3 Formação de emulsões em capilares retos

3.1. Introdução

Conhecer a distribuição de tamanho de gota da fase dispersa de uma emulsão e sua variação ao longo dos processos aos quais é submetida é muito útil para predizer qualitativamente varias propriedades das emulsões. Diferentes parâmetros envolvidos no preparo das emulsões bem como as interações entre estes podem afetar a distribuição de tamanho de gota de uma emulsão e conseqüentemente suas propriedades [9].

Para entender o processo de formação de emulsões em capilares retos é recomendável começar estudando sistemas bem mais simples e ir aumentando gradualmente sua complexidade.

Na literatura, os trabalhos desenvolvidos nesta área são escassos. Durante a pesquisa bibliográfica encontramos como única referência o trabalho de Becher [9]. Neste trabalho o autor realizou um processo de emulsificação em capilares retos de emulsões óleo-em-água (O/A) e selecionou seis parâmetros intervenientes neste processo, desenvolvendo um estudo para determinar o grau de influencia desses parâmetros na distribuição de tamanho de gota na emulsão produzida.

Neste capítulo, apresentamos um dos objetivos do presente trabalho, o estudo parâmetros operacionais envolvidos na formação de emulsões em capilares retos utilizando uma bomba de seringa e emulsões óleo-em-água (O/A) no escoamento laminar.

3.2. Abordagem experimental

A bancada experimental utilizada para a obtenção dos resultados apresentados no presente capítulo foi desenvolvida no Laboratório de Microhidrodinâmica e Escoamento em Meios Porosos (LMMP) do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC - Rio. Os testes foram realizados a uma temperatura de 23 °C controlada pelo sistema de ar condicionado no laboratório.

A abordagem experimental consistiu de dois procedimentos preparatórios: (i) formulação e preparação das fases da emulsão, (ii) montagem da bancada experimental envolvendo o sistema de emulsificação nos capilares retos (agulhas) e medição da distribuição de tamanho de gota.

As dificuldades encontradas durante a abordagem experimental são discutidas na parte final do presente capítulo.

3.2.1. Formulação e preparação das fases da emulsão

Independentemente do mecanismo de emulsificação, o estudo da formação de emulsões requer a preparação sistemática e precisa de suas fases constitutivas e do controle dos processos físico-químicos de sua preparação. Assim a interpretação dos resultados obtidos permitirá elucidar os fenômenos que interferem no processo de emulsificação. A seguir, descrevemos detalhadamente o procedimento utilizado no preparo de cada uma das fases, bem como a determinação das propriedades mais importantes das mesmas. Na parte final desta seção apresentamos uma tabela com as propriedades das fases da emulsão utilizadas nesse estudo.

3.2.1.1. Preparação e caracterização da fase contínua

Na formulação da fase contínua das emulsões, utilizamos uma solução de 15% em volume de água, 85% em volume de glicerina (Glicerol, $C_3H_5(OH)_3$) e dodecil sulfato de sódio (SDS, $C_{12}H_{25}SO_4Na$) como surfactante a uma concentração de três vezes sua concentração micelar crítica (CMC_{SDS} = 2,3 g/l). Na tabela 3.1 resumimos a composição e concentração da fase contínua.

	85% Glicerina
Fase contínua	15% Água destilada
	6,9 g/l de SDS

Tabela 3.1 Componentes e concentração da fase contínua.

Para o preparo da fase contínua colocamos a água destilada num béquer e adicionamos o surfactante. Na seqüência realizamos a mistura da solução aquosa no agitador magnético Fisatom 754A até a completa dissolução do surfactante. Finalmente, durante a mistura, adicionamos lentamente a glicerina até obter uma solução completamente homogênea. A figura 3.1 mostra o processo de homogeneização dos componentes da fase contínua no agitador magnético.



Figura 3.1 Processo de homogeneização da fase contínua.

