

3 Estudo Experimental

O estudo experimental para o desenvolvimento desta dissertação foi realizado nas instalações do Laboratório de Microfluidodinâmica e Escoamentos em Meios Porosos do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio. O objetivo foi determinar a variação na distribuição dos tamanhos de gotas de uma emulsão O/A ao passar por um dispositivo que submete as gotas da fase dispersa a uma deformação cisalhante e extensional.

3.1. Descrição da bancada experimental

Um esquema gráfico da bancada experimental pode ser visto na Figura 3-1. Os desenhos técnicos do dispositivo (item 13) encontram-se no Apêndice C desta dissertação.

Compondo a bancada experimental estão:

1. um tanque com capacidade de 60 litros onde se encontra a emulsão (será referido apenas como tanque);
2. um agitador mecânico Fisatom 722D para preparação e manutenção da emulsão;
3. uma mangueira de 1 ¼ pol que conduz a emulsão do tanque até uma bomba de cavidades progressivas;
4. uma bomba de cavidades progressivas marca VALGE modelo VGDA20, com ponto ótimo de operação 0,79 m³/h. Esta bomba é a responsável pela energia necessária para bombear os fluidos através do circuito;
5. um motor elétrico marca VOGES modelo B71a4 acoplado à bomba;
6. um variador de frequência da marca WEG modelo CFW080026S2024PS2, acoplado ao motor, para que fosse possível variar a rotação da bomba e, conseqüentemente, a vazão no experimento;

