

### **3**

## **Abordagem experimental**

A abordagem experimental que permitiu obter os resultados apresentados no Capítulo 4 deste trabalho, foi desenvolvida no Laboratório de Microhidrodinâmica e Escoamento em Meios Porosos do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio. Esta abordagem consistiu de três procedimentos principais: (i) formulação, preparação e caracterização de emulsões, (ii) montagem da bancada experimental envolvendo sistemas de injeção, medição de diferencial de pressão, visualização do escoamento; e finalmente (iii) o escoamento das emulsões preparadas através de micro-capilares com garganta. Em adição, algumas dificuldades encontradas durante a abordagem experimental são consideradas na parte final do presente capítulo. Todos os procedimentos experimentais são detalhados a seguir.

### **3.1**

#### **Emulsões**

Como foi dito no primeiro capítulo, a motivação deste trabalho é o estudo da utilização de emulsões como fluidos de injeção na recuperação avançada de petróleo. Neste sentido, a obtenção de emulsões apropriadas é muito importante para o melhor entendimento dos mecanismos de escoamento das emulsões em meios porosos.

Para a obtenção destas emulsões é necessário levar em consideração os diversos fatores que envolvem sua formulação, preparação e caracterização. Estes procedimentos são abordados nas subseções seguintes.

#### **3.1.1**

##### **Formulação de emulsões**

Os principais fatores a considerar na formulação de emulsões, são:

- Primeiro, definir o propósito para o qual a emulsão vai ser utilizada.
- Segundo, determinar o tipo de emulsão, se é necessária uma micro ou macro-emulsão, uma emulsão água em óleo ou óleo em água, tudo isto em concordância com o propósito para o qual a emulsão é destinada.
- Terceiro, considerar a natureza das fases envolvidas. Por exemplo, a fase aquosa será simplesmente água ou terá algum soluto presente? Que tipo de óleo será utilizado para a emulsão?
- Quarto, tomar uma decisão respeito da natureza e concentração do agente emulsificante.

A Tabela 3.1 foi elaborada de acordo com as necessidades do presente trabalho, considerando os fatores acima mencionados.

Fator		Caso de estudo
1	Propósito da emulsão	Escoamento em micro-capilares parcialmente obstruídos com a finalidade de modelar o escoamento através de uma garganta de poro.
2	Micro ou Macro-emulsão?	<i>Macro-emulsão.</i> Em concordância com o objetivo de obter um melhor entendimento dos mecanismos físicos do escoamento através de meios porosos. Por exemplo, o fenômeno de bloqueio seletivo. As micro-emulsões são mais apropriadas para o estudo de fenômenos químicos.
	Emulsão A/O ou O/A?	<i>Emulsão óleo em água (O/A).</i> Considerando que sua aplicação em reservatórios de petróleo seria através de poços de injeção, como método de recuperação avançada.
3	Natureza fase aquosa	Solução a base de água e glicerina mais um agente ativo de superfície para favorecer a formação da emulsão.
	Natureza fase oleosa	Óleos com densidade próxima da água, com a finalidade de evitar uma rápida separação gravitacional das partículas em emulsão.
4	Agente emulsificante	Sal a base de sódio com ácidos graxos de cadeia longa. Estes sabões são os mais antigos e melhor conhecidos dentro dos agentes emulsificantes aniônicos. Utilizados com sucesso em trabalhos anteriores.

Tabela 3.1 Fatores considerados na formulação de emulsões

O objetivo principal nesta etapa de formulação é a obtenção de emulsões que permaneçam estáveis durante o tempo de injeção nos micro-capilares parcialmente obstruídos, assim como a preservação de suas propriedades durante o tempo do estudo.

Na formulação da fase contínua, foram feitos testes iniciais utilizando água com surfactante. O surfactante dissolvido em água foi o Lauril Sulfato de Sódio, também conhecido como Dodecil Sulfato de Sódio, numa concentração de três vezes a concentração micelar crítica (CMC). O valor molar típico da CMC para o Lauril Sulfato de Sódio é de  $8.1 \times 10^{-3}$ . Este valor pode ser expresso como aproximadamente 2.3 g/l. Devido à baixa viscosidade da fase contínua, as emulsões preparadas apresentaram uma forte segregação gravitacional, causada pela diferença de densidades das fases, na escala de tempo dos experimentos. Percebeu-se a necessidade de aumentar a viscosidade da fase contínua com o objetivo de diminuir a velocidade de separação das fases.

De acordo com esta premissa, foram realizados vários testes adicionando-se glicerina (Glicerol  $C_3H_5(OH)_3$ ) na fase contínua. Finalmente, obteve-se resultados satisfatórios com uma formulação composta de 30% de água, previamente filtrada, 70% de glicerina e 3 CMC de surfactante. Do mesmo modo, para diminuir o efeito de separação gravitacional, optou-se pela utilização de óleos com densidades próximas da água como fase interna. Os óleos escolhidos foram Tivela S 460 e EMCAplus 350, sendo o primeiro um óleo pesado sintético e o segundo um óleo mineral leve. Ambos os óleos foram adicionados nas emulsões em diferentes concentrações como se mostra na Tabela 3.2.

Emulsão	Óleo	% óleo	% fase contínua
1	Tivela S 460	10	90
3	Tivela S 460	30	70
4	Tivela S 460	50	50
5 – 8	Tivela S 460	5	95
10 – 11	EMCAplus 350	10	90

Tabela 3.2 Concentrações volumétricas das fases nas emulsões.

As densidades dos fluidos foram determinadas no Laboratório de Caracterização de Fluidos da PUC-Rio usando um picnômetro de 25 ml e uma balança de  $\pm 0.0001$  g de precisão. Os dois equipamentos são mostrados na Fig.

3.1. Os valores de densidade encontrados foram de 1.1769 g/ml na fase contínua, 0.9949 g/ml para o óleo Tivela S 460, e 0.8672 g/ml no óleo EMCAplus 350.

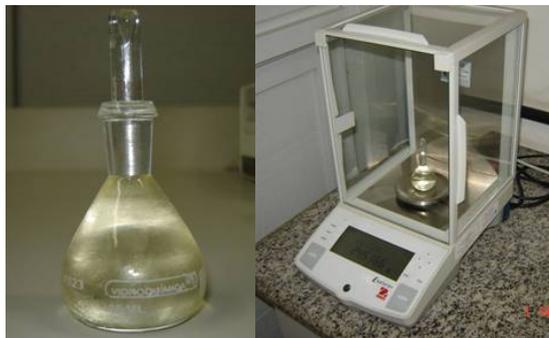


Figura 3.1 Pícnômetro e balança utilizada na determinação de densidade de fluidos.