Após a homogeneização, realizamos a microfiltração a vácuo da fase contínua utilizando uma unidade de filtração Nalgene[®] - Modelo 130-4045 em conjunto com uma bomba de vácuo QUIMIS Q355D2. A unidade de filtração possui uma membrana com um tamanho de malha de 0,45 micrometros utilizada no intuito de eliminar qualquer possível impureza que possa comprometer o escoamento dos fluidos através dos capilares. Na figura 3.2 mostramos o processo de filtração da fase contínua.



Figura 3.2 Processo de filtração da fase contínua.

A caracterização da fase contínua e dispersa das emulsões foi realizada no Laboratório de Caracterização de Fluidos (LCF) da PUC – Rio.

Para a determinação da densidade da fase contínua foi utilizado um picnômetro de 25 ml e uma balança Ohaus modelo Explorer de ±0,0001 g de exatidão. Os dois equipamentos utilizados são mostrados na figura 3.3. A densidade da fase contínua a 23 °C é obtida a partir das medidas de massa e volume: $\rho = 1,2222$ g/cm³.



Figura 3.3 Picnômetro e balança utilizados na determinação da massa específica da fase contínua.

A medida da tensão superficial σ , foi realizada utilizando o tensiômetro Lauda VO 2001, mostrado na figura 3.4. O tensiômetro utiliza o método do anel. Para a determinação da tensão superficial da fase contínua, o anel é submerso na solução como mostrado na figura 3.5. A força requerida para o anel ultrapassar a superfície da solução é medida e esta força é dividida pela circunferência do anel e corrigida por um fator geométrico. O método do anel é confiável e conveniente entre os valores de tensão superficial e tensão interfacial comumente encontrados em água, hidrocarbonetos bem como em misturas de água/hidrocarbonetos e água/hidrocarbonetos/surfactante ($\sigma > 1,0$ mN/m). O valor da tensão superficial da fase contínua determinado a uma temperatura de 23 °C foi de 41,5 mN/m.



Figura 3.4 Tensiômetro Lauda VO 2001.



Figura 3.5 Medição da tensão superficial da fase contínua no tensiômetro Lauda VO 2001.

A viscosidade dinâmica ν da fase contínua foi determinada utilizando um viscosímetro Canon-Fenske que trabalha submerso em um banho termostático e em conjunto com uma bomba de vácuo para levar o fluido a ser testado até a posição desejada, como mostrado na figura 3.6. O banho termostático é usado para garantir uma temperatura estável e para que não aconteça nenhuma variação da viscosidade devido a mudanças de temperatura. Neste trabalho a temperatura do banho termostático foi fixada em 23 °C. As figuras 3.6 e 3.7 mostram o viscosímetro e o conjunto viscosímetro, banho termostático e bomba de vácuo.

O princípio de medição do viscosímetro de Cannon-Fenske consiste em medir o intervalo de tempo que certa quantidade de volume de fluido demora em escoar através do capilar. A viscosidade cinemática é calculada pela equação (3-1) em função tempo t, da constante do viscosímetro C que por sua vez é função do diâmetro do tubo capilar D, do ângulo de inclinação do mesmo θ e do volume de fluido V a escoar no capilar.

$$v = \frac{\mu}{\rho} = \frac{\pi D^4}{128V} g \cos\theta t = Ct$$
(3-1)

Sendo, g a gravidade. O valor da viscosidade cinemática determinada através da equação (3-1) para a fase contínua a 23 °C foi de 88.48 mm²/s.

$$\mu = v \cdot \rho$$



Figura 3.6 Viscosímetro de Canon-Fenske.

(3-2)



Figura 3.7 Viscosímetro de Canon-Fenske junto à bomba de vácuo.

Mediante a equação (3-2) calculamos a viscosidade dinâmica da fase contínua, resultando em 108,14 mPa.s.

3.2.1.2. Preparação da fase dispersa

Com o intuito de diminuir o efeito da segregação gravitacional entre as fases, utilizamos como fase dispersa em todos os experimentos o óleo sintético SHELL Tivela S 460, cuja densidade é próxima da água.

