

3

Dispositivo Experimental e Procedimento

Este capítulo é dividido em três partes principais: (i) bancada experimental, (ii) fluidos injetados e, (iii) método de trabalho. Procurou-se obter a maior quantidade de medições e informações possíveis para tentar confirmar e relacionar todos os comportamentos observados.

Esta abordagem foi desenvolvida no Laboratório de Microhidrodinâmica e Escoamento em meios Porosos (LMMP) do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC – Rio. A temperatura do laboratório foi controlada mediante o uso do sistema de ar condicionado para se manter a 23°C. Todos os procedimentos, testes e medições próprias do experimento foram realizados nessa temperatura.

3.1.

Bancada experimental

As figuras (3.1) e (3.2) mostram um esquema simples e uma fotografia da montagem da bancada, respectivamente. Além do dispositivo micro-fluídico (junção T), foram utilizados outros equipamentos necessários para a injeção dos fluidos, para a visualização da quebra de gota e para a aquisição e posterior análise das imagens obtidas.

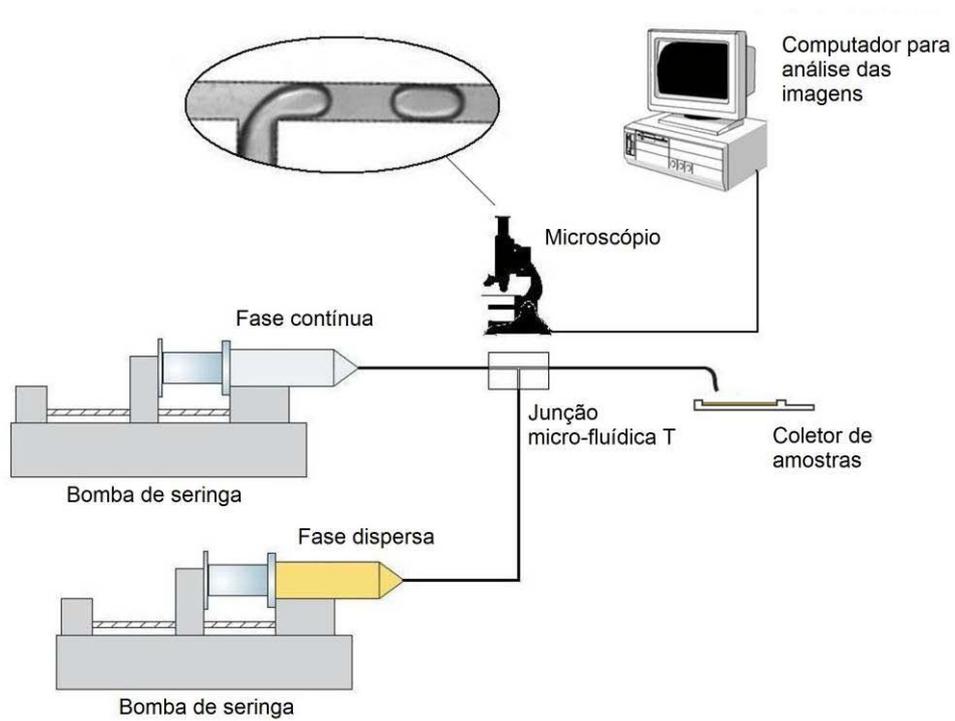


Figura 3.1: Esquema da bancada e os diferentes equipamentos utilizados.