Para a determinação das tensões superficiais utilizou-se um tensiômetro Lauda VO 2001. O tensiômetro utiliza o método do anel, onde um anel é submerso na superfície de um líquido e a força requerida para separar o anel da superfície é medida durante o processo. No ponto em que a superfície se quebra, a divisão da força pela circunferência do anel, corrigida por um fator geométrico, é o valor da tensão superficial na temperatura experimental. Este método é confiável e conveniente dentro dos valores de tensão superficial e tensão interfacial comumente encontrados em sistemas de água, hidrocarbonetos, água/hidrocarbonetos e água/hidrocarbonetos/surfactante ( $\sigma > 1.0$  mN/m). As medições foram feitas no Laboratório de Caracterização de Fluidos da PUC-Rio. As Figs. 3.2 e 3.3 mostram diversos instantes nas medições realizadas no tensiômetro de anel.

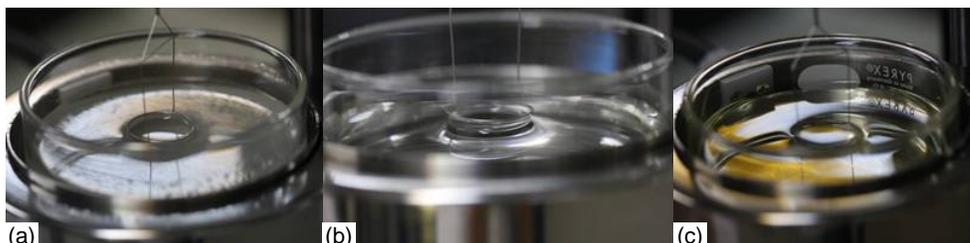


Figura 3.2 Fotografias da medição de tensão superficial em (a) fase contínua (b) óleo EMCAplus 350 (c) óleo Tivela S 460.



Figura 3.3 Tensiômetro Lauda VO 2001.

Para conferir o efeito do surfactante foram feitas duas medições na fase contínua, a primeira sem surfactante e a segunda com uma concentração de 3 CMC encontrando se valores de 50.5 mN/m e 30.7 mN/m respectivamente, comprovando o efeito do surfactante na diminuição da tensão superficial. Para os óleos, as tensões superficiais obtidas foram de 28.3 mN/m e 26.3 mN/m para o Tivela S 460 e EMCAplus 350 respectivamente.

O valor da tensão interfacial das emulsões foi aproximado como a diferença entre as tensões superficiais das fases. Assim, os valores encontrados foram de 2.4 mN/m e 4.4 mN/m nas emulsões preparadas com óleo Tivela S 460 e EMCAplus 350 respectivamente.

### 3.1.2 Preparação das emulsões

É bem conhecido que sempre existe uma melhor maneira de preparar uma emulsão, e que cada tipo de emulsão deve ser tratado como um problema individual. Um método que funciona num caso, não necessariamente será satisfatório em outro. Em outras palavras a preparação de emulsões sempre envolve uma considerável quantidade de regras a seguir até encontrar o procedimento mais adequado.

Um fato comumente conhecido é que a maneira como os ingredientes são misturados, e em especial o agente emulsificador, tem influência nas características da emulsão. Uma forma de mistura é adicionando a parte alcalina do surfactante na fase aquosa e o ácido grasso na fase oleosa, permitindo que o

sabão se forme durante o processo de emulsificação. No caso das emulsões em consideração, a adição direta do surfactante na fase interna da emulsão não é apropriada. Para emulsões óleo em água, em geral é aceito que o estabilizador seja adicionado na fase contínua.

No presente trabalho utilizou-se um agitador magnético Fisatom 754A para a elaboração da fase contínua. O procedimento para a preparação da fase contínua é iniciado colocando um béquer contendo água no volume adequado no agitador, posteriormente adiciona-se o surfactante e espera-se a dissolução completa do mesmo. Finalmente é adicionada a glicerina lentamente e os líquidos são misturados até obter uma solução completamente homogênea. A Fig. 3.4 (a) mostra o agitador magnético utilizado, e a Fig. 3.5 (b) mostra a fase contínua.



Figura 3.4 (a) Agitador magnético. (b) Fase contínua utilizada nas emulsões.

Os óleos a serem utilizados na preparação das emulsões são filtrados com antecedência através de uma membrana de 0.22 micrometros de malha, para eliminar qualquer possível impureza, tal como mostra a Fig. 3.5.



Figura 3.5 Óleo filtrado

O processo de emulsificação mediante o qual a fase oleosa é dispersa em forma de gotas dentro da fase contínua foi realizado utilizando o Ultra Turrax T-25 fabricado pela IKA-WERKE. Este misturador mecânico rotativo usa um dispersor do tipo rotor-estator que dispõe de 6 velocidades de rotação, de 6500 até 24000 RPM. A formação das gotas ocorre no espaço anular entre o rotor e o estator por mecanismo de cisalhamento.

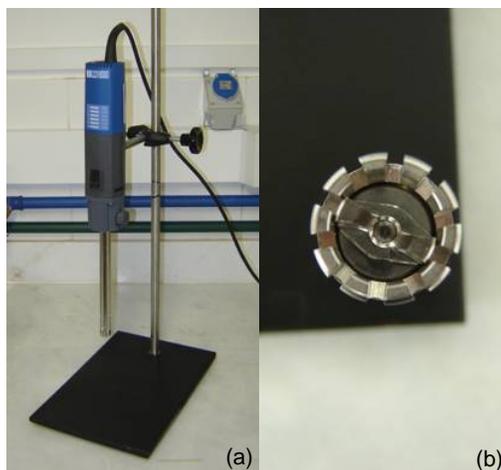


Figura 3.6 (a) Ultra Turrax T-25 (b) Dispersor rotor-estator

O objetivo principal nesta etapa de preparação foi a obtenção de dois tipos de emulsões, emulsões com gotas pequenas e emulsões com gotas grandes. Neste sentido, foram feitos vários testes preliminares de caráter qualitativo com o objetivo de conhecer melhor as características do equipamento como também os processos de emulsificação.

No final desta etapa preliminar, observaram-se dois fatos bem estabelecidos. Utilizando o mesmo procedimento de mistura, isto é, fixando parâmetros como ordem de adição de componentes, volume de emulsão preparada, recipiente de mistura, metodologia de amostragem e tempo de mistura, pôde-se evidenciar no Ultra Turrax T-25 que quanto maior a velocidade de emulsificação, mais estreita será a distribuição de tamanho de gota (Fig. 3.7).

Da mesma forma, fixando os diversos parâmetros de emulsificação e só variando os tempos de mistura, pode-se inferir que, quanto maior o tempo de emulsificação, menor o tamanho das partículas (Fig. 3.8).

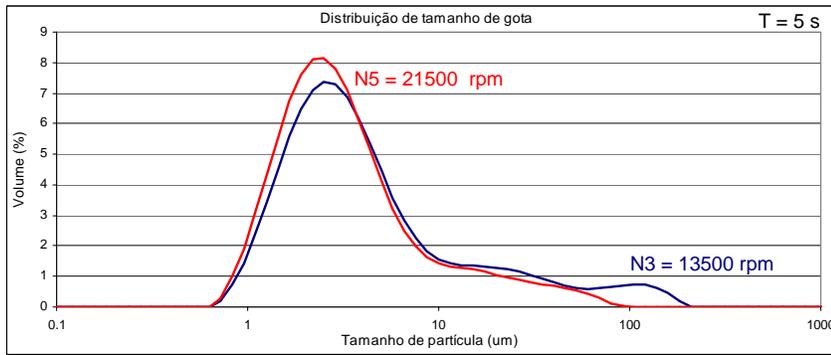


Figura 3.7 Distribuição de tamanho de gota segundo velocidade de mistura (N).