Similarmente à fase contínua, a viscosidade dinâmica foi determinada empregando dados experimentais de densidade e viscosidade cinemática, medidas usando os mesmos procedimentos experimentais descritos na seção 3.2.1.1.

Antes da utilização do óleo SHELL Tivela S 460 na preparação das emulsões é muito importante realizar a filtração do mesmo, para eliminar qualquer impureza que possa interferir no escoamento da emulsão nos capilares. O processo de filtração é idêntico ao utilizado para a fase contínua (ver figura 3.8), porém desta vez foi utilizada uma membrana com uma malha de 0,22 micrometros, isto foi para garantir que o óleo utilizado na formação de emulsões esteja livre de possíveis impurezas.

A densidade da fase dispersa foi determinada usando o mesmo método e equipamentos empregados para a fase contínua. O valor da densidade determinada a 23 °C foi de 0,9971 g/cm³ (997,1 kg/m³).

De igual maneira, a tensão superficial da fase dispersa foi determinada com o mesmo equipamento e procedimento descrito anteriormente para a fase contínua. A tensão superficial da fase dispersa a 23°C foi de 45,9 mN/m.

A viscosidade cinemática obtida para a fase dispersa a 23 °C foi de 1194 mm^2/s , obtendo-se um valor de viscosidade dinâmica através da equação (3-2) de 1190,54 mPa.s.



Figura 3.8 Processo de filtração do óleo Tivela S 460.

Na tabela 3.2 apresentamos os valores das propriedades de cada fase das emulsões determinadas a uma temperatura de 23 °C.

Fase	$\rho\left(\frac{kg}{m^3}\right)$	$\sigma\left(\frac{mN}{m}\right)$	$\mu\left(mPa\cdot s\right)$
Contínua	1222,0	41,5	108,1402
Dispersa	997,1	45,9	1190,54

Tabela 3.2 Propriedades das fases contínua e dispersa das emulsões determinadas experimentalmente a 23 °C.

3.2.2. Procedimento experimental para o processo de emulsificação

Nesta seção descrevemos o processo de formação de emulsões utilizando uma concentração de 10% da fase óleo (dispersa). Na tabela 3.3 mostramos a concentração percentual de cada fase utilizada no preparo das emulsões.

Fase	Contínua	Dispersa
Concentração (% Volume)	90	10

Tabela 3.3 Concentração das fases utilizadas no estudo de formação de emulsões em capilares.

Para a formação das emulsões usamos uma bomba de seringa emulsificadora Cole – Parmer®, mostrada na figura 3.9, para fazer escoar as fases através de capilares (agulhas) levando assim a emulsificação dos fluidos.

A bomba de seringa como seu nome o indica trabalha com duas seringas de vidro Popper MICRO-MATE de 10 cm³ de capacidade volumétrica que possuem ponta com conexão luer lock e encaixam exatamente nas bases de sustentação da bomba. As conexões luer lock das seringas permitem conectá-las hermeticamente a um capilar, como mostrado na figura 3.9, através do qual a emulsão escoa.



Figura 3.9 Bomba de seringa Cole - Parmer®.

A bomba de seringa é constituída por um motor de passo controlado por um microprocessador (micro-passo) cujo princípio de funcionamento consiste em movimentar um parafuso sem fim através de um mecanismo de correia e roldana. Desta forma, o pistão da bomba movimenta-se ao longo de uma linha reta com velocidade constante mantendo fixa a taxa volumétrica de injeção do fluido [33].

No processo de emulsificação utilizamos três capilares de diferentes diâmetros internos ϕ_i . A tabela 3.4 apresenta o diâmetro de cada capilar utilizado, também ilustrados na figura 3.10.

Capilar	Diâmetro interno do capilar
	ϕ_i (mm)
16	1,194
18	0,838
20	0,584

Tabela 3.4 Descrição dos capilares utilizados para a formação de emulsões segundo os diâmetros internos.



Figura 3.10 Capilares.

