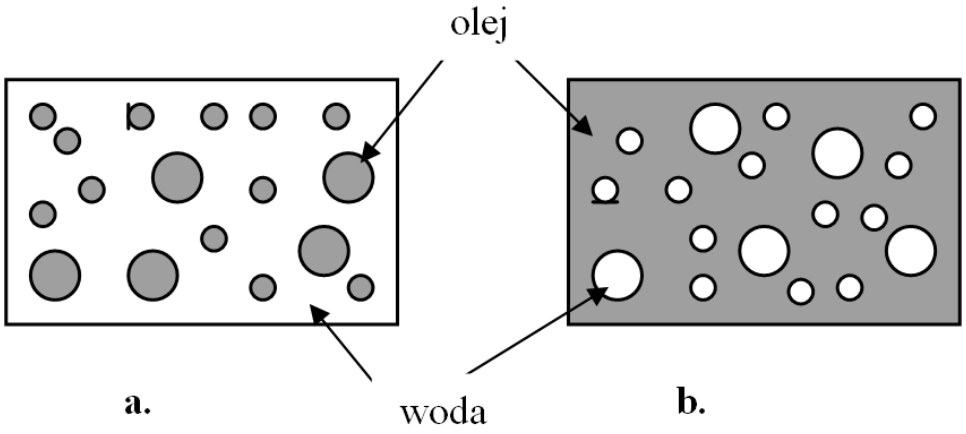
A2. Wyznaczanie stabilności emulsji

***Cel ćwiczenia**: zapoznanie z fizycznymi właściwościami emulsji typu O/W i W/O oraz poznanie metody oceny stabilności emulsji: współczynnik ES oraz przyspieszonej sedymentacji przy użyciu wirówki.*

Emulsją nazywamy termodynamicznie nie stały, układ dyspersyjny złożony z dwóch cieczy niemieszających się ze sobą, z których jedna jest rozproszona (udział % lub objętościowy fazy rozproszonej jest mniejszy) w drugiej (udział % lub objętościowy fazy rozpraszającej jest większy). Najczęściej, jedna z tych cieczy jest polarna np. woda a druga niepolarna np. olej.
Emulsje rozcieńczone zawierają do 25 % fazy rozproszonej, posiadają krople znacznie oddalone od siebie, zapobiegając tym samym koalescencji i przypominają one koloidy hydrofobowe.



Typy emulsji: a) olej w wodzie (O/W); b) woda w oleju (W/O)

Najprostszym sposobem otrzymania emulsji jest mechaniczne wstrząsanie lub mieszanie obu cieczy. Najczęściej odbywa się to w odpowiednich wstrząsarkach, bądź wymieszanie ich przy użyciu szybko obracających się mieszadeł (mieszadła szybkoobrotowe). Podczas dyspergowania dodaje się substancji zwanej **emulgatorem**, która znacznie ułatwia otrzymywanie emulsji i w głównej mirze odpowiada za jej stabilizację. Emulgatory są substancjami powierzchniowo czynnymi (surfaktantami), które obniżają napięcie powierzchniowe, a co za tym idzie powodują zmniejszenie pracy potrzebnej do wytworzenia emulsji .
W zależności od ilościowego stosunku wody i oleju, w przypadku dużej przewagi jednej z faz otrzymuje się emulsję, w której faza występująca w nadmiarze jest ośrodkiem rozpraszającym,
Ciągły ruch cząstek fazy wewnętrznej może prowadzić do niekorzystnych zmian, mających wpływ na stabilność emulsji. Wśród tych zmian należy wymienić procesy takie, jak: sedymentacja, śmietanowanie (kremowanie), flokulacja, koalescencja, separacja faz. Czynnikami, które mają wpływ na stabilność emulsji są takie czynniki jak: wielkość cząstek fazy rozproszonej, lepkość układu rozumiana jako suma lepkości fazy zewnętrznej i wewnętrznej i skład recepturowy emulsji (ilość i rodzaj emulgatora, stosunek faz, ilość zagęstnika).

A2. Wyznaczanie stabilności emulsji

Jedną z powszechnie stosowanych metod badania stabilności emulsji (**ES**) jest metoda wirowania. Stabilność wyznacza się na podstawie zawartości rozdzielonych faz frakcji emulsyjnej i oblicza z poniższego wzoru:

$$ES = \frac{h_e}{h_0} 100$$

gdzie: h_e jest wysokością fazy emulsyjnej,

h_0 jest wysokością próbki.

Zagadnienia do przygotowania: powstawanie i typy emulsji; emulgatory: budowa cząsteczkowa; rola napięcia powierzchniowego przy otrzymywaniu emulsji; stabilność emulsji, procesy degradacji emulsji.