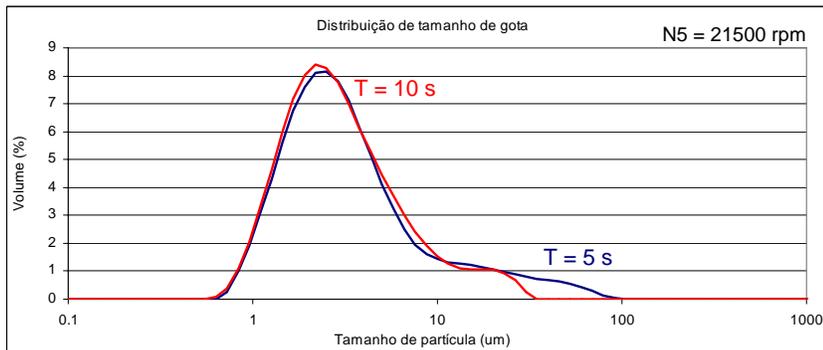


Figura 3.8 Distribuição de tamanho de gota segundo tempo de mistura (T).

Na preparação das emulsões, padronizou-se a posição do dispersor dentro do sistema, a utilização de um béquer de 150 ml de volume como recipiente de mistura, a adição da fase contínua antes da fase interna como a ordem de adição de componentes, assim como, um volume de 140 ml na preparação de cada amostra.

A distribuição de tamanho de partículas das emulsões de gotas pequenas encontra-se na faixa de 0.5 a 10 micrometros. Estas emulsões foram feitas em sua totalidade no Ultra Turrax T-25 de acordo com uma combinação de velocidades e tempos de emulsificação, mostrados na Tabela 3.3.

Emulsão	Óleo	% (O/A)	Velocidade de Mistura (RPM)	Tempo de Mistura (s)	Gotas
3	Tivela S 460	30/70	24000	30	Pequenas
4	Tivela S 460	50/50	24000	45	Pequenas
8	Tivela S 460	5/95	24000	60	Pequenas
11	EMCAplus 350	10/90	24000	30	Pequenas

Tabela 3.3 Características de preparação das emulsões de gotas pequenas.

Por outro lado, as emulsões de gotas grandes possuem uma distribuição de tamanho de gotas entre 0.5 e aproximadamente 100 micrometros. Estas emulsões são produto da mistura de emulsões feitas no Ultra Turrax T-25 e emulsões misturadas manualmente, o que permitiu a obtenção de gotas grandes. As características de preparação das emulsões são apresentadas na Tabela 3.4.

Emulsão	Óleo	% (O/A)	Velocidade de Mistura Turrax (RPM)	Tempo de Mistura Turrax (s)	% (Turrax/Manual)	Gotas
1	Tivela S 460	10/90	13500	6	50/50	Grandes
5	Tivela S 460	5/95	24000	6	30/70	Grandes
10	EMCAplus 350	10/90	13500	6	50/50	Grandes

Tabela 3.4 Características de preparação das emulsões de gotas grandes.

As emulsões misturadas manualmente foram agitadas por 10 segundos em tubos de ensaio com tampa. Um exemplo de mistura para a obtenção de emulsões de gotas grandes é mostrado na Fig. 3.9. As distribuições de tamanho de gotas de cada emulsão são apresentadas na seguinte subseção.

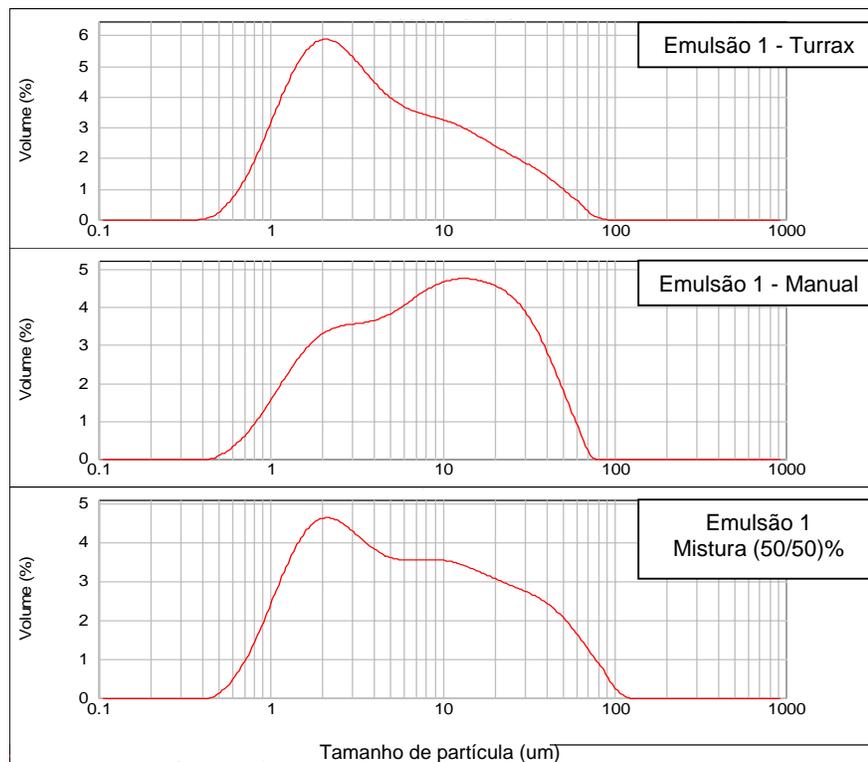


Figura 3.9 Processo de mistura (50/50)% na obtenção de emulsões de gotas grandes.

### 3.1.3 Distribuição de tamanho de gota das emulsões

A distribuição de tamanho de gota caracteriza a morfologia das emulsões, do mesmo modo que a variação da distribuição com o tempo é uma medição da estabilidade do sistema. Embora existam muitas maneiras de ser determinada, para propósitos práticos os métodos utilizados são microscopia, métodos ópticos, de contagem e de sedimentação.

No presente trabalho, o método utilizado para determinar a distribuição de tamanho de gota das emulsões foi o método óptico. Esta medição requereu o uso do Mastersizer 2000, equipamento fabricado pela MALVERN INSTRUMENTS cujo princípio de funcionamento é o espalhamento de um laser através de um dispositivo óptico pelo qual escoa uma amostra de emulsão (Fig. 3.10, Fig. 3.11).

