

Charakterisierung eines Versuchsstands zur Messung der relevanten Strömungsbedingungen für die Deformation und den Aufbruch von Tropfen beim Hochdruckhomogenisieren mit Blenden

Characterization of a setup for investigations on fluid dynamics leading to droplet deformation and breakup in high-pressure-homogenizers

M. B. Mutsch, C. J. Kähler

Institut für Strömungsmechanik und Aerodynamik, Universität der Bundeswehr München, Werner-Heisenberg-Weg 39, 85577 Neubiberg

Zusammenfassung

Mit dem Ziel die Zerfallsprozesse bei der Hochdruckhomogenisierung aufzuklären wurde ein Versuchsstand aufgebaut, um die zeitlichen und räumlichen Strömungsvorgänge mittels 2D2C-PIV zu charakterisieren. Erste einphasige Messungen an verschiedenen Einlaufgeometrien dienen zur Qualifizierung des Versuchstands. Zudem geben die Ergebnisse Aufschluss über die Größe und Stärke der Schubspannungen im Freistrahlfeld hinter der Blende sowie im Einlauf der Blende und die Neigung zu Kavitation. Diese Ergebnisse bilden die Grundlage für weitere Detailuntersuchungen zur Tropfendeformation und zum Tropfenaufbruch in Hochdruckhomogenisatoren.

Einleitung

Emulsionen werden in vielen Bereichen der Chemischen und Pharmazeutischen Industrie sowie der Lebensmitteltechnik produziert und verarbeitet. Dabei spielen die Tropfengröße und die Tropfengrößenverteilung eine wichtige Rolle. In vielen Bereichen werden Tropfengrößen im Bereich von 100 nm bis 10 µm benötigt. Diese Emulsionen können, abhängig von der Viskosität, mittels der Hochdruck-Homogenisation hergestellt werden. Bei diesem Verfahren wird die Rohemulsion unter hohem Druck durch eine Zerkleinerungseinheit mit Spaltweiten im Mikrometerbereich gepresst. Bei diesem Vorgang werden die groben Tropfen der Rohemulsion deformiert und in kleine Tropfen aufgebrochen.

Aussagen über die Tropfendeformation und der Tropfenaufbruch können im laminaren Bereich mit den äußeren, angreifenden Spannungen σ , dem Tropfenradius r und der Grenzflächenspannung γ , durch die dimensionslose Kapillanzahl ($Ca = \sigma r / (2\gamma)$) getroffen werden. In turbulenten Strömungen wird die Reynoldszahl $Re = (uL\rho_c) / \eta_c$, mit der mittleren Strömungsgeschwindigkeit u , der charakteristischen Länge L und der Dichte ρ_c bzw. der dynamischen Viskosität η_c der kontinuierlichen Phase, und die Weberzahl ($We = Ca \cdot Re$) als Maß für die Beanspruchung verwendet (Grace H. P. 1982).

Bei dieser Modellierung wird davon ausgegangen, dass aufgrund der äußeren Beanspruchung die kritische Deformation für eine ausreichend lange Zeit überschritten werden muss, damit es zu einem Aufbruch der Tropfen kommt (Walstra P. 1983).

Damit Emulsionen mit den gewünschten Tropfengrößenverteilungen mit möglichst einfachen Mitteln bzw. energieeffizient erzeugt werden können, wurden verschiedene Methoden bzw. Apparaturen empirisch entwickelt. Diese sind abhängig von den beabsichtigten oder vorhandenen Eigenschaften der Emulsion unterschiedlich gut geeignet.

Viele Untersuchungen zu Tropfendeformation und -aufbruch untersuchen die kritischen Bedingungen an sich oder in laminaren Strömungen (Taylor 1934, Bentley und Leal 1986). Die meisten technischen Anwendungen zur Emulsionsherstellung nutzen allerdings deutlich überkritische Verhältnisse, um möglichst feine Tropfen zu erzeugen. Deshalb sind neuere Untersuchungen auf diese Anwendungen und Beanspruchungen ausgerichtet (Swartz und Kessler 1970, Karabelas 1978).