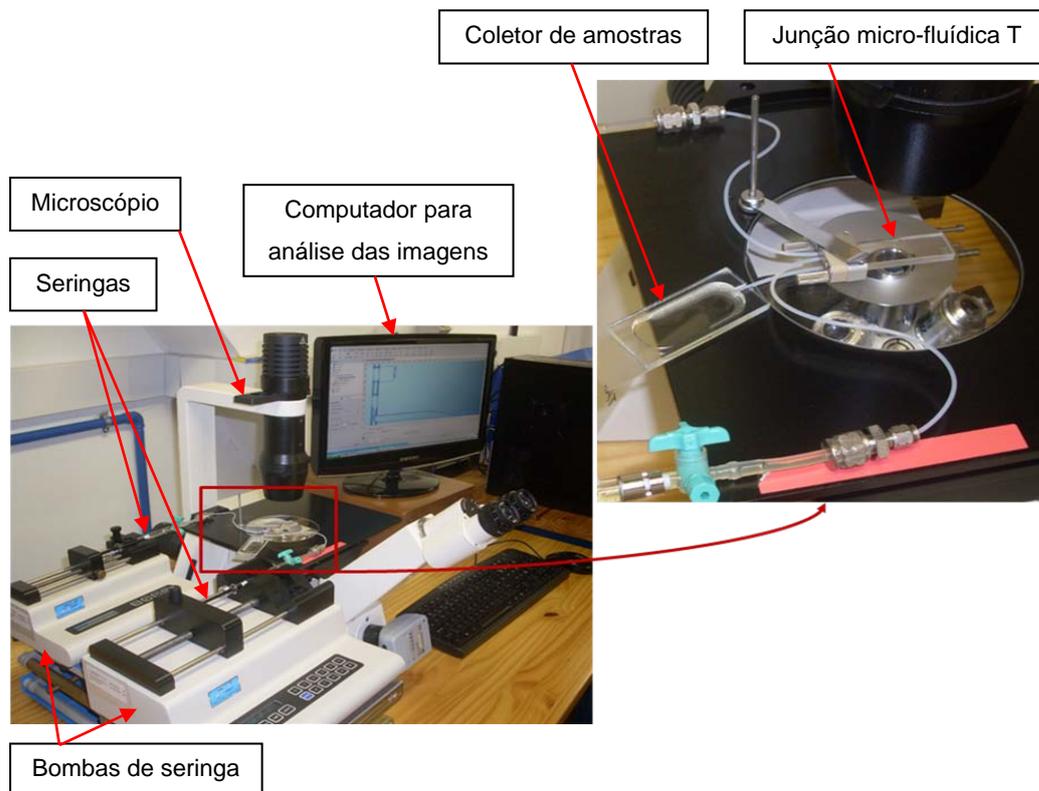


Figura 3.2: Fotografia da bancada experimental.

3.1.1. Equipamentos da bancada

3.1.1.1. Junção micro-fluídica T

A junção micro-fluídica T (*The Dolomite Centre Ltd, UK*), é um dispositivo micro-fluídico de vidro projetado para uma ampla faixa de aplicações incluindo mistura de fluidos, micro-reações e formação de gotas. É compacto, tem um baixo volume morto, alta visibilidade (excelente acesso para óptica), a superfície do canal é extremadamente lisa, pode trabalhar em uma ampla faixa de temperatura e pressão e tem excelente compatibilidade química. Segundo sua folha de informação, o dispositivo foi fabricado por processo de gravação e união térmica (*HF etching and thermal bonding*). As superfícies dos canais de entrada e saída são hidrofílicas isto é molhadas por água. A geometria destes canais apresenta uma seção transversal oval com as mesmas dimensões em todo seu comprimento. A figura (3.3) mostra o dispositivo micro-fluídico e algumas de suas características:

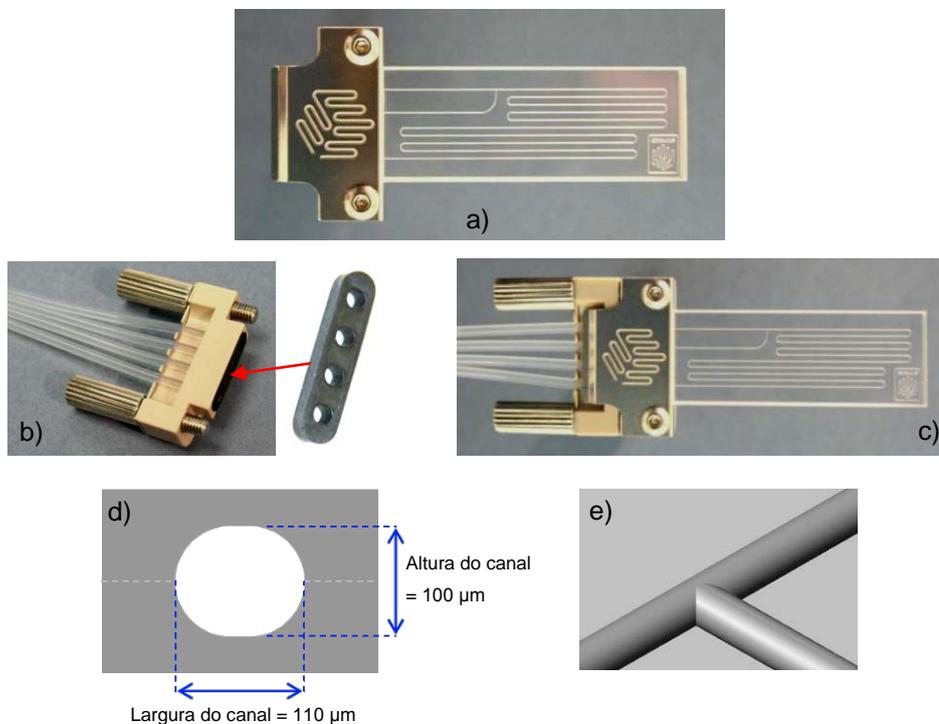


Figura 3.3: Conjunto do dispositivo micro-fluídico utilizado. a) Junção micro-fluídica T. b) Conector e selo. c) Conjunto montado. d) Seção transversal dos canais. e) Referência 3D da junção.

3.1.1.2. Equipamento para a injeção de fluidos

Para a injeção dos fluidos, foram utilizadas duas bombas de seringa *Cole Parmer*. Para a injeção da fase contínua, o modelo 780100C com uma vazão de injeção mínima de 0.01 ml/hr; e o modelo 780200C para a injeção da fase dispersa com uma vazão de injeção mínima de 0.001 ml/hr. As bombas contêm um microprocessador que controla um motor de passo e engrenagens, que permitem controlar a vazão de injeção com exatidão de 0.5% e reprodutibilidade de 0.2%. Estes equipamentos são mostrados na figura (3.4):



Figura 3.4: Bombas de seringa utilizadas Cole Parmer. O modelo 780100C foi utilizado para a injeção da fase contínua (bomba pequena) e o modelo 780200C para a injeção da fase dispersa (bomba maior).

Todos os experimentos foram feitos utilizando seringas *Hamilton Gastight* da serie 1000, que são mostradas na figura (3.5). As seringas têm corpo de vidro e embolo metálico recoberto com ponta de teflon que garante estabilidade dimensional e não permite vazamentos de líquido ou gás mesmo em altas pressões (até 200 psi). A terminação em teflon com acoplamento metálico *Luer Lock* facilita a conexão com o restante da bancada experimental. As conexões utilizadas entre as seringas e o conjunto micro-fluídico foram projetadas para conter o menor número de elementos, o menor volume para acelerar o efeito das bombas

na formação de gotas, e para serem as mais rígidas possíveis para minimizar o risco de vazamentos e efeitos transientes devido à deformação dos tubos.

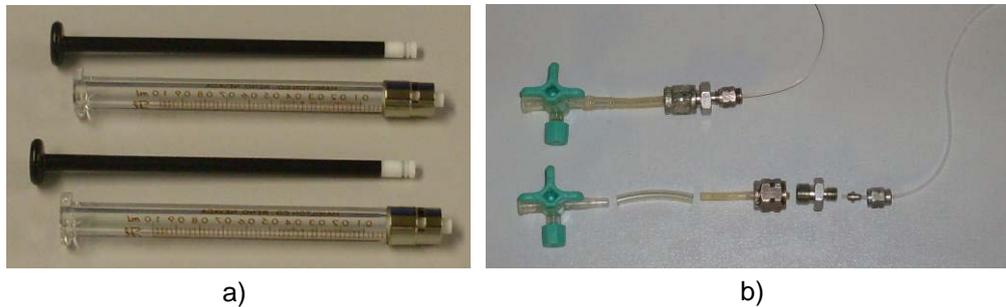


Figura 3.5: a) Seringas *Hamilton Gastight*. b) Conexões utilizadas entre as seringas e o conjunto micro-fluídico.

3.1.1.3. Equipamento para aquisição de imagens

Para visualizar o comportamento da formação de gotas na junção micro-fluídica T, foi utilizado um microscópio óptico invertido *Axiovert 40MAT* (*Carl Zeiss*) operado com luz transmitida. O microscópio possui cinco objetivas (2.5x, 5x, 10x, 20x e 50x) e está adaptado diretamente com uma câmara *PixeLINK PL-A662* própria para aplicações de microscopia. A câmara transmite as imagens em tempo real para o computador permitindo a visualização das mesmas no monitor. A análise das imagens foi feita com o *Software AxioVision 4.7* também da *Carl Zeiss*. Este software permite a aquisição e processamento de imagens e vídeos e conta com ferramentas para medição manual e automática de parâmetros tais como distâncias, diâmetros e áreas, entre outros.