Os parâmetros de operação avaliados no processo de formação de emulsões em capilares foram a vazão de injeção controlada pela bomba de seringa, o diâmetro interno do capilar e o tempo de residência ou tempo de emulsificação. Esse último parâmetro foi medido com um cronômetro CRONOBIO SW2018, com uma exatidão de 0,01 s. Uma vez descritos os equipamentos e materiais utilizados, procedemos a detalhar o procedimento experimental seguido para a realização de cada um dos testes.

Para o preparo das emulsões com uma relação percentual volumétrica de 90/10 entre as fases (contínua/dispersa), vertemos 1 ml de óleo Tivela S 460 e 9 ml de fase contínua em uma das seringas de vidro.

Posteriormente conectamos a segunda seringa à anterior através do capilar formando assim um sistema fechado, tomando previamente o cuidado de expulsar todo o ar contido nas seringas e no capilar. A seguir, colocamos o sistema seringas-capilar nas bases de sustentação da bomba, e prendemos as seringas a cada base de sustentação utilizando os parafusos de segurança da bomba, como mostrado na figura. 3.11.

A vazão de injeção, o volume inicial total das fases, diâmetro das seringas são inseridos no controlador da bomba e a mesma é operada em modo de injeção contínua.

A emulsificação das fases é desenvolvida automaticamente pela bomba ao forçar a passagem da mistura de líquidos de uma seringa à outra através do capilar. A passagem das fases através do capilar é ilustrada na figura 3.12 e realizada por intervalos de tempo controlado, também denominados tempo de residência. Estes são os intervalos de tempo nos quais os fluidos estão escoando unicamente através do capilar. Porém, nesse trabalho foi considerado um tempo de experimento o qual inclui o tempo de escoamento no capilar (tempo de residência) mais o tempo que a emulsão permanece na seringa esperando a passagem através do capilar.



Figura 3.11 Seringas colocadas na bomba antes de iniciar o processo de emulsificação.



Figura 3.12 Escoamento das fases através dos capilares.

Para analisar o efeito da vazão, do diâmetro do capilar e do tempo de residência no tamanho de gota das emulsões produzidas, foi repetido o procedimento descrito acima empregando três vazões de injeção, três tamanhos de capilares e cinco tempos de experimento. As vazões utilizadas foram 1,33 x 10⁻⁷; 1,67 x 10⁻⁷ e 2,0 x 10⁻⁷ m³/s (8,0; 10,0 e 12,0 ml/min respectivamente), os capilares empregados foram descritos na tabela 3.4 e os tempos de experimento selecionados foram 1800, 3600, 5400, 7200 e 9000 s. Na tabela 3.5 apresentamos os valores de diâmetro do capilar e vazão para cada um dos tempos de experimento. Experimentos adicionais foram realizados para outras vazões e tempos de experimento com o intuito de esclarecer o efeito dessas variáveis nas características das emulsões produzidas, esses experimentos adicionais são resumidos na tabela 3.6. Para o capilar 16 e tempo de experimento de 9000 s foram realizados testes às vazões de injeção de 1,67 x 10^{-8} ; 6,67 x 10^{-8} e 1,17 x 10^{-1} 7 m³/s (1,0; 4,0 e 7,0 ml/min respectivamente). Também foram realizados experimentos com o capilar 20 para um tempo de experimento de 300 s além dos já indicados na tabela 3.5.

Experimento #	Vazão, Q $\left(\frac{m^3}{s}\right)$	Especificações do capilar	
		Diâmetro interno, ϕ_i (m)	Número de capilar
1	1,33 x 10 ⁻⁷		
2	1,67 x 10 ⁻⁷	1,194 x 10 ⁻³	16
3	2,00 x 10 ⁻⁷		
4	1,33 x 10 ⁻⁷		
5	1,67 x 10 ⁻⁷	8,380 x 10 ⁻⁴	18
6	2,00 x 10 ⁻⁷		
7	1,33 x 10 ⁻⁷		
8	1,67 x 10 ⁻⁷	5,840 x 10 ⁻⁴	20
9	2,00 x 10 ⁻⁷		

Tabela 3.5 Condições experimentais para a formação de emulsões para todos os tempos de experimento (1800, 3600, 5400, 7200 e 9000 s).