Nachdem anfänglich hauptsächlich die offline gemessene Tropfengrößenverteilung nach der Homogenisierung mit den Versuchsbedingungen korreliert wurde (Karbstein 1994), waren Kolb et al. und Bude et al. die Ersten, die den Tropfenaufbruch an sich durch Bildserien in geometrisch ähnlichen, vergrößerten Modellen untersuchten. Neuere Untersuchungen gehen dazu über, die Vorgänge während der Homogenisierung, die zum Tropfenaufbruch führen können, online zu messen (Duxenneuner et al. 2014, Schlender et al. 2015). Damit die Messungen die Zerkleinerungsvorgänge nicht beeinflussen, werden hauptsächlich optische Messverfahren angewendet (Hakansson et al. 2010). Dazu werden die Homogenisierapparaturen – hauptsächlich Hochdruckhomogenisatoren – durch optisch zugängliche Modelle im Labormaßstab nachgebildet (Innings und Trägårdh 2005, Kelemen et al. 2015).

In diesem Projekt sollen die strömungsmechanischen Vorgänge, die zur Tropfendeformation und zum Tropfenaufbruch führen, in einer mit dem Maßstabsfaktor 50 skalierten Hochdruckhomogenisierapparatur mittels PIV detailliert untersucht werden. Die Skalierung ermöglicht die Vorgänge mit verbesserter räumlicher und zeitlicher Auflösung zu vermessen. Um neben der geometrischen Ähnlichkeit auch ein physikalisch ähnliches Modell zu untersuchen, werden die Stoffparameter Dichte und Viskosität des Modelstoffsystems sowie der Betriebsdruck angepasst, sodass das Durchmesser-, Viskositäts- und Dichteverhältnis sowie die Reynolds- und die Weberzahl entsprechend angepasst.

Als Zerkleinerungseinheit werden in ersten Experimenten vier Lochblenden mit verschiedenen Einlaufgeometrien verwendet. Ziel dieser Variation der Blenden ist die systematische Untersuchung der Auswirkungen auf den Tropfenaufbruch und die Kavitationsneigung.

Versuchsaufbau und Methoden

Versuchsstand

Die Untersuchungen zum Tropfenaufbruch und zu den strömungsmechanischen Vorgängen in Hochdruckhomogenisatoren werden in einem horizontalen Strömungskanal, in den die mit dem Maßstabsfaktor 50 vergrößerten Modelle einer Zerkleinerungseinheiten eingebaut werden können, durchgeführt.

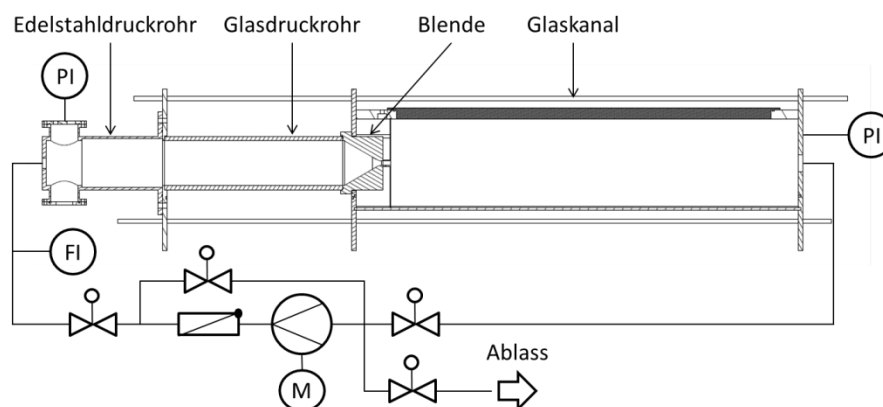


Abb. 1: Fließbild des Versuchsstands

Abbildung 1 zeigt den Versuchsaufbau für die einphasigen Messungen zur Strömungscharakterisierung schematisch. Die kontinuierliche Phase zirkuliert, angetrieben durch eine Kreislumpumpe (CME 10, Grundfos), durch die Messtrecke. Das Fluid strömt zunächst in ein Edelstahlrohr mit dem Innendurchmesser 101 mm, in das die für weitere Versuche zum Tropfenaufbruch benötigte, Aufgabevorrichtung für die Primärtropfen über Flansche eingebaut werden kann. Zudem wird an dieser Position der Druck P_1 ermittelt. Auf der Druckseite vor der Blende schließt sich ein Glasrohr mit dem Innendurchmesser von ebenfalls 101 mm an. Um das gläserne Druckrohr wird ein Glaskanal mit quadratischem Querschnitt positioniert (nicht dargestellt). Dieser Außenbereich um das Druckrohr kann mit der kontinuierlichen Phase gefüllt werden, sodass der Brechungsindex angepasst ist und Messungen der Strömung innerhalb des Druckrohrs möglich sind. Die Möglichkeit zur Messung vor der Blende dient neben der Charakterisierung der Strömung auch dazu, in weiteren Messungen die Bewegung der Primärtropfen vor der Blende zu verfolgen und ggf. die Aufgabevorrichtung zu justieren. Die Blenden, die in Abbildung 2 skizziert sind, bestehen aus einem Plexiglas einlauf, an den konzentrisch ein Glasrohr mit dem Blendendurchmesser $d = 10$ mm angeklebt ist. Die Blendenlänge des zylindrischen Blendenteils beträgt $2d$. Blende a) besteht aus einer sprunghaften, scharfkantigen Querschnittsreduktion. Blende b) besitzt ebenfalls eine sprunghafte Querschnittsänderung, allerdings ist der Einlauf der Verengung mit einem Radius von $2d$ abgerundet. Diese Abrundung findet sich ebenfalls bei den Blenden c) und d), bei denen die Verengung jedoch nicht als Sprung, sondern als konischer Einlauf mit dem Winkel 120° bzw. 60° angelegt ist.