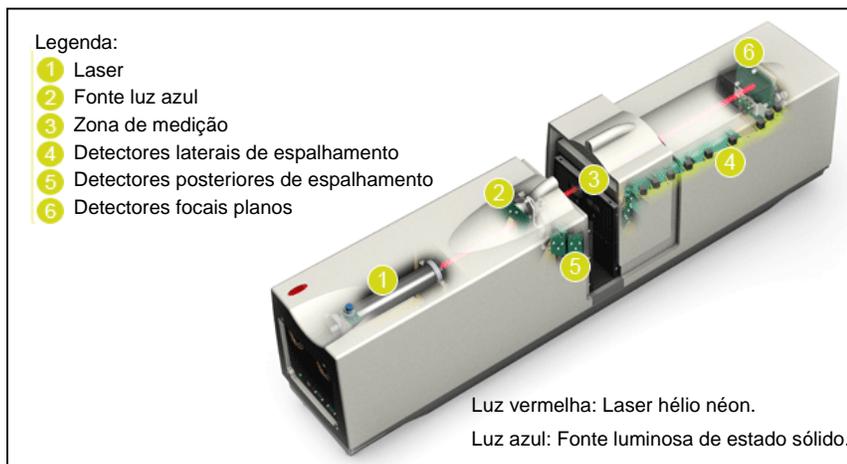


Figura 3.10 Mastersizer 2000. Fonte: Malvern Instruments.

Para efetuar a recirculação da amostra de emulsão através do Mastersizer 2000, o sistema conta com um equipamento de dispersão e bombeio Hydro 2000MU (Fig. 3.11).



Figura 3.11 (a) Hydro 2000MU (b) Sistema Mastersizer 2000.

As distribuições de tamanho de gota das emulsões de gotas pequenas foram:

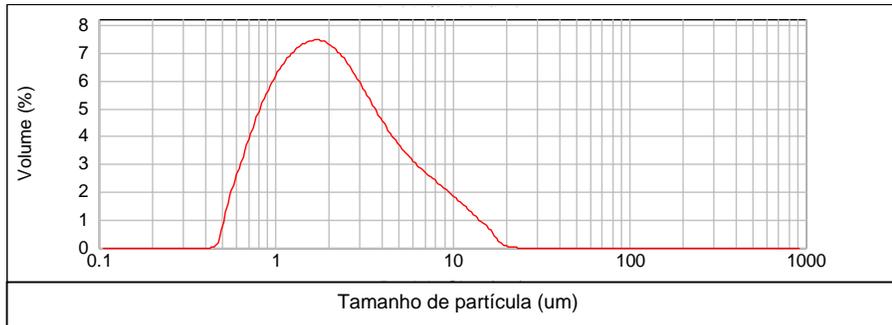


Figura 3.12 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 3.

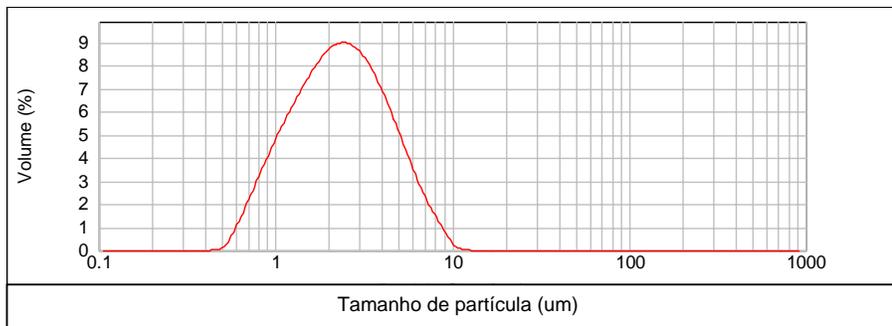


Figura 3.13 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 4.

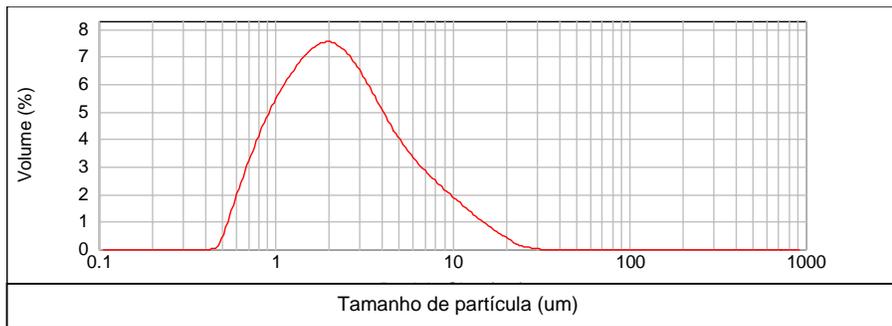


Figura 3.14 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 8.

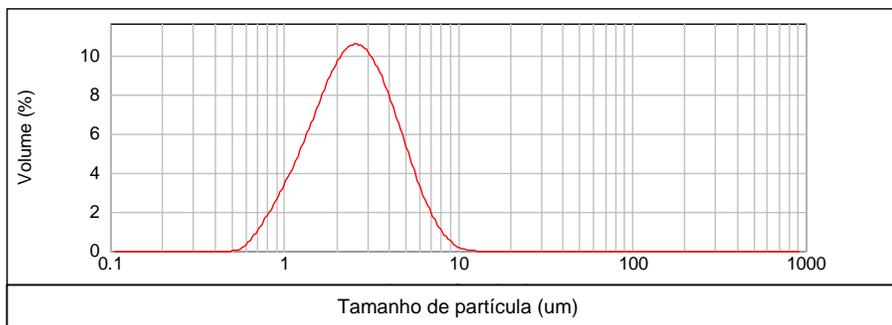


Figura 3.15 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 11.

As distribuições de tamanho de gota para emulsões de gotas grandes foram:

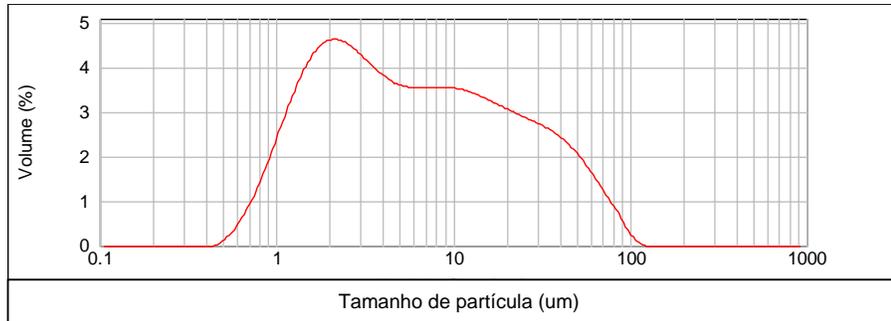


Figura 3.16 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 1.