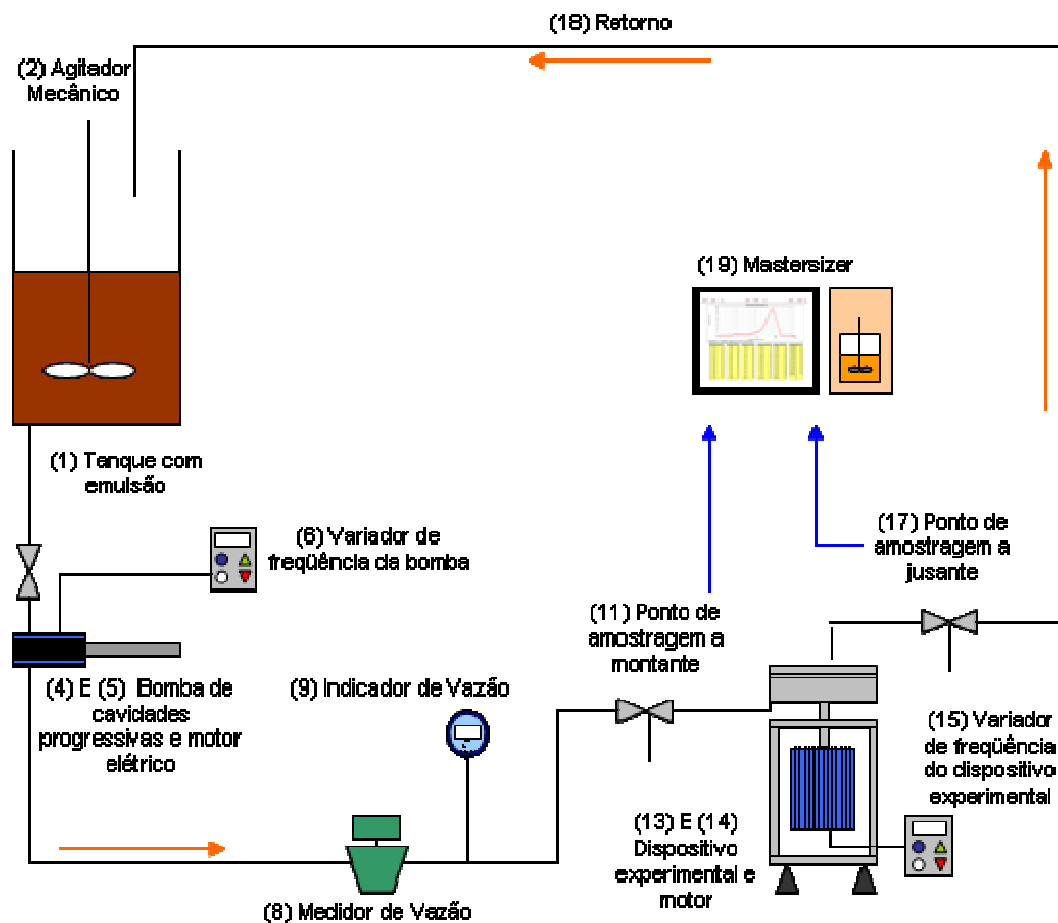


Figura 3-1 - Esquema gráfico da Bancada Experimental.

7. uma mangueira de $\frac{1}{4}$ pol ligando a descarga da bomba ao medidor de vazão;
8. um medidor de vazão mássico Coriolis, da marca Micro-Motion modelo R025S113NQBZPZZZZ;
9. transmissor também da marca Micro-Motion, modelo 1700R12ABZPZZZ, acoplado ao medidor de vazão, que registram a vazão instantânea, facilitando seu controle. Este transmissor permite a visualização da vazão com incerteza de 0,05 l/min;
10. uma mangueira de $\frac{1}{4}$ pol conectando o medidor de vazão ao ponto de amostragem, pelo qual são retiradas as amostras a montante do dispositivo experimental;
11. ponto de amostragem composto de uma válvula globo e um trecho de mangueira de $\frac{1}{4}$ pol;
12. um arranjo de mangueiras de $\frac{1}{4}$ pol que alimenta os oito pontos de entrada de emulsão no dispositivo;

13. Dispositivo experimental, construído para realização dos experimentos composto de uma caixa circular com tampa de acrílico (disco superior) e um disco, em seu interior, acoplado a um eixo, dotado de rotação; o espaçamento entre estes discos pode ser alterado através da utilização de anéis espaçadores de 0,5 mm, 1,0 mm e 2,0 mm. A Figura 3-2 mostra uma fotografia do dispositivo experimental utilizado nesta dissertação. Uma ilustração do escoamento dentro do dispositivo pode ser visto na Figura 3-3. A Figura 3-4 mostra em detalhe os discos com o espaçamento de um anel;



Figura 3-2 - Dispositivo construído para realização do experimento.

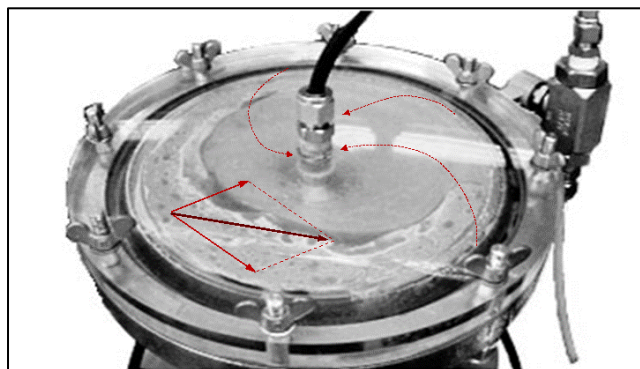


Figura 3-3 Trajetória do escoamento no interior do dispositivo.

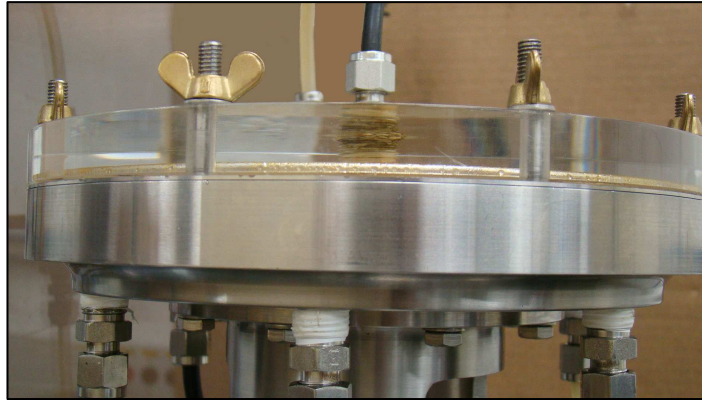


Figura 3-4 - Em detalhe, o anel espaçador entre os discos.