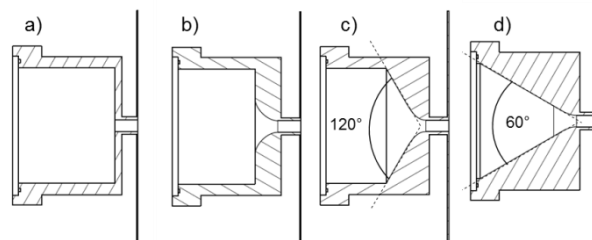


Abb. 2: Schematische Darstellung der verschiedenen Blenden

Nach der Blende strömt das Fluid in einen 1000 mm langen Glaskanal mit quadratischer Querschnittsfläche und einer Kantenlänge von 200 mm. Die Oberseite des Kanals besteht aus einem Plexiglasdeckel. Neben dem Auslass und der Rückführung zur Pumpe ist eine zweite Druckmessstelle zur Bestimmung von P_2 angebracht. Aus der Druckdifferenz $P_1 - P_2$ wird die Sollwertabweichung ermittelt und über einen PI-Regler die Pumpe auf einen konstanten Sollwert für die Druckdifferenz geregelt.

Messtechnik

Die 2D-2C-PIV Messungen zur einphasigen Strömungscharakterisierung des Versuchstands werden mit einer sCMOS Kamera (PCO.edge 5.5, PCO) und den je nach Messstelle und gewünschter Vergrößerung gewählten Objektiven ($f=25$ mm, $f=50$ mm, $f=100$ mm, Zeiss) durchgeführt. Als Fluid wird VE-Wasser bei Raumtemperatur verwendet und als Seeding Glashohlkugeln mit dem mittleren Partikeldurchmesser $10 \mu\text{m}$ (110P8, LaVision). Die Doppelbilder zur Berechnung der Vektorfelder werden mit $\Delta t = 20 \mu\text{s}$ aufgenommen. Die Auswertung der Rohbilder erfolgt mit einem Standard-PIV-Auswertungsprogramm (DaVis, LaVision). Die Pixel der Vektorfelder sind quadratisch und die Kantenlänge beträgt bei den Aufnahmen des gesamten Strömungsfelds 1,55 mm, 0,54 mm bei den Aufnahmen des Blendeneinlaufs und 0,27 mm bei den Nahaufnahmen des Freistrahls. Die im weiteren Verlauf dargestellten

Daten beziehen sich, wenn nicht anders beschrieben, auf mittlere Vektorfelder, die durch Mittelung von $n = 1000$ Einzelbildern erstellt werden.

Ergebnisse und Diskussion

Charakterisierung des Freistrahls

Die allgemeine Charakterisierung des Freistrahls hinter der Blende wird anhand der Blende vom Typ d) durchgeführt.

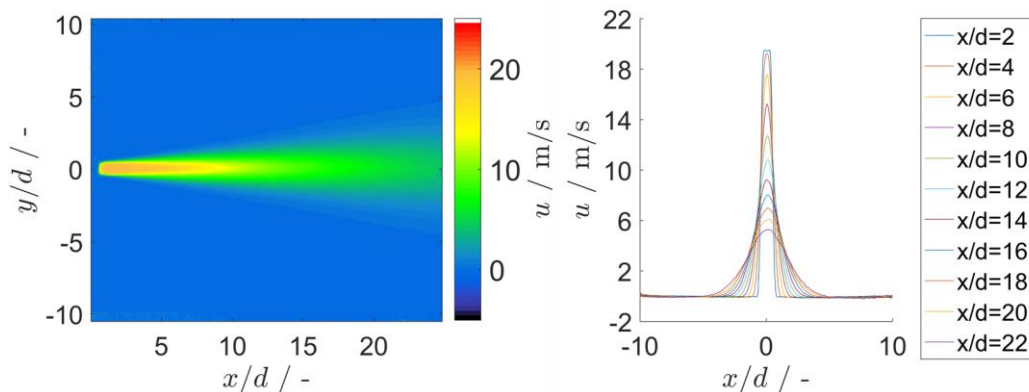


Abb. 3: Links: Geschwindigkeitsfeld des Freistrahls; Rechts: Geschwindigkeitsprofile bei unterschiedlichen Lauflängen