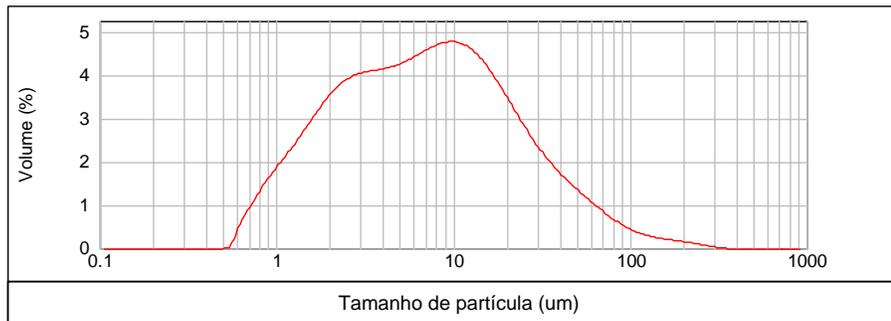


Figura 3.17 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 5.

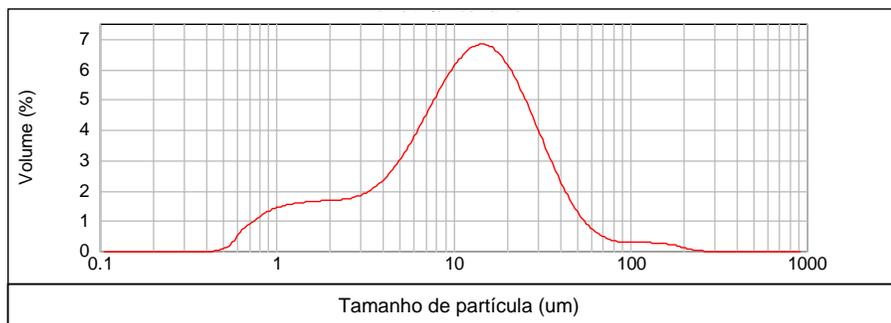


Figura 3.18 Distribuição de tamanho de gota – Emulsão 10.

A distribuição de tamanho de gota nas emulsões foi medida após sua preparação, antes da sua injeção nos capilares, assim como no momento da caracterização reológica, com a finalidade de garantir a coerência dos resultados e verificar a estabilidade do sistema. A Fig. 3.19 mostra a variação da distribuição de tamanho de gota da emulsão 1 após um período de 72 dias.

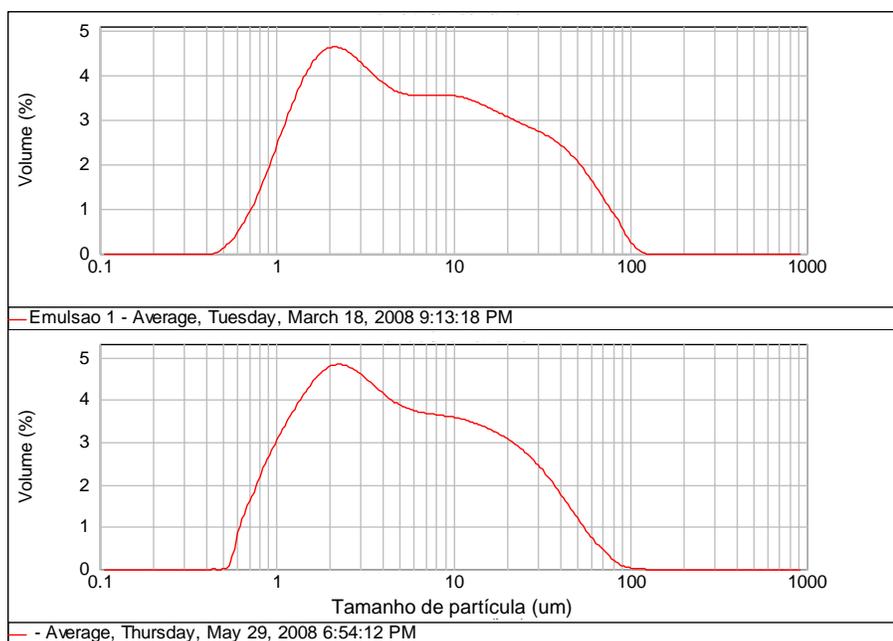


Figura 3.19 Variação da distribuição de tamanho de gota da emulsão 1.

O Mastersizer 2000 além da distribuição de tamanho de gota também fornece algumas dimensões características da amostra. A média da distribuição de volume é expressa como  $d(0.5)$ , que em outras palavras é o valor em micrometros abaixo do qual se encontra o 50% da amostra.  $d(0.9)$  é o tamanho de partícula abaixo do qual cai o 90% da amostra. A Tabela 3.5 mostra um resumo das dimensões características das diferentes emulsões preparadas neste estudo.

Emulsão	Óleo	% (O/A)	$d(0.5)$ (µm)	$d(0.9)$ (µm)	Gotas
3	Tivela S 460	30/70	2.0	7.0	Pequenas
4	Tivela S 460	50/50	2.3	5.2	Pequenas
8	Tivela S 460	5/95	2.2	7.4	Pequenas
11	EMCAplus 350	10/90	2.5	5.0	Pequenas
1	Tivela S 460	10/90	5.7	37.8	Grandes
5	Tivela S 460	5/95	7.0	33.4	Grandes
10	EMCAplus 350	10/90	11.5	35.8	Grandes

Tabela 3.5 Características morfológicas das emulsões.

### 3.1.4 Caracterização reológica das emulsões

O equipamento utilizado para medir a viscosidade das emulsões em função da taxa de cisalhamento foi o reômetro rotacional Anton Paar Physica MCR301.

Todas as medições foram feitas a 25°C utilizando a geometria tipo Couette. O reômetro e a geometria usada são mostrados na Fig. 3.20 e Fig. 3.21.



Figura 3.20 Reômetro Physica MCR301.



Figura 3.21 Geometria Couette.

Os gráficos de viscosidade em função da taxa de cisalhamento das emulsões utilizadas na injeção através de micro-capilares com garganta são mostrados nas Fig. 3.22 e Fig. 3.23.

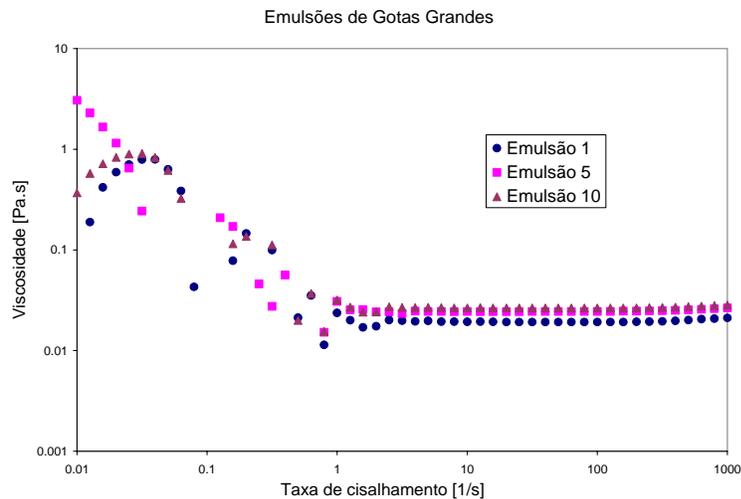


Figura 3.22 Viscosidade em função da taxa de cisalhamento, emulsões 1, 5 e 10.