14. um motor elétrico marca WEG, modelo 3AL63 acoplado à ao eixo e ao disco interno do dispositivo, responsável pela rotação destes;
15. um variador de freqüência da marca WEG modelo CFW080026S2024PS2, acoplado ao motor, para que fosse possível variar a rotação do disco interno;
16. na parte superior do dispositivo, no centro do disco não dotado de rotação, há novamente uma mangueira de ¼ pol por onde ocorre a saída dos fluidos;
17. em seguida há outro ponto de amostragem, idêntico ao primeiro, para retirada das amostras a jusante do dispositivo;
18. após este, os fluidos seguem por uma mangueira de ¼ pol de volta para o tanque;
19. Mastersizer.

3.2. Preparação da Emulsão

A preparação de uma emulsão difere de uma mistura de líquidos pelo fato de que os líquidos a serem misturados são imiscíveis entre si, e, em consequência disso, um dos líquidos tende a permanecer disperso no outro na forma de gotas. Conseqüentemente, um terceiro componente, o surfactante, é geralmente adicionado buscando a estabilidade da mistura. Outros fatores que influenciam a emulsão é que esta é sensível ao tipo de surfactante, à ordem em que as fases são adicionadas e à energia despendida para sua formação.

A emulsão preparada para realização do experimento foi do tipo O/A, composta por 2 litros de óleo LUBRAX CIV 1000 e 38 litros de água oriunda da

rede pública da cidade do Rio de Janeiro. Foram preparados 40 litros de emulsão com fração volumétrica de 5% da fase dispersa.

Primeiramente foi feita a preparação da fase contínua, utilizando água corrente e o surfactante dodecil sulfato de sódio (SDS). Foram utilizados 92 gramas de surfactante, correspondendo à concentração miscelar crítica (CMC) de 2,3 g/l para os 40 litros de emulsão preparados.

Foi utilizado o método direto para fabricação da emulsão (adição de surfactante na água): coloca-se a água no tanque, e, utilizando-se um agitador mecânico com velocidade de rotação baixa (250 rpm), adiciona-se o surfactante aos poucos. A Figura 3-5 a seguir mostra a fotografia feita durante a preparação da fase contínua e o agitador mecânico.



Figura 3-5 - Mistura de água e surfactante na preparação da fase contínua da emulsão.

Após adição do surfactante à água, foi coletada amostra para caracterização experimental de suas propriedades, realizada no Laboratório de Caracterização dos Fluidos do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio.

Para a determinação da densidade da fase contínua foi utilizado um picnômetro de 25 ml (incerteza de 0,003 ml) e uma balança com ± 0.0001 g de exatidão. A medida da tensão superficial σ , foi realizada no tensiômetro Lauda VO 200. A viscosidade cinemática ν da fase contínua foi determinada mediante um viscosímetro de Canon-Fenske.

A determinação da viscosidade dinâmica foi realizada indiretamente em função dos valores experimentais de ν e ρ através da relação entre os mesmos (equação 3.1):

$$\mu = \nu \cdot \rho \quad (3.1)$$

Todos os experimentos foram realizados na temperatura de 23 °C, mantida pelo sistema de ar condicionado do laboratório. A Tabela 3-1 exibe as propriedades medidas e calculada para a fase contínua.

Água e 1 CMC de SDS	Temperatura(23°C)	
	Medida	Incerteza
$\nu_{fc} (mm^2/s)$	1,001	0,0035
$\rho_{fc} (Kg/m^3)$	999,200	0,118
$\sigma_{fc} (N/m)$	$31,2 \times 10^{-3}$	$0,4 \times 10^{-3}$
$\mu_{fc} (mPa.s)^*$	1,0002	0,0032

* calculada

Tabela 3-1 Propriedades físico-químicas da fase contínua.