Experimento # Vazão, Q $\left(\frac{n}{2}\right)$	$\mathbf{V}_{a} = \tilde{\mathbf{n}}_{a} \left(m^{3} \right)$	Especificações do capilar	
	V azao, $Q\left(\frac{-s}{s}\right)$	Diâmetro interno, ϕ_i (m)	Número de capilar
10	1,67 x 10 ⁻⁸		
11	6,67 x 10 ⁻⁸	1,194 x 10 ⁻³	16
12	1,17 x 10 ⁻⁷		

Tabela 3.6 Condições experimentais adicionais para a formação de emulsões para o tempo de experimento de 9000 s.

3.2.3. Caracterização da distribuição de tamanho de gota das emulsões

No presente trabalho, utilizamos o método de dispersão de luz para determinar a distribuição de tamanho de gota da fase dispersa das emulsões produzidas. Para tanto, utilizamos o analisador de partículas Mastersizer 2000 (Malvern Instruments) cujas principais partes são ilustradas na figura 3.13.



Figura 3.13 Ilustração dos componentes do analisador de partículas Mastersizer 2000. [34].

O principio de funcionamento do Mastersizer é o espalhamento de um feixe de luz (laser) através de um dispositivo óptico pelo qual escoa a amostra de fluido analisada. Quando o feixe colimado encontra partículas na amostra, parte do laser é difratado e, subseqüentemente, focado, por meio de lentes no detector. Quanto menor o tamanho das partículas, maior será o ângulo de difração. O esquema do principio de determinação da distribuição do tamanho de partículas por difração a laser é ilustrado na figura 3.14 [34, 35].



Figura 3.14 Princípio de determinação da distribuição do tamanho de partículas por difração a laser [35].

A recirculação e escoamento da amostra analisada de através do Mastersizer 2000, é realizada pelo equipamento de dispersão e bombeio Hydro 2000MU que complementa o analisador de partículas. Na figura 3.15 mostramos o Hydro 2000MU e o Mastersizer 2000.



Figura 3.15 Ilustração do Hydro 2000MU e o Mastersizer 2000.

O Mastersizer 2000 possui um software que apresenta em forma gráfica a distribuição percentual em volume da fase dispersa em função do diâmetro da gota como mostrado na figura 3.16. Além da distribuição o software fornece três valores de diâmetros característicos da amostra denotados como d(0,1); d(0,5) e d(0,9).

O d(0,1) é o diâmetro máximo de gota do volume de 10% da fase dispersa da emulsão analisada. Do mesmo modo, d(0,9) é o diâmetro máximo de gota do volume de 90% da fase dispersa emulsão analisada. Finalmente, o d(0,5) é o parâmetro que divide a distribuição percentual de volume obtida exatamente na metade, ou seja, 50% do volume total das gotas da fase dispersa encontram-se abaixo do valor de d(0,5) e 50% encontram-se acima dele. Nesse estudo analisaremos os resultados em função do d(0,5).

Outro parâmetro estudado nessa análise é a razão da área superficial pelo volume da fase dispersa A_T/V_T , que é também calculada pelo software do Mastersizer 2000 sob o nome de superfície específica.



Figura 3.16 Exemplo de um resultado de distribuição percentual de tamanho de gota fornecido pelo software do Mastersizer.

3.2.4. Dificuldades encontradas na abordagem experimental

Durante o desenvolvimento dos testes experimentais foram encontradas e superadas várias dificuldades. A seguir descrevemos os problemas encontrados, assim como também algumas recomendações para futuros estudos nesta linha de pesquisa.