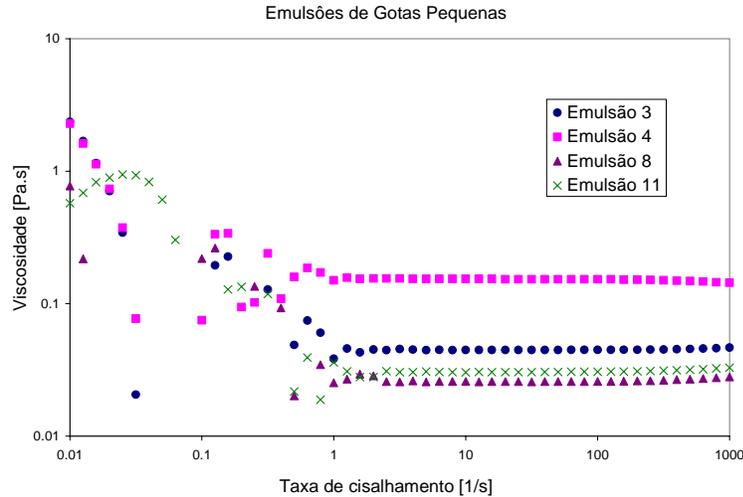


Figura 3.23 Viscosidade em função da taxa de cisalhamento, emulsões 3,4,8 e 11.

A taxa de cisalhamento variou de 0,01 a 1000 1/s. Os dados adquiridos na faixa de 0,01 até aproximadamente  $2,5 \text{ s}^{-1}$  de taxa de cisalhamento não apresentam um comportamento estável, e considerando que nesta faixa de cisalhamento os valores de torque lidos foram muito próximos ao valor de torque mínimo mensurável pelo reômetro ( $0,1 \mu\text{Nm}$ ), estes dados são considerados não confiáveis. Pode-se observar que a viscosidade não varia com a taxa de cisalhamento para valores maiores que  $2,5 \text{ s}^{-1}$ . A taxa de cisalhamento na parede de um tubo pode ser escrita como função da vazão e raio do tubo, conforme a Eq. 3-1, onde  $Q$  é a vazão do escoamento, e  $R$  o raio do duto.

$$\dot{\gamma}_w = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (3-1)$$

Conhecendo as vazões usadas na injeção de emulsões, e considerando o raio interno dos micro-capilares, isto é  $100 \mu\text{m}$  e  $50 \mu\text{m}$  para os capilares de 200 e 100 micrômetros de diâmetro interno respectivamente, utilizou-se a Eq. 3-1 para determinar as taxas de cisalhamento geradas nos micro-capilares, obtendo os valores mostrados na Tabela 3.6.

Taxa de cisalhamento [1/s]			
Vazão	Capilares		
[ml/h]	200/50	100/50	200/20
0.02			7.1
0.03			10.6
0.04	14.1	113.2	14.1
0.05			17.7
0.06			21.2
0.08	28.3	226.4	
0.10			35.4
0.12	42.4	339.5	
0.14			49.5
0.16	56.6	452.7	
0.18			63.7
0.20	70.7	565.9	
0.24	84.9		
0.28	99.0		

Tabela 3.6 Valores de taxa de cisalhamento gerados na injeção de emulsões em capilares com garganta.

Em todos os casos, os valores de taxa de cisalhamento são maiores que  $2.5 \text{ s}^{-1}$ , desta forma, podemos considerar que as emulsões apresentam um comportamento Newtoniano nos experimentos realizados. O valor da viscosidade para cada emulsão foi calculado como a média dos valores de viscosidade correspondentes a uma taxa de cisalhamento na faixa de 10 até  $1000 \text{ s}^{-1}$ . A Tabela 3.7 mostra os valores de viscosidade das emulsões utilizadas neste trabalho.

Emulsão	Óleo	% (O/A)	Gotas	Viscosidade (Pa.s)
1	Tivela S 460	10/90	Grandes	0.0195
3	Tivela S 460	30/70	Pequenas	0.0450
4	Tivela S 460	50/50	Pequenas	0.1513
5	Tivela S 460	5/95	Grandes	0.0248
8	Tivela S 460	5/95	Pequenas	0.0262
10	EMCAplus 350	10/90	Grandes	0.0268
11	EMCAplus 350	10/90	Pequenas	0.0330

Tabela 3.7 Viscosidades das emulsões injetadas nos capilares com garganta.

É preciso mencionar que a glicerina utilizada na preparação da emulsão 1 possuía uma viscosidade menor do que a utilizada nas demais emulsões. Assim também, é preciso ressaltar que as viscosidades das emulsões de gotas pequenas, 8 e 11, são levemente maiores que as viscosidades das emulsões de gotas grandes, 5

e 10. Este incremento pode ser atribuído ao menor tamanho de gotas, que leva a um incremento da superfície interfacial e por tanto numa maior interação entre as gotas [10].

### 3.2 Bancada experimental

Com a finalidade de injetar emulsões em capilares com garganta, a bancada experimental foi constituída de 3 sistemas principais: o sistema de injeção de fluidos, o sistema de medição de diferença de pressão e o sistema de visualização de escoamento. A Fig. 3.24 mostra o esquema de funcionamento da bancada experimental.

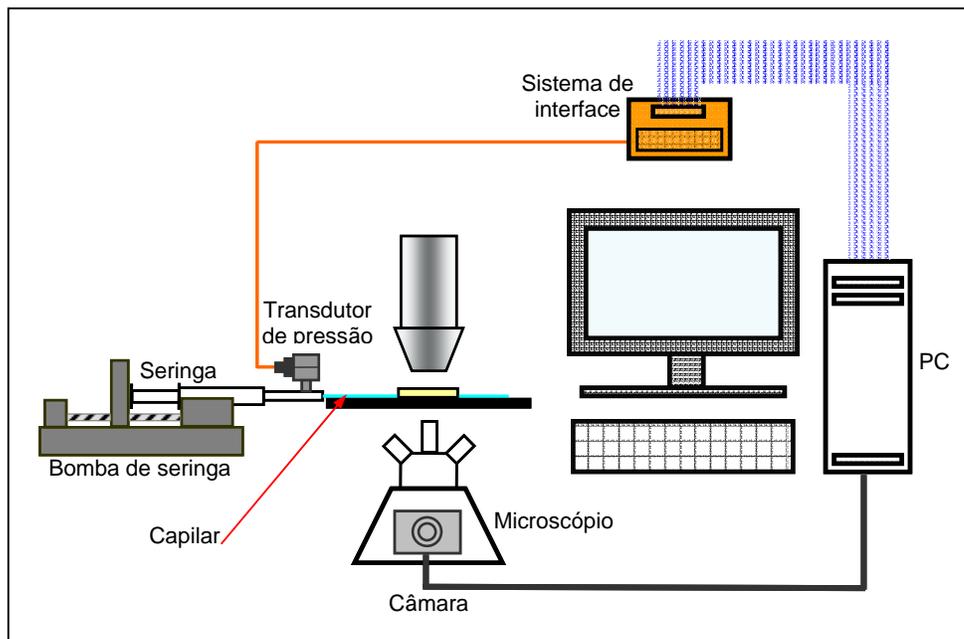


Figura 3.24 Esquema da bancada experimental

A emulsão é injetada utilizando uma bomba de seringa. O micro-capilar é montado sobre um microscópio invertido que permite visualizar o escoamento. Durante todo o processo um transdutor de pressão mede a pressão à montante do capilar. Os dados são transferidos para um computador onde são armazenados. A câmara disposta no microscópio permite tirar fotos e ter uma visualização em tempo real do escoamento, na tela do computador ou num monitor auxiliar. A Fig. 3.25 mostra uma fotografia geral da bancada experimental.