Após a completa homogeneização da água com surfactante, foi adicionada a fase oleosa. A agitação foi mantida até que estivesse formada a emulsão.

A Tabela 3-2 a seguir exibe as propriedades físicas do óleo, medidas e calculada da mesma forma descrita para a fase contínua:

LUBRAX CIV 1000	Temperatura(23°C)	
	Medida	Incerteza
$\nu_o (mm^2/s)$	4719	32
$\rho_o (Kg/m^3)$	930,021	0,118
$\sigma_o (N/m)$	$36,6 \times 10^{-3}$	$0,4 \times 10^{-3}$
$\mu_o (mPa.s)^*$	4389	30

* calculada

Tabela 3-2 Propriedades físico-químicas da fase dispersa (óleo).

Como equipamento de emulsificação, foi utilizado o agitador mecânico Fisatom 722D. Para a preparação da emulsão foi utilizada rotação relativamente baixa (média de 250 RPM). Esta mesma rotação foi mantida no tanque durante a realização do experimento, para homogeneização da mistura, minimizando a segregação das fases.

3.3. Procedimento experimental

3.3.1.

Obtenção das amostras antes de depois da passagem no dispositivo de testes

Para cada ensaio, seguiu-se o procedimento descrito abaixo:

1. liga-se o agitador mecânico do tanque e aguarda-se de alguns minutos de forma a obter uma emulsão homogênea. Pode-se, então, inicializar a amostragem;
2. liga-se a bomba de cavidades progressivas;
3. ajusta-se o dispositivo na rotação desejada utilizando o variador de frequência do dispositivo. A rotação do dispositivo torna necessário um ajuste na rotação da bomba;
4. ajusta-se a rotação da bomba (utilizando o variador de frequência da bomba) de forma a se alcançar a vazão de fluidos desejada, a ser verificada no medidor de vazão;
5. coleta-se a amostra de emulsão no ponto a jusante do dispositivo. A coleta consiste em abrir totalmente a válvula globo do ponto de amostragem, aguardar alguns segundos, coletar a amostra em um becher, reservar o becher e fechar a válvula. O fluido que passa pela válvula no momento de abertura e fechamento desta não deve ser coletado, pois pode conter perturbação extra além das que se pretende medir;
6. de forma idêntica, a amostra-se a emulsão no ponto a montante do dispositivo;
7. após a coleta, levam-se as amostras imediatamente ao Mastersizer. A amostra coletada a jusante do dispositivo é analisada primeiro;
 - 7.1. a preparação para análise consiste em adicionar aos poucos a emulsão a um becher (1000 ml) contendo água destilada, até que fosse obtida opalescência entre 5 e 20 %;
 - 7.2. realiza-se a análise pelo Mastersizer. Esta análise fornece os tamanhos e distribuição dos diâmetros de gotas presentes na amostra. Cada amostra era analisada duas vezes, com medidas em triplicata; Um exemplo do relatório gerado pelo Mastersizer pode ser visto no Apêndice A;

- 7.3. faz-se uma limpeza rápida e repetem-se os itens 7.1 e 7.2 com a emulsão amostrada a montante do dispositivo;
8. após limpeza do Mastersizer, concluía-se ensaio.

Foi suposto que o tempo decorrido até os ajustes iniciais de rotação do dispositivo e da bomba seria suficiente para uma circulação inicial dos fluidos que se encontravam residentes no sistema.

Esta suposição foi baseada no volume de fluidos que poderiam ocupar o somatório do comprimento das mangueiras de $\frac{1}{4}$ pol de 4,35 m e da mangueira de 1 pol de 1,5 m, acrescido do volume do espaçamento entre os discos quando este for máximo, ou seja, com anéis de 3,5 mm. Para este volume combinado com a menor vazão utilizada, correspondente a 0,5 l/min, seriam necessários cerca de 2 min para circulação do fluido.