In Abbildung 3 ist der Verlauf des Freistrahls anhand von Geschwindigkeitsprofilen mit einer Staffelung von $2d$ dargestellt. Es wird deutlich, dass der Freistrahls unabhängig von der Entfernung zur Blende sehr symmetrisch verläuft. Mit zunehmender Lauflänge wird das anfänglich sehr schmale Geschwindigkeitsprofil deutlich breiter und die Maximalgeschwindigkeit im Kern des Strahls sinkt. Diese Geschwindigkeitsabnahme wird in Abbildung 4, in der der Geschwindigkeitsverlauf auf der Symmetrieachse über der Lauflänge dargestellt ist, besonders deutlich. Zudem ist zu erkennen, dass der Freistrahls sich nicht an die Wand anlegt, was in verschiedenen Untersuchungen mit abweichenden Geometrien der Fall ist (Innings und Trägärdh 2007, Kelemen et al. 2015).

Der Durchmesser des Freistrahls, definiert als die Strecke zwischen den beiden Punkten am Rand des Strahls, an denen die Geschwindigkeit der halben Geschwindigkeit auf der Strahlachse bei der entsprechenden Lauflänge entspricht, kann ebenfalls bestimmt werden. Abbildung 5 zeigt die lineare Zunahme des Durchmessers des Freistrahls nach ca. $5d$, was dem Kern des Freistrahls entspricht.

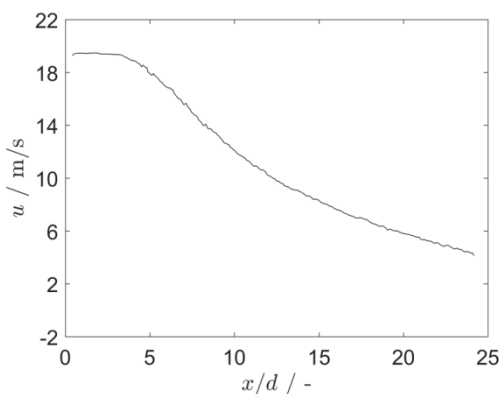


Abb. 4: Geschwindigkeitsprofil auf der Symmetrieachse

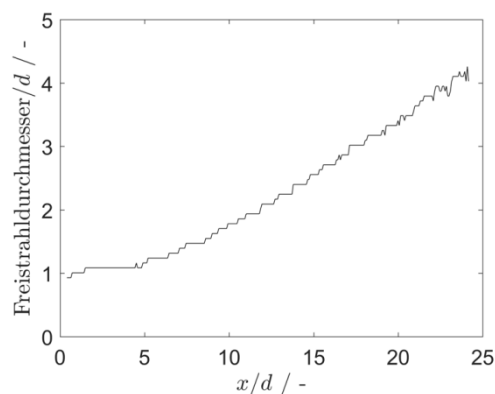


Abb. 5: Verlauf der dimensionslosen Freistrahlsbreite

Zur weiteren Qualifizierung der Symmetrie des Freistrahls und von möglichen Effekten durch den Einbau der Blende im Versuchsstand wurde die Blende in mehreren Versuchen in ihrer Orientierung senkrecht zur Symmetrieachse rotiert. Wie Abbildung 6 zeigt, konnte dabei keine Abweichung der Freistrahkontur festgestellt werden, was auf einen sehr gut reproduzierbaren Versuchsaufbau mit einem runden, symmetrischen Freistrah schließen lässt.