Figura 3.25 Bancada experimental

### 3.2.1

#### Sistema de injeção de fluidos

O sistema de injeção de fluidos é composto pela bomba de seringa, uma seringa, conexões, e os diversos capilares. A bomba de seringa Cole Parmer 780100C mostrada na Fig. 3.26 garante o escoamento de emulsões a diversos valores de vazão constante.



Figura 3.26 Bomba de seringa e seringa utilizada na injeção de emulsões.

As conexões entre seringa e capilar foram projetadas para conter o menor número de elementos e serem as mais rígidas possíveis (Fig. 3.32). Estas conexões também permitem a união do transdutor de pressão ao sistema e facilita o enchimento de emulsões na seringa. A Fig. 3.27 mostra os micro-capilares utilizados na injeção de emulsões. Dois dos capilares possuem diâmetro de 200  $\mu\text{m}$  e gargantas com 20 e 50  $\mu\text{m}$ . O terceiro capilar possui um diâmetro de 100  $\mu\text{m}$ , com uma garganta de 50  $\mu\text{m}$ .

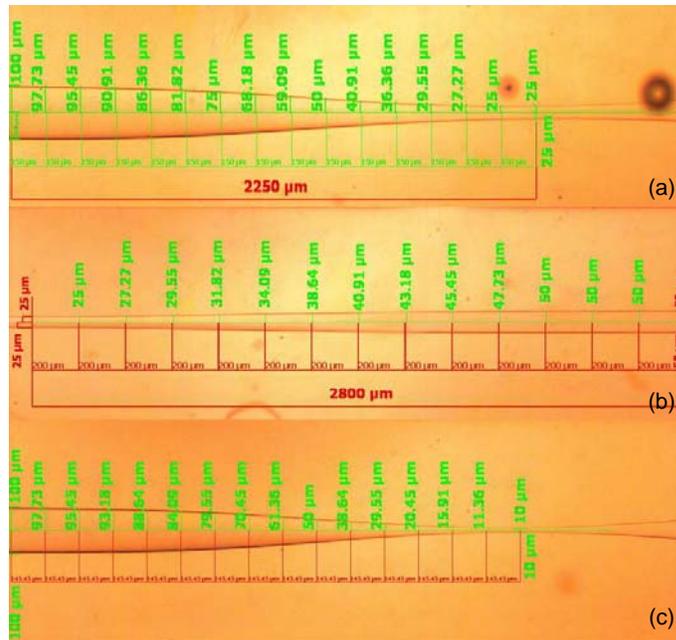


Figura 3.27 (a) Capilar 200/50, (b) capilar 100/50, (c) capilar 200/20.

### 3.2.2 Sistema de medição de diferença de pressão

O sistema de medição de pressão é composto por 4 componentes: um transdutor de pressão, uma placa de terminais externa, uma placa de interface e um computador para controlar o sistema.



Figura 3.28 Transdutor de pressão VALIDYNE DP15TL.

O transdutor de pressão é um transdutor de diafragma VALIDYNE DP15TL de uma precisão de  $\pm 0.5\%$  no total da escala (FS—full scale) incluindo efeitos de linearidade, histerese e repetitividade, mostrado na Fig. 3.28. O transdutor é conectado ao sistema de injeção de fluidos a montante do capilar. A

outra conexão do transdutor está aberta para atmosfera. O valor de voltagem logo depois é transmitido para a placa de terminais VALIDYNE P/N 12871-1 (Fig. 3.29).

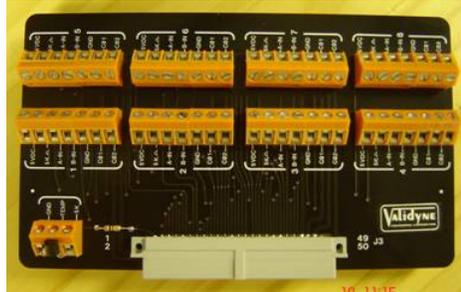


Figura 3.29 Placa de terminais VALIDYNE P/N 12871-1

A placa externa possui uma conexão independente para termopares e 8 conjuntos de terminais que aceitam sinais de diversos tipos de sensores. O sinal analógico é transmitido para a placa de interface VALIDYNE UPC2100 através de um cabo de fita P/N 12870-5 como mostra a Fig. 3.30. A placa de interface é conectada diretamente no computador através de uma porta PCI e possui seu próprio programa de configuração e aquisição de dados EASY SENSE 2100.

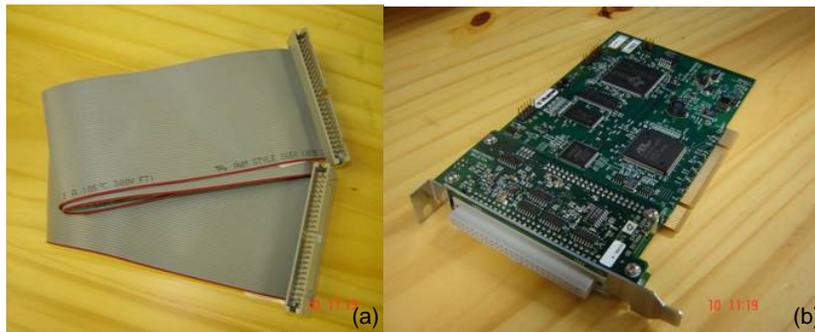


Figura 3.30 (a) Cabo P/N 12870-5, (b) Placa de interface VALIDYNE UPC2100.

O programa EASY SENSE 2100 é compatível com Visual basic e C++ e permite também o armazenamento de dados em Excel. Na janela de configuração do programa é possível realizar a calibração do sensor, colocar o fator de escala, o fator de offset, assim como estabelecer a precisão de leitura de dados e definir o sistema de unidades entre outros. Na janela de aquisição de dados é possível determinar o numero de pontos a ser adquirido ou o tempo de aquisição de dados, o intervalo de aquisição, assim como as unidades de tempo entre outros. No

presente trabalho a aquisição de dados se realizou com um intervalo de 100 milissegundos.

