareil et Procédé pour la Stabilisation du Lait, **1899.**
- Hinze, J. O.: Fundamentals of the Hydrodynamic Mechanism of Splitting in Dispersion Processes, AIChE J, 1, (3), 289-295, **1955**.
- Innings, F., Fuchs, L., Tragardh, C.: Theoretical and experimental analyses of drop deformation and break-up in a scale model of a high-pressure homogenizer, J Food Eng, 103, (1), 21-28, 2011.
- Innings, F., Tragardh, C.: Visualization of the drop deformation and break-up process in a high pressure homogenizer, Chem. Eng. Technol., 28, (8), 882-891, **2005**.
- Janssen, J. M. H., Meijer, H. E. H.: Droplet breakup mechanisms: Stepwise equilibrium versus transient dispersion, Journal of Rheology, 37, (4), 597-608, **1993**.
- Köhler, K., Schuchmann, H. P.: *Emulgiertechnik*, 3., Behr's Verlag, Hamburg, 978-3-89947-869-3, **2012.**

- Kolb, G., Wagner, G., Ulrich, J.: *Untersuchungen zum Aufbruch von Einzeltropfen in Dispergiereinheiten zur Emulsionsherstellung*, Chemie Ingenieur Technik, 73, 80-83, **2001**.
- Kolmogorov, A. N.: Über die Zerstäubung von Tropfen in einer turbulenten Strömung in Sammelband zur statistischen Theorie der Turbulenz (Editor: Goering, H.), Akademie-Verlag, Berlin, **1958.**
- Kurzhals, H. A.: Untersuchungen über die physikalisch-technischen Vorgänge beim Homogenisieren von Milch in Hochdruck-Homogenisiermaschinen, Dissertation, Technische Universität Hannover, **1977**.
- Lindken, R., Rossi, M., Westerweel, J.: *Messung und Simulation des Einflusses der Korrelationstiefe auf Micro Particle Image Velocimetry*, 16. Fachtagung "Lasermethoden in der Strömungsmesstechnik", **2008**
- Mi, J., Nathan, G. J.: Statistical Properties of Turbulent Free Jets Issuing from Nine Differently-Shaped Nozzles, Flow Turbulence and Combustion, 84, (4), 583-606, **2010**.
- Milanovic, I. M., Hammad, K. J.: *PIV Study of the near-field region of a turbulent round jet*, 3rd Joint US-European Fluids Engineering Summer Meeting and 8th International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels, **2010**
- Pai, S.-I.: Fluid Dynamics of Jets, D. van Nostrand Company, Inc., 1954.
- Stang, M., Schuchmann, H. P., Schubert, H.: *Emulsification in High-Pressure Homogenizers*, Engineering in Life Sciences, 1, (4), 151-157, **2001**.
- Stone, H. A.: *Dynamics of Drop Deformation and Breakup in Viscous Fluids*, Annual Review of Fluid Mechanics, 26, 65-102, **1994**.
- Taylor, G. I.: *The Formation of Emulsions in Definable Fields of Flow*, Proc. Roy. Soc., 29, 501-523, **1934**.
- Walstra, P.: *Formation of Emulsions* in Encyclopedia of Emulsion Technology, Vol.1 (Editor: Becher, P.), 57-128, Marcel Dekker Inc., New York, **1983.**