3.2. Fluidos injetados:

Com a finalidade de poder contrastar diferença no comportamento da formação de gotas, foram utilizados como fases dispersas três óleos com diferentes viscosidades. Como fases contínuas, foram utilizadas três fluidos a base de água com diferentes propriedades que incluiu o uso de surfactante e glicerina. Assim foram analisados sete sistemas que resultaram da combinação óleo-água escolhida das fases disponíveis. O surfactante foi utilizado com a finalidade de

variando a tensão interfacial entre os fluidos utilizados e manter estável a emulsão formada.

Como fases dispersas foram selecionados os seguintes óleos:

Óleo Talpa 30, óleo mineral naftênico altamente refinado derivado do petróleo. Sua aplicação específica é como óleo lubrificante para compressores. Ele tem características que proporcionam boas propriedades de estabilidade térmica e resistência à oxidação, baixa tendência à formação de depósitos de carbono, assim como índice de viscosidade e ponto de fluidez adequados.

Óleo Velocite N°6, óleo mineral aditivado derivado de petróleo. Sua aplicação específica é como óleo lubrificante para engrenagem e rolamentos. Ele possui excelente propriedade anti-espuma e proteção contra a ferrugem. Resiste à oxidação e à formação de depósitos e tem uma lubrificação eficiente em altas velocidades.

Óleo OP3, óleo mineral branco derivado do petróleo. Ele é utilizado como padrão de viscosidade para calibrar instrumentos de medição de viscosidade e para garantir a rastreabilidade de métodos de medição desta propriedade. Ele tem baixa viscosidade a temperatura ambiente, e vai de incolor a amarelado, é inodoro, imiscível na água e solúvel na maioria dos solventes orgânicos.

As três fases contínuas foram formuladas utilizando água destilada, água destilada com surfactante e água destilada com surfactante mais glicerina. O surfactante foi o dodecil sulfato de sódio (SDS, $C_{12}H_{25}SO_4Na$). Ele foi usado com uma concentração de duas vezes sua concentração micelar crítica, para estabilizar as emulsões (gotas formadas), reduzir a tensão interfacial entre as fases e impedir a coalescência das gotas da fase dispersa durante seu percurso na saída do sistema micro-fluídico. A concentração de surfactante utilizada foi de 2.3×10^{-3} kg/L.

A glicerina (Glicerol $C_3H_5(OH)_3$) foi utilizada principalmente para incrementar a viscosidade da água.

Procurou-se estabelecer um mesmo protocolo e procedimento durante a preparação das fases a fim de se obter as mesmas condições, e evitar que possíveis variáveis não controladas durante a preparação dos fluidos possam influir no desenvolvimento dos testes efetuados. A figura (3.6) mostra os fluidos utilizados como fases dispersas e contínuas:



Figura 3.6: Diferentes fluidos utilizados como fases dispersas e contínuas. De esquerda a direita: Talpa 30, Velocite N°6, Óleo mineral OP3, Água com surfactante mais glicerina, Água com surfactante e Água.

3.2.1. Preparação das fases

As fases dispersas foram preparadas filtrando todos os óleos com a finalidade de evitar que qualquer possível impureza pudesse comprometer o escoamento das emulsões através da junção micro-fluídica. Os óleos foram filtrados através de uma membrana de $0.20\mu\text{m}$ de malha (*NALGENE® Mod. 596-4520*) e uma bomba de vácuo *QUIMIS*, modelo *Q355D2*, como é mostrado na figura (3.7).