### 3.2.3

#### Sistema de visualização do escoamento através dos capilares

O sistema de visualização é composto por 3 elementos: um microscópio, uma câmara e um computador para controlar o sistema. O microscópio utilizado é um microscópio invertido Carl Zeiss Axiovert 40 MAT, que graças ao seu sistema invertido oferece uma grande liberdade de manipulação além de segurança tanto para o espécime quanto para as objetivas. O microscópio permite a adaptação direta de uma câmara, e através do software AxioVision a integração e controle do microscópio, aquisição de imagens, processamento de imagens, assim como análise, gerenciamento e arquivamento de imagens em um sistema único. Neste trabalho utilizou-se uma câmara PixeLINK PL-A662 própria para aplicações de microscopia. A visualização do escoamento em tempo real também pode ser feita num monitor auxiliar para facilitar o monitoramento da experiência. A Fig. 3.31 mostra o sistema microscópio-câmara na bancada experimental.



Figura 3.31 Microscópio Carl Zeiss Axiovert 40 MAT.

Para melhorar a visualização do escoamento de emulsões através dos capilares, e evitar efeitos de refração, os capilares foram submersos em uma piscina de glicerina. A Fig. 3.32 mostra um detalhe das conexões do sistema de injeção de fluidos, assim como o dispositivo utilizado e a piscina de glicerina para melhorar a visualização do escoamento.

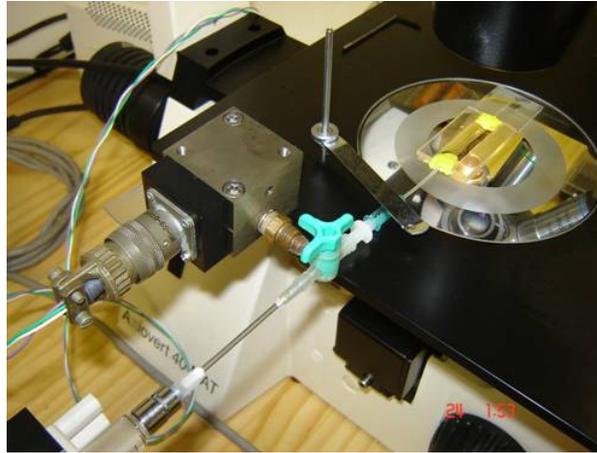


Figura 3.32 Detalhe de conexões do sistema de injeção de fluidos e piscina de glicerina.

### 3.3 Escoamento de emulsões através de micro-capilares

Uma vez obtidas as emulsões desejadas, estas são armazenadas em recipientes de vidro com tampa. Nem sempre as emulsões foram injetadas após sua preparação, por esta razão, antes de encher a seringa com a emulsão é preciso realizar dois passos preliminares. Primeiro, movimentar o recipiente que contém a emulsão com a finalidade de uniformizar a amostra. A quantidade de surfactante adicionado na emulsão garante uma boa resistência à coalescência de gotas, mas é preciso uniformizar a amostra por conta da separação gravitacional que possa ter ocorrido depois de longos períodos de espera. Segundo, é preciso realizar um teste da distribuição de tamanho de gota no Mastersizer para ter certeza da estabilidade da emulsão antes da injeção nos micro capilares.

Uma vez garantido que a emulsão não sofreu nenhuma alteração, a amostra é colocada na seringa. Por intermédio das conexões, o capilar é conectado com a seringa e posteriormente o transdutor de pressão é conectado antes da constrição do capilar. Até este ponto é conveniente fazer uma revisão geral do sistema para garantir a ausência de qualquer bolha de ar que possa afetar a leitura da diferença de pressão. Logo depois, a seringa é colocada na bomba de seringa e o capilar e transdutor de pressão são dispostos sobre a mesa de trabalho do microscópio. Antes de começar a injeção de emulsões é preciso submergir o capilar na piscina de glicerina. Feitos os ajustes de foco no microscópio, é

conveniente verificar a presença de qualquer impureza no sistema que possa atrapalhar o escoamento da emulsão através do capilar.

Para iniciar o escoamento, define-se uma vazão de injeção de emulsão inicial, e espera-se até ter escoamento na saída do capilar. A partir deste momento, são considerados 5 minutos de escoamento para estabilizar o sistema na vazão determinada. Após os 5 minutos, o sistema de aquisição de dados começa a registrar a pressão à montante do capilar por um período de 15 minutos. No final deste período, é fixada uma nova vazão de injeção na bomba de seringa, e novamente 5 minutos é o tempo esperado para estabilizar o sistema antes de começar a aquisição de dados para esta nova vazão.

Durante as diversas etapas de injeção o escoamento é monitorado tanto com o sistema de visualização como com o sistema de medição de pressão, em alerta ante qualquer sinal que possa indicar alguma folga, a presença de impurezas ou qualquer comportamento anormal do sistema. Uma vez finalizada a experiência, a informação adquirida é coletada e salva para sua posterior análise.

### 3.4

#### **Dificuldades encontradas no processo experimental**

Durante o desenvolvimento dos testes experimentais foram encontradas e superadas algumas dificuldades. A seguir são mencionadas algumas destas dificuldades, assim como também algumas recomendações para o aprofundamento de futuras pesquisas nesta área.

Uma das primeiras dificuldades encontradas na parte experimental foi a instabilidade das emulsões. Como foi acima mencionada, esta dificuldade foi superada mediante a escolha adequada dos componentes da emulsão, a adição de surfactante e o aumento da viscosidade da fase contínua. Outra dificuldade encontrada foi a presença de corpos estranhos (impurezas) no escoamento. Para diminuir a probabilidade de ocorrência, todos os elementos envolvidos na preparação e manipulo de emulsões foram devidamente limpos e dispostos para evitar sua contaminação. Assim também, os fluidos que compõem a emulsão foram previamente filtrados. A injeção de fluidos na escala de 20 micrômetros faz com que a presença de qualquer impureza nesta ordem de grandeza possa

atrapalhar as experiências. Para vencer este desafio, qualquer medida adicional que permita trabalhar num ambiente isolado de impurezas será de grande ajuda.

É importante mencionar a relevância de padronizar procedimentos de operação nos testes de laboratório. As emulsões são sistemas sensíveis na sua preparação, portanto, qualquer variação moderada pode influenciar na repetitividade e/ou comparação de resultados.

Certos problemas técnicos em conexão com o estudo de emulsões poderiam ser grandemente simplificados trabalhando com emulsões monodispersas. As emulsões monodispersas são sistemas onde todas as gotas da fase interna têm uma mesma dimensão. Estritamente falando, as emulsões monodispersas não possuem absolutamente todas as gotas do mesmo tamanho, mas são caracterizadas por ter um desvio padrão muito pequeno. O aprofundamento de pesquisas no desenvolvimento de emulsões monodispersas colaboraria de maneira significativa no melhor entendimento do mecanismo de bloqueio seletivo em meios porosos.