As 15 primeiras amostragens foram feitas em circuito aberto. Estas amostras utilizaram a maior parte dos 40 litros de emulsão preparada, impossibilitando a continuidade do experimento. O descarte foi vertido de volta ao tanque e passou-se a utilizar circuito fechado. As mesmas 15 primeiras amostras foram repetidas em circuito fechado. Não foi verificada diferença entre os diâmetros medidos com circuito aberto ou fechado.

Apesar da utilização do agitador mecânico, pode-se observar que a distribuição e os diâmetros de gotas na entrada do dispositivo apresentaram grandes variações em função do nível de emulsão no tanque. Esta variação foi verificada em todos os pontos medidos.

A ordem de coleta das amostras, primeiro a jusante e depois a montante do dispositivo, se deve ao fato de que, para a rotação de 1300 rpm e vazão de 0,5 l/min, caso a amostragem fosse feita na ordem inversa, ocorria a entrada de ar no sistema alterando significativamente as medidas da amostra a jusante do dispositivo. Os resultados de um ensaio em que ocorreu entrada de ar no sistema pode ser vista na Figura 3-6.

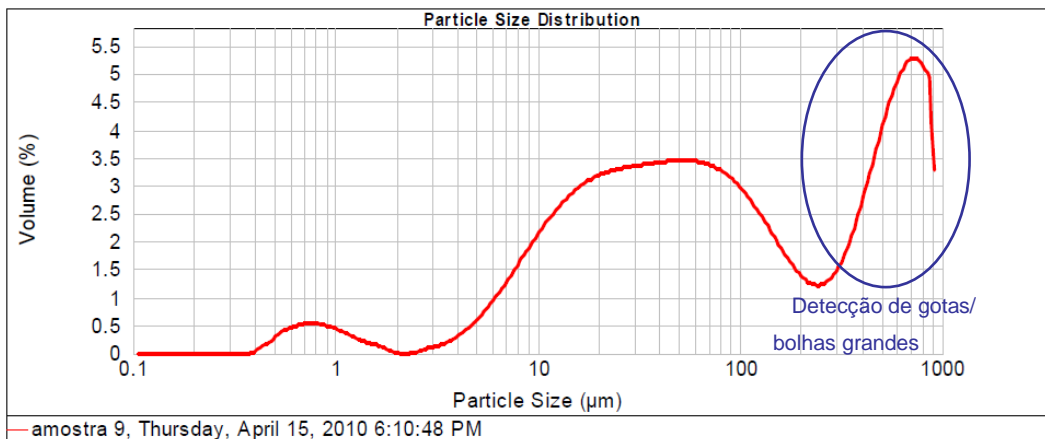


Figura 3-6 - Detecção de diâmetros maiores, que indicava entrada de gás no sistema (formação de bolhas).

O primeiro pico, que acusa diâmetros de gotas próximos a 1 μm , foi detectado em todas as análises. Apesar de não se saber ao certo, acredita-se que seja detecção de impurezas presentes na água utilizada para preparação da emulsão.

3.3.2. Análise das emulsões

Para a determinação da Distribuição de Tamanhos de Gotas (DTG) das emulsões geradas durante o experimento utilizou-se uma técnica óptica denominada difração a laser. Essa técnica baseia-se no padrão de espalhamento da luz (do inglês *light scattering*), que correlaciona o ângulo de espalhamento com o tamanho das partículas dispersas, de acordo com as teorias ópticas de Mie (1969). A determinação da DTG pelo método de difração a laser exige a diluição das amostras para que estas sejam analisadas.

Para a caracterização das emulsões geradas durante a realização deste experimento, foi utilizado um difratômetro a laser da Malvern Instruments. O modelo utilizado Mastersizer 2000E, pode medir gotas de 0,1 μm a 1000 μm com precisão de $\pm 1\%$ no cálculo de D_{50} , de acordo com as informações do fabricante. A fotografia do Mastersizer 2000E pode ser vista na Figura 3-7.



Figura 3-7 - Mastersizer 2000E, equipamento utilizado para as medições dos diâmetros das gotas.