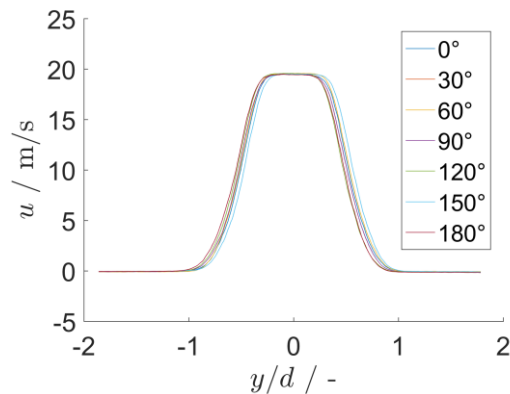


Abb. 6: Vergleich der dimensionslosen Freistrahbreite bei verschiedenen Blendenorientierungen

Charakterisierung des Blendeneinlaufs

Die Charakterisierung der Strömung im Einlauf der Blende erfolgt anhand der Blende vom Typ d). Aufgrund der optisch zugänglichen Blende und der Ummantelung der Blende durch einen Kanal zum Brechungsindexgleich sind Messungen in der Blende möglich. Dabei treten allerdings Reflexionen bzw. Verzerrungen aufgrund der Oberflächenbearbeitung auf, die die Auswertung erschweren.

Abbildung 7 zeigt das mittlere Geschwindigkeitsfeld und den Geschwindigkeitsverlauf auf der Symmetrieachse. Zudem ist zum Vergleich der analytisch berechnete, verlustfreie Geschwindigkeitsverlauf auf der Symmetrieachse dargestellt.

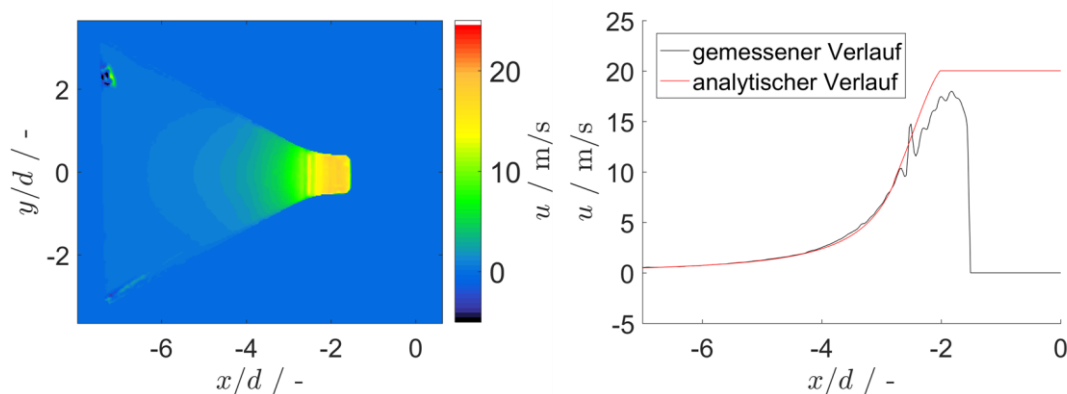


Abb. 7: Links: Geschwindigkeitsfeld im Einlauf der Blende; Rechts: Geschwindigkeitsverlauf auf der Symmetrieachse, gemessen und analytisch

Im Geschwindigkeitsfeld sind im Bereich von $x/d = -7$ zwei deutliche Reflexionen zu erkennen, die durch den Hintergrund erzeugt werden, im Bereich von $x/d = -2,5$ zudem zwei senkrechten Linien. Diese sind besonders im gemessenen Geschwindigkeitsprofil sichtbar. Grund für diese Verzerrungen sind Unebenheiten in der Oberfläche, die auf die Fertigung der Rundung am Einlauf zurückzuführen sind. Abgesehen von diesen Messfehlern kann man den Geschwindigkeitsanstieg, der bis auf Abweichungen im Bereich des engsten Blendenquerschnitts sehr gut dem analytischen Verlauf folgt, deutlich erkennen.

Vergleich der Blenden

Zum Vergleich der Blenden sind in Abbildung 8 die Geschwindigkeitsprofile des Freistrahls an den Positionen $x/d = 1$, $x/d = 2,5$ und $x/d = 4$ von allen vier Blenden dargestellt.

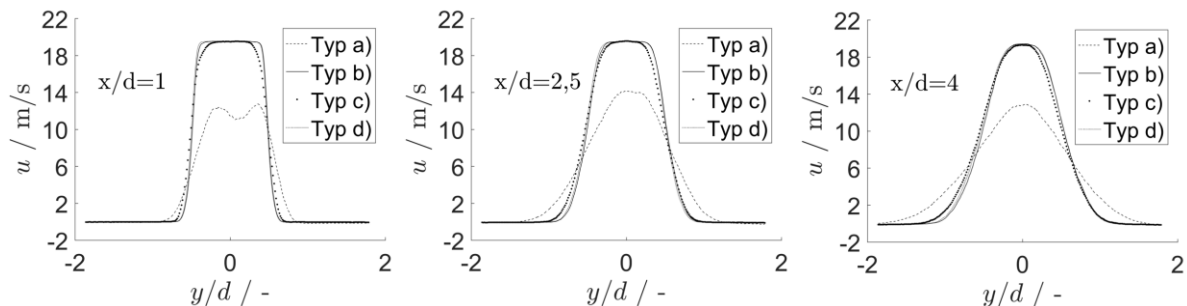


Abb. 8: Vergleich der Geschwindigkeitsprofile des Freistrahls hinter der Blende vom Typ d) an drei verschiedenen Stellen