Literatura:

G. Ślósarek „Biofizyka molekularna" PWN 2011
C.E. Stauffer „Emulgatory" WNT 2001
Jankiewicz M., Kędzior Z. „Metody pomiarów i kontroli jakości w przemyśle spożywczym i biotechnologicznym" AR Poznań 2003

Numer pary	Imię i nazwisko studenta	Wydział Rok grupa
data	Imię i nazwisko prowadzącego	Uwagi Zaliczenie

A2. Wyznaczanie stabilności emulsji.

Przyrządy: homogenizator, 2 cylindry miarowe, zlewki, pipeta, zaciągarka do pipet, wirówka, probówki, olej, woda, emulgator, suwmiarka (do współczynnika ES)

Wykonanie ćwiczenia.

1.Przygotować w zlewkach po 50 ml wodnych zawiesin woda z olejem i olej z wodą w proporcjach:

30 mL wody, 5 mL emulgatora, 15 mL oleju

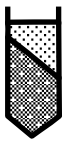
10 mL wody, 5 mL emulgatora, 35 mL oleju

2. Przy użyciu homogenizatora sporządzić pierwszą emulsję z wykonanych wcześniej mieszanin.. Końcówkę homogenizatora zanurzyć w zawiesinie i ustawić na najmniejsze obroty (**położenie 2**). Emulsję homogenizować przez 3 minuty

3. 2 mL przygotowanej emulsji umieścić w probówce przy użyciu pipety szklanej i zaciągarki. Przygotować 4 próbki. Zamknięte probówki umieścić w koszyczkach wirówki w położeniach: **1, 4 i 1, 4**.
UWAGA: Bardzo ważne jest poprawne umieszczenie probówek w koszyczkach.

4. Ustawić szybkość wirowania na 2000 rpm. Ustawić czas wirowania na 3 minut. Rozpocząć wirowanie.

5. Po zakończeniu wirowania (wirówka wyłącza się automatycznie) wyjąć po kolei probówki i zmierzyć wysokość całkowitą próbki i wysokość frakcji emulsji. W przypadku gdy w probówce będzie nierówny poziom tej frakcji (tak jak pokazano na rysunku 2) w kolumnie $\mathbf{h_s}$ wpisać najniższy i najwyższy poziom oraz średnią tych liczb. W przypadku gdy poziom jest równy wpisać tylko jedną liczbę. Wyniki wpisać do tabeli 1.



Rys.2.

Wyniki wpisać do tabeli 1.

6. Wykonać wirowanie dla dwóch kolejnych próbek ustawiając szybkość wirowania na 3000 rpm. Ustawić czas wirowania na 3 minut. Rozpocząć wirowanie.

7. Po zakończeniu wirowania (wirówka wyłącza się automatycznie) wyjąć po kolei probówki i zmierzyć wysokość całkowitą próbki i wysokość frakcji emulsji. Wyniki wpisać do tabeli 1.

8. Procedury z punktów 2 – 7 powtórzyć dla drugiej emulsji.

Tabela pomiarowa 1.

Emulsja 70% woda – 30 % olej				
szybkość wirowania [rpm]	Lp	h_e [mm]	h_0 [mm]	ES {%]
2000	1			
		śr.		
	2			
		śr.		
	3			
		śr.		
	4			
		śr.		
			średnia ES	
3000	1			
		śr.		
	2			
		śr.		
	3			
		śr.		
	4			
		śr.		
			średnia ES	

Emulsja 30% woda – 70 % olej				
szybkość wirowania [rpm]	lp	h_e [mm]	h_0 [mm]	ES {%]
2000	1			
		śr.		
	2			
		śr.		
	3			
		śr.		
	4			
		śr.		
			średnia ES	
3000	1			
		śr.		
	2			
		śr.		
	3			
		śr.		
	4			
		śr.		
			średnia	

9. Po wykonaniu wszystkich pomiarów bezpośrednich należy: umyć ciepłą wodą z detergentem wszystkie wykorzystane w ćwiczeniu naczynia ze szkła i pozostawić do wysuszenia w miejscu, w którym znajdowały się przed rozpoczęciem pomiarów. **Podczas tych czynności należy zachować szczególną ostrożność.**

10 Obliczyć procentowy udział frakcji olejowej w poszczególnych emulsjach określający stabilność. Na podstawie uzyskanych wyników obliczyć wartości średnie ES i wartości odchylenia standardowego od wartości średniej oraz maksymalny błąd.

$$ES = \frac{h_e}{h_0} 100$$

gdzie: h_e jest wysokością fazy emulsyjnej, h_0 jest wysokością próbki.

Wyniki zamieścić w tabeli 2.

Tabela pomiarowa 2.

szybkość wirowania [rpm]	Skład emulsji W:O	Stabilność emulsji ± błąd maksymalny
2000	70 : 30	
	30 : 70	
3000	70 : 30	
	30 : 70	

Na podstawie uzyskanych wyników sformułować wnioski dotyczące stabilności badanych emulsji. Porównać uzyskane metodą wirówkową wyniki ES z tymi, jakie otrzymano dla emulsji w zlewkach.