É importante que durante o processo de emulsificação na bomba de seringa, o sistema seringa-capilar não tenha bolhas de ar que criem perturbações por compressão das mesmas dificultando a passagem dos fluidos através do capilar. As bolhas foram eliminadas retirando as seringas da bomba emulsificadora e colocando-as em posição vertical, logo depois, esperar a segregação das bolhas de ar até a saída do capilar para serem logo expulsas do sistema movimentando cuidadosamente o embolo da seringa. É importante tomar cuidado durante o processo de expulsão das bolhas de ar, para evitar perder grandes quantidades das fases que possam comprometer a composição da emulsão bem como o processo de emulsificação.

Outra dificuldade encontrada foi a presença de partículas na vidraria. Para diminuir a influência de impurezas na formação das emulsões através dos microcapilares, os materiais envolvidos no preparo e manipulação das emulsões foram devidamente limpos para evitar a contaminação das fases.

As emulsões são sensíveis aos métodos e procedimentos de preparo [19]. Desta forma, nos testes desenvolvidos é recomendável utilizar procedimentos padrões que permitam garantir repetitividade nos resultados, tornando possível a comparação entre os mesmos. Neste trabalho tomamos cuidado seguindo metodicamente o mesmo procedimento na formulação e preparo das fases assim como na formação das emulsões nos capilares.

3.3. Resultados experimentais

As emulsões formadas sob as condições e procedimento experimental descrito na seção anterior foram relativamente monomodais e uniformes. Todos os resultados experimentais obtidos apresentaram uma tendência razoável e esperada para cada parâmetro avaliado.

Nesta seção apresentamos os resultados experimentais obtidos na formação de emulsões em capilares retos para cada condição de operação (Tabelas 3.5 e 3.6). Nos resultados, além de estudar a distribuição de diâmetro de gota em função do tempo de experimento, foram relacionados o diâmetro de gota em função das variáveis de operação, taxa de cisalhamento e da energia dissipada no escoamento. Para o estudo do efeito do tempo de experimento na distribuição de tamanho de gota foram realizados um total de 51 testes.

A figura 3.17 apresenta o efeito do tempo de experimento na distribuição de tamanho de gota obtida para a condição experimental # 8 da tabela 3.7. Podemos observar que inicialmente, a maioria das gotas são grandes e que com o aumento do tempo de experimento do escoamento, as mesmas são quebradas gerando gotas menores devido a passagem contínua dos fluidos através do capilar. Após um tempo de experimento crítico, neste caso t = 7200 s a maior parte das gotas foram quebradas e a distribuição de tamanho de gota não muda significativamente.



Figura 3.17 Distribuição de tamanho de gota para a condição experimental #8 da tabela 3.7 para os tempos de experimento de 1800 s (a), 5400 s (b), 7200 s (c), 9000 s (d).

As figuras 3.18 e 3.19 mostram o d(0,5) da emulsão formada no capilar 20 e 16 em função do tempo de experimento para uma vazão de 1,67 x 10^{-7} e 2,00 x 10^{-7} m³/s respectivamente. A primeira mostra claramente o efeito do tempo de experimento no tamanho médio de gota. Nesse caso o d(0,5) diminui com o tempo de tempo do experimento até um valor crítico a partir do qual a sua magnitude não muda significativamente. A segunda mostra um efeito similar do tempo de experimento, porém o d(0,5) crítico não é atingido, mas observamos o inicio desta tendência.

Durante o processo de emulsificação as duas fases contidas na seringa foram forçadas a passar em forma cíclica e contínua através do capilar submetendo por tanto a mistura a uma soma de esforços de cisalhamento que causam a deformação da fase dispersa e finalmente sua quebra.

O aumento do tempo de emulsificação das fases implica uma maior dissipação de energia ao sistema e conseqüentemente as gotas de óleo serão submetidas a maiores esforços de cisalhamento. Como resultado deste processo, mais quebra de gota é promovida progressivamente até um valor de tempo crítico a partir do qual cessa o processo de quebra de gotas. As gotas já são pequenas o suficiente que sua deformação não leva a quebra.