Es wird deutlich, dass die Blenden vom Typ b) bis d) unabhängig von der Lauflänge sehr ähnliche Freistrahprofile aufweisen, während das Strahlprofil der Blende vom Typ a) mit dem kantigen Einlauf deutlich von diesen abweicht. Zum einen ist das Profil schon beim ersten Schnitt bei $x/d = 1$ deutlich breiter und wird im Verlauf wesentlich breiter, zum anderen besitzt das gemessene Strömungsprofil ein Geschwindigkeitsdefizit. Dieses ist besonders im ersten Profilschnitt bei $x/d = 1$ deutlich erkennbar, in dem das Profil auf der Symmetrieachse kein Geschwindigkeitsmaximum besitzt, sondern ein lokales Minimum im Vergleich zu den Randbereichen des Freistrahls. Diese Beobachtung kann durch das Auftreten von starker Kavitation im Bereich der Blende erklärt werden, die sowohl akustisch als auch optisch deutlich wahrnehmbar ist.

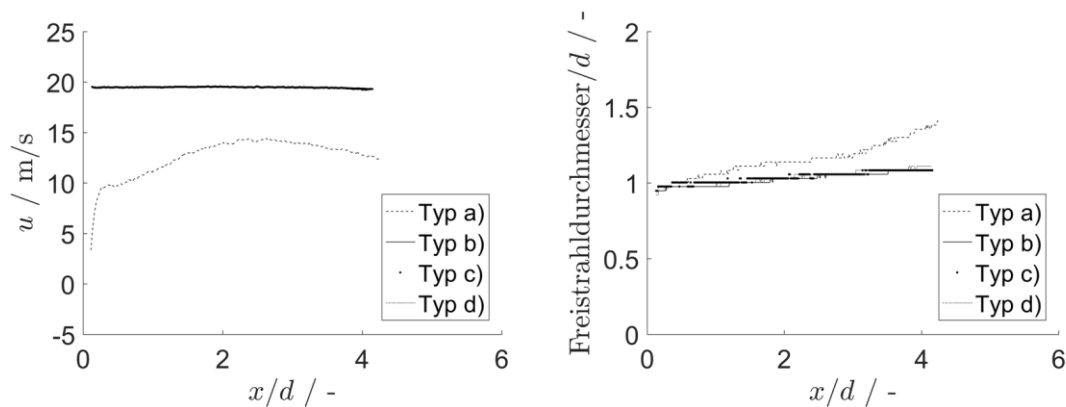


Abb. 9: Links: Vergleich der Geschwindigkeitsprofile des Freistrahls auf der Symmetrieachse hinter den verschiedenen Blenden; Rechts: Vergleich der dimensionslosen Freistrahldurchmesser für verschiedene Blenden

In Abbildung 9 ist abschließend zum Vergleich der Blenden sowohl das Geschwindigkeitsprofil der vier Typen auf der Symmetrieachse des Freistrahls als auch der dimensionslose Freistrahldurchmesser dargestellt. Die Unterschiede bzw. die Ähnlichkeit der Blenden wird in diesen Darstellungen erneut deutlich.

Aufgrund der dargestellten Ergebnisse kann nur eine minimale Abhängigkeit der Strömungsverhältnisse des Freistrahls von der Blendengeometrie vom Typ b) bis d) festgestellt werden. Im Gegensatz dazu erzeugt die Blende vom Typ a) deutlich abweichende Strömungsverhältnisse und muss gesondert untersucht werden.

Auswertung der Strömungsmessung

Zur Untersuchung der Tropfendeformation und des Tropfenaufbruchs werden die äußeren Kräfte, die den formhaltenden Kräften der Tropfen entgegenstehen, berechnet. Die äußere angreifende Kraft ist die Schubspannung $\tau = \eta_c \cdot (|\dot{\gamma}| + |\dot{\epsilon}|)$, die mit der dynamischen Viskosität aus der Scher- und der Dehnrate ($\dot{\gamma} = du/dy$ bzw. $\dot{\epsilon} = du/dx$) berechnet werden kann. In Abbildung 10 sind zum Vergleich das mittlere Strömungsfeld, die mittlere Schubspannungsverteilung sowie die Schubspannungsverteilung in einem Einzelbild für den Einlauf (oben) und den Freistrah (unten) der Blende vom Typ d) dargestellt. Die Schubspannungen im Einlauf sind bis zum Erreichen des kleinsten Querschnitts sehr klein. Dort steigen sie leicht an, was jedoch auch auf Verzerrungen durch Oberflächenunebenheiten zurückzuführen sein kann, weil die Spannungen in diesem Bereich nicht homogen verteilt sind, sondern lokale Maxima besitzen.