Um relatório completo da análise feita pelo Mastersizer pode ser visto no Apêndice A.

3.4. Matriz de Testes

Buscou-se alterar algumas variáveis do sistema e observar suas influências no grau de emulsificação da mistura na entrada e na saída do dispositivo de discos.

Os experimentos seguiram um planejamento de arranjo fatorial, com vazões de 0,5; 1,0 e 1,5 l/min; rotações de 0; 300; 600; 1000 e 1300 rpm; e espaçamentos de 0,1; 0,5; 1,0 e 3,5 mm. Os ensaios foram numerados de acordo com a Tabela 3-3. Em cada ensaio consistia na coleta e análise de amostras a montante e a jusante do dispositivo.

<i>Ensaio</i>	<i>h (mm)</i>	<i>Q (l/min)</i>	<i>rpm</i>
31	0.1	0.5	0
32			300
33			600
34			1000
35			1300
40		1	0
39			300
38			600
37			1000
36			1300
41		1.5	0
42			300
43			600
44			1000
45			1300
16	0.5	0.5	0
20			300
19			600
18			1000
17			1300
25		1	0
24			300
23			600
22			1000
21			1300
26		1.5	0
27			300
28			600
29			1000
30			1300
56	1	0.5	0
57			300
58			600
59			1000
60			1300
46		1	0
47			300
48			600
49			1000
50			1300
55		1.5	0
54			300
53			600
52			1000
51			1300
3	3.5	0.5	0
12			300
2			600
13			1000
1			1300
4		1	0
11			300
5			600
14			1000
6			1300
7		1.5	0
10			300
8			600
15			1000
9			1300

Tabela 3-3 Matriz de teste.

3.5. Incertezas experimentais

As incertezas experimentais deste estudo foram calculadas como mostrado no Apêndice B. Em resumo, tem-se que:

- para o cálculo considerando os espaçamentos entre os discos e o raio do dispositivo experimental, a incerteza considerada foi a tolerância admitida no projeto do dispositivo de discos: 0,05 mm;
- vazão: foi adotada como incerteza a flutuação exibida no indicador de vazão: 0,05 l/min;
- a resolução do indicador do variador de frequência determinou a incerteza na rotação do dispositivo experimental:
 - 300,0 rpm e 600,0 rpm \pm 0,5 rpm;
 - 1000 rpm e 1300 rpm \pm 5 rpm;
- foi calculado o erro padrão médio para os diâmetros medidos no Mastersizer;
- as incertezas das propriedades físico-químicas do óleo e da fase contínua calculadas conforme descrito anteriormente;
- as incertezas das propriedades físico-químicas da emulsão foram calculadas conforme Tabela 3-4 abaixo:

Propriedades da Emulsão		
	Valor Calculado	Incerteza
$\rho(Kg/m^3)$	995,741	0,169
$\sigma(N/m)$	$5,4 \times 10^{-3}$	$0,56 \times 10^{-3}$
$\mu(mPa.s)$	1,125	0,0035

Tabela 3-4 – Valores calculados para as propriedades físico-químicas da emulsão e suas respectivas incertezas.

- demais incertezas calculadas através das fórmulas de propagação conforme a Tabela 3-5:

Variável	Incerteza	
	Menor incerteza calculada (%)	Maior incerteza calculada (%)
t_R	3,6	14,1
D_s / D_e	0,5	10,8
D_h	0,7	5
U_{med}	3,6	14,1
W_{med}	0,05	0,17
UW	0,05	2,69
$\dot{\gamma}_{translação}$	3,9	17,3
$\dot{\gamma}_{rotação}$	1,4	10,0
$\dot{\gamma}$	1,4	12,4
$Re_{emulsao}$	1,6	11,2
Re	0,8	5,0
Re_g	0,4	8,0
Ca	10,5	10,8
We	10,5	11,6
We_g	10,5	13,2
We_T	0,06	0,24
D_s / D	0,05	10,65
Fr	3,6	14,1
Fr_g	0,2	8,0

Tabela 3-5 Incertezas percentuais calculadas.