As figuras também apresentam o efeito do diâmetro interno do capilar ϕ_i . Para o menor diâmetro de capilar (capilar 20, $\phi_i = 0,584 \text{ mm}$) a maior redução de diâmetro médio de gota ocorre na faixa de tempo entre 480 e 2400 s, a partir deste tempo o diâmetro médio de gota diminui pouco até chegar a um valor estável em 7200 s. No caso do capilar maior (capilar 16, $\phi_i = 1,194 \text{ mm}$) a redução do diâmetro médio de gota ocorre seqüencialmente e quase proporcionalmente. Portanto, podemos concluir que menores diâmetros de capilares criam maiores esforços sobre as gotas que escoam através deles em tempos muito menores de forma que o processo de quebra de gota é acelerado.



Figura 3.18 Efeito do tempo de experimento no d(0,5) para uma vazão de 1,67 x 10^{-7} m³/s no capilar 20.



Figura 3.19 Efeito do tempo de experimento no d(0,5) para uma vazão de 2,00 x 10^{-7} m³/s no capilar 16.

A figura 3.20 apresenta o efeito da vazão de injeção no diâmetro médio de gota d(0,5) das emulsões produzidas. Como na análise de resultados do efeito do tempo de experimento, associamos o comportamento do tamanho de gota da emulsão apresentado na figura 3.20 ao incremento dos esforços de cisalhamento exercidos sobre as fases no capilar. Na medida em que aumentamos a vazão de injeção, as deformações e quebra das gotas de óleo tornam-se mais intensas e conseqüentemente reduze-se o tamanho de gota da fase dispersa.



Figura 3.20 Efeito da vazão no d(0,5) para um tempo de experimento de 9000 s e as fases escoando através do capilar 18.

Para analisar os resultados experimentais de d(0,5) em função da taxa de deformação, da energia dissipada no escoamento no processo de quebra de gotas, calculamos a taxa de cisalhamento e o trabalho dissipado no escoamento da emulsão para cada capilar e vazão, assumindo que as fases se comportam como um fluido Newtoniano⁵. Sob estas condições as equações que descrevem a taxa de

⁵ Fluidos nos quais a tensão de cisalhamento é diretamente proporcional à taxa de deformação.

cisalhamento γ e o trabalho dissipado no escoamento da emulsão W_e num capilar reto são dadas por:

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} \tag{3-1}$$

$$W_e = \frac{8\mu LQ^2}{\pi R^4}t \tag{3-2}$$

Onde Q é a vazão de injeção, R o raio do capilar, μ é a viscosidade da fase contínua, L o comprimento do capilar e t o tempo de residência.

A seguir apresentamos os resultados do diâmetro médio de gota e superfície específica em função da taxa de cisalhamento e do trabalho dissipado no escoamento.

Salientamos que nos gráficos das figuras 3.21, 3.22, 3.23 e 3.24, os pontos correlacionados correspondem a diferentes vazões, sendo a forma dos marcadores associadas ao diâmetro do capilar, e a cor dos mesmos ao tempo de experimento.

Na figura 3.21 mostramos os resultados do diâmetro médio de gota d(0,5)em função da taxa de cisalhamento para todos os capilares, vazões e tempos de experimentos estudados neste trabalho. Podemos observar que cada capilar caracteriza uma determinada faixa de taxa de cisalhamento.

Analisando as variáveis envolvidas no cálculo da taxa de cisalhamento (vazão de injeção Q e raio do capilar R), observamos que na medida em que aumentamos a vazão de injeção, a taxa de cisalhamento aumenta e as deformações e quebra das gotas de óleo tornam-se mais intensas, reduzindo conseqüentemente o tamanho de gota da fase dispersa. Por outro lado, analisando os resultados em função do tamanho dos capilares, observamos que uma forte redução no diâmetro do capilar diminui consideravelmente a seção transversal efetiva para o escoamento, produzindo conseqüentemente um incremento na taxa de cisalhamento à que são submetidas as gotas de fase dispersa, promovendo desta maneira uma maior quebra de gota.



Figura 3.21 Diâmetro médio de gota da fase dispersa d(0,5) em função da taxa de cisalhamento.