Bei der Betrachtung der Ergebnisse hinter der Blende ist deutlich zu erkennen, dass Schubspannungen im Wesentlichen nur in der Scherschicht des Freistrahls auftreten. Direkt am Auslass sind die Spannungen im Mittel am größten und nehmen mit zunehmender Lauflänge ab, wobei sich die Ausdehnung vergrößert. Im dritten Bild erkennt man die momentane Verteilung der Schubspannungen mit lokalen Spannungsspitzen, die im Mittelbild geglättet sind. Der Vergleich mit den Spannungen vor bzw. in der Blende zeigt, dass die Schubspannungen hinter der Blende deutlich größer sind und sich über einen weiteren Bereich erstrecken, was für eine höhere Beanspruchung im Bereich hinter der Blende spricht.

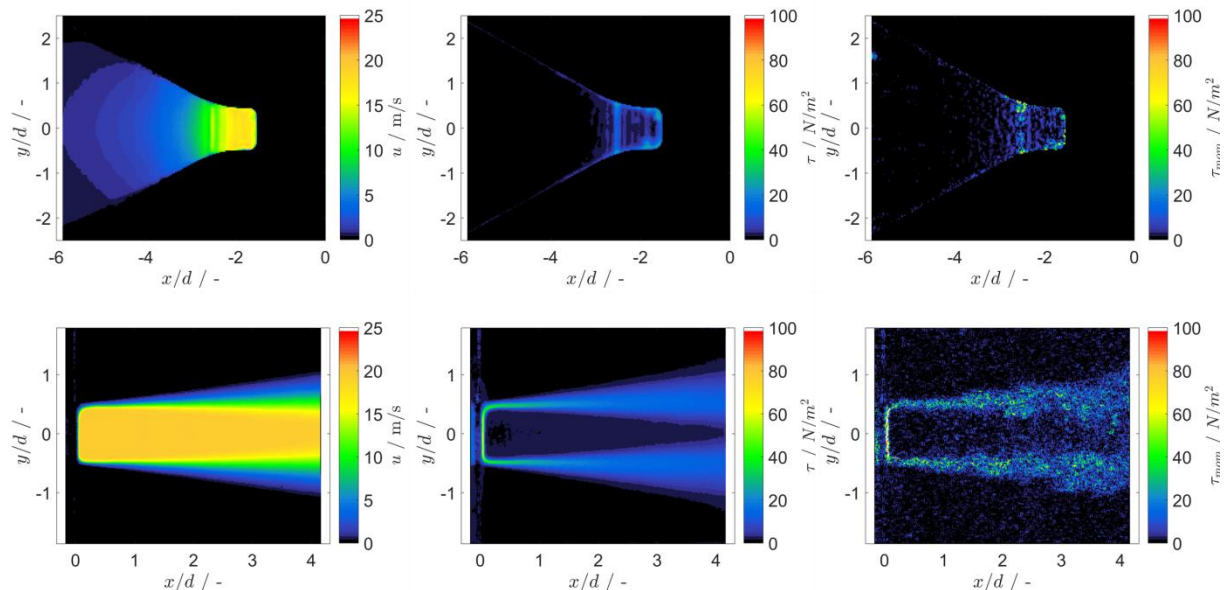


Abb. 10: Vergleich der Ergebnisse im Einlauf der Blende und im Freistrah hinter der Blende: Links: mittleres Strömungsfeld; Mitte: mittlere Schubspannungsverteilung, Rechts: momentane Schubspannungsverteilung.

Zusammenfassung und Ausblick

Die einphasige Charakterisierung der Strömungsverhältnisse im Versuchsstand hat gezeigt, dass der Freistrah hinter der Blende rund und sehr symmetrisch ist. Außerdem ist der Freistrah stabil und nicht von der Orientierung der Blende abhängig. Beim Vergleich der vier untersuchten Blenden wurden starke Ähnlichkeiten im Strömungsprofil zwischen den Blenden b) bis d) sichtbar, wohingegen sich die Blende vom Typ a) deutlich von den anderen Blenden unterscheidet. Diese Abweichung kann Folge der deutlichen Kavitation in der Blende sein.

Die Analyse zeigt, dass die Strömungscharakterisierung im Einlaufbereich der Blende prinzipiell möglich ist, allerdings beeinträchtigen Reflexionen und die Oberflächenbeschaffenheit der Blende die Messungen in einigen wenigen Bereichen. Der Vergleich der Strömung im Einlauf und hinter der Blende zeigt, dass die Beanspruchungen hinter der Blende deutlich höher sind und räumlich ausgedehnter.

Die Auswirkung dieser Ergebnisse auf die Tropfendehnung und den -aufbruch soll in weiteren Untersuchungen überprüft werden, bei denen Öltröpfen vor der Blende zugegeben werden.

Dankesworte

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Unterstützung durch das Projekt „Untersuchungen zur Messung der relevanten Strömungsbedingungen für die Deformation und den Aufbruch von Tropfen beim Hochdruckhomogenisieren mit Blenden und zur Skalierbarkeit der Methoden“ (KA 1808/19-1).

Literatur

Bentley, B. J., Leal, L. G., 1986: “An experimental investigation of drop deformation and breakup in steady, two-dimensional linear flows”, *Journal of Fluid Mechanics*, 167, pp. 241 – 283

Budde, C., Schaffner, D., Walzel, P., 2002: „Modellversuche zum Tropfenzerfall an Blenden in Flüssig/Flüssig-Dispersionen“, *Chemie Ingenieur Technik*, 74, pp. 101 – 104

Duxenneuner, M. R., Fischer, P., Windhab, E. J., Cooper-Whithe, J. J., 2014: „Simultaneous visualization of the flow inside and around droplets generated in microchannels“, *Microfluidics and Nanofluidics*, 16, pp. 743 – 755

Grace, H.P., 1982: “Dispersion Phenomena in High Viscosity Immiscible Fluid Systems and Application of Static Mixers as Dispersion Devices in such Systems”, *Chemical Engineering Communications*, 14, pp. 225 – 277

Hakansson, A., Fuchs, L., Innings, F., Revstedt, J., Bergenstahl, B., Trägårdh, C., 2010: “Visual observations and acoustic measurements of cavitation in an experimental model of a high-pressure homogenizer”, *Journal of Food Engineering*, 100, pp. 504 – 513

Innings, F., Trägårdh, C., 2005: “Visualization of the Drop Deformation and Break-Up Process in a High Pressure Homogenizer”, *Chemical Engineering & Technology*, 28, pp. 882 – 891

Innings, F., Trägårdh, C., 2007: “Analysis of the flow field in a high-pressure homogenizer”, *Experimental Thermal and Fluid Science*, 32, pp. 345 – 354

Karabelas, A. J., 1978: “Droplet Size Spectra Generated in Turbulent Pipe Flow of Dilute Liquid/Liquid Dispersions”, *American Institute of Chemical Engineers Journal*, 24, pp. 170 – 180

Karbstein, H., 1994: “Untersuchungen zum Herstellen und Stabilisieren von Öl in Wasser Emulsionen”, Dissertation, Universität Karlsruhe

Kelemen, K., Crowther, F. E., Cierpka, C., Hecht, L. L., Kähler, C. J., Schuchmann, H.P., 2015: “Investigations on the characterization of laminar and transitional flow conditions after high pressure homogenization orifices”, *Microfluidics and Nanofluidics*, 18, pp. 599 – 612

Kolb, G., Wagner, G., Ulrich, J., 2001: “Untersuchungen zum Aufbruch von Einzeltropfen in Dispersiereinheiten zur Emulsionsherstellung“, *Chemie Ingenieur Technik*, 73, pp. 80 – 83

Schlender, M., Spengler, A., Schuchmann, H.P., 2015: “High-pressure emulsion formation in cylindrical coaxial orifices: Influence of cavitation induced pattern on oil drop size”, *International Journal of Multiphase Flow*, 74, pp. 84 – 95

Swartz, J. E., Kessler, D. P., 1970: “Single Drop Breakup in Developing Turbulent Pipe Flow“, *American Institute of Chemical Engineers Journal*, 16, pp. 254 – 260

Taylor, G.I., 1934: “The Formation of Emulsions in Definable Fields of Flow”, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 146, pp. 501 – 523

Walstra, P., 1983: “Formation of emulsions” in *Encyclopedia of emulsion Technology*, 1, pp. 57 – 128, (Eds: Becher, P.), Marcel Dekker Inc., New York