A figura 3.22 mostra os resultados da superfície específica A_T / V_T em função da taxa de cisalhamento para todos os capilares, vazões e tempos de experimento estudados neste trabalho. Os resultados apresentados mostram que na faixa de parâmetros analisada, a partir de $\dot{\gamma} \approx 5000 \text{ s}^{-1}$. O diâmetro médio de gota d(0,5) e a superfície específica tornam-se quase constante.



Figura 3.22 Superfície específica da fase dispersa (A_T / V_T) em função da taxa de cisalhamento.

Na figura 3.23 apresentamos os resultados do diâmetro médio de gota d(0,5) em função do trabalho dissipado no escoamento da emulsão. Observamos, como esperado, que a medida que o trabalho dissipado aumenta o tamanho de gota diminui. No entanto, o tamanho de gota não apresenta uma tendência bem definida nos valores máximos de trabalho atingidos nos testes. Porém, nestes valores observamos pouca variação de tamanho de gota, comportamento que podemos considerar o inicio da tendência assintótica deste parâmetro.



Figura 3.23 Diâmetro médio de gota da fase dispersa d(0,5) em função do trabalho dissipado no escoamento (W_e) .

A figura 3.24 apresenta os resultados da superfície especifica em função do trabalho dissipado no escoamento. A superfície específica aumenta com a diminuição do diâmetro do capilar devido ao aumento do trabalho dissipado no escoamento. Nos valores máximos de trabalho, podemos observar o inicio de uma tendência assintótica a partir da qual não ocorre um considerável aumento da superfície específica mesmo com aumento do trabalho dissipado.



Figura 3.24 Área superficial específica da fase dispersa (A_T / V_T) em função do trabalho dissipado no escoamento (W_e) .

Finalmente, na figura 3.25 apresentamos os valores de superfície específica em função do tempo de residência para o capilar 20 e vazões de 1,33 x 10^{-7} ; 1,67 x 10^{-7} e 2,00 x 10^{-7} m³/s. Neste gráfico observamos o aumento da superfície especifica com o aumento do tempo até atingir um valor assintótico. A partir de um tempo crítico observamos que a superfície específica não muda significativamente devido ao cesse da quebra de gota.



Figura 3.25 Superfície específica em função do tempo de experimento para o capilar 20 e as vazões de 1,33 x 10^{-7} m³/s; 1,67 x 10^{-7} m³/s e 2,00 x 10^{-7} m³/s.

3.4. Comentários finais

Foram preparadas emulsões óleo-em-água usando uma bomba de seringa emulsificadora Cole – Parmer® para estudar os parâmetros experimentais que afetam o tamanho de gota das emulsões produzidas: tempo de experimento, vazão de injeção e diâmetro do capilar. Como esperado, os resultados experimentais mostraram que o diâmetro médio d(0,5) das emulsões diminui com a redução do diâmetro do capilar. Por outro lado, os resultados mostraram uma relação inversamente proporcional entre o diâmetro médio de gota da fase dispersa com o tempo de residência e a vazão de injeção. Portanto, as características das emulsões produzidas são fortemente dependentes dos parâmetros de operação (tempo de residência, vazão de injeção e diâmetro do capilar) no processo de emulsificação.

Nesse estudo foram identificadas correlações entre o diâmetro médio, a taxa de cisalhamento, o trabalho dissipado no escoamento da emulsão e a superfície específica da fase dispersa. Isto sugere que controlando o tamanho do capilar, vazão de injeção e tempo de residência é possível obter emulsões com tamanhos de gota desejados.

Para analisar como as propriedades interfaciais dos fluidos afetam a formação das gotas no processo de emulsificação, é necessário realizar mais estudos experimentais que esclareçam o desenvolvimento deste complexo processo. Finalmente, recomendamos para trabalhos futuros o estudo do efeito da natureza e concentração do surfactante bem como o efeito da relação de viscosidades das fases da emulsão sobre o tamanho de gota da fase dispersa.