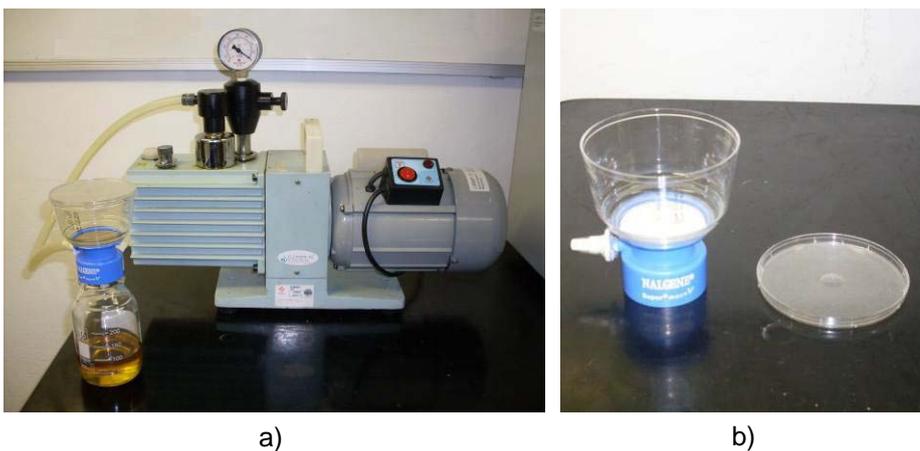


Figura 3.7: Procedimento de preparação das fases dispersas. a) Filtrado do óleo mediante uma bomba de vácuo *QUIMIS*, modelo *Q355D2*. b) Filtro utilizado com malha de $0.20\mu\text{m}$ *NALGENE® Mod. 596-4520*.

As fases contínuas foram preparadas filtrando água destilada também através de uma membrana de 0.20 μ m de m alha (*NALGENE*[®] Mod. 596-4520) e uma bomba de vácuo *QUIMIS*, modelo *Q355D2*. A quantidade necessária de surfactante para as fases contínuas (que o utilizaram), foi pesada usando uma balança *QUIMIS* modelo *Q-500L210C* de ± 0.0001 g de exatidão. Neste caso, para a mistura dos elementos utilizou-se um agitador magnético *FISATOM 754A*, como mostra a figura (3.8):



Figura 3.8: Procedimento de preparação das fases contínuas. a) Balança *QUIMIS* modelo *Q-500L210C* para a pesagem do surfactante dodecil sulfato de sódio. b) Agitador magnético *FISATOM 754A* com seu “peixinho” para a mistura água-surfactante.

A sequência de passos para a preparação da fase contínua foi a seguinte: uma garrafa contendo o surfactante foi colocada sobre o agitador, a água foi agregada lentamente na garrafa enquanto que o peixinho do agitador fazia a mistura. O agitador magnético foi utilizado em velocidade média por um tempo aproximado de meia hora com a finalidade de garantir a completa dissolução do surfactante.

Assim, só para o caso da fase contínua que considerava uma maior viscosidade, glicerina foi adicionada lentamente utilizando o dispensador de ajuste analógico *DISPENSETTE*[®] *ORGANIC* da *BRAND* de 10 - 100 ml de capacidade e $\pm 0.5\%$ de exatidão que é mostrado na figura (3.9a). Neste caso, foi utilizado novamente o agitador magnético por mais meia hora para homogeneizar a solução.

Finalmente as misturas obtidas: água-surfactante e água-surfactante-glicerina foram filtradas utilizando o mesmo procedimento que foi detalhado para o filtrado da água destilada, como é mostrado na figura (3.9b):

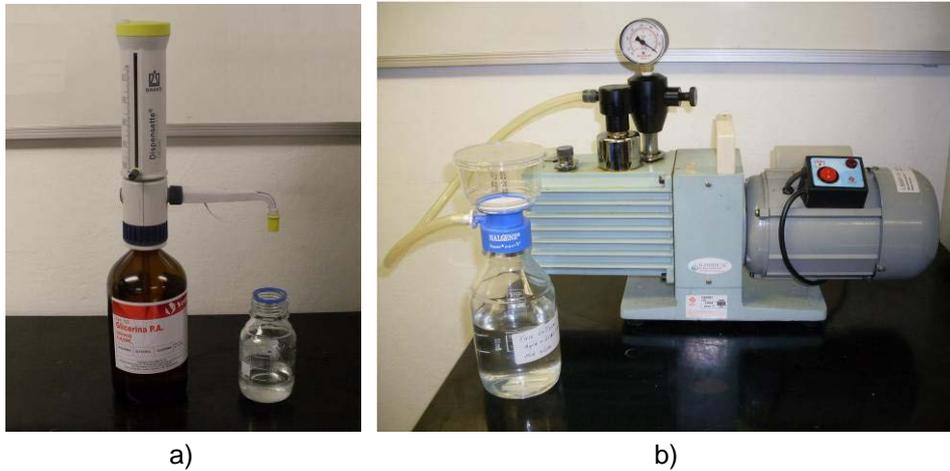


Figura 3.9: a) Dispensador de ajuste analógico (*DISPENSETTE® ORGANIC – BRAND*) utilizado para medir um volume exato de glicerina. b) Filtrado das fases contínuas mediante uma bomba de vácuo *QUIMIS*, modelo *Q355D2*.

3.2.2. Caracterização das fases

As fases foram caracterizadas a 23°C no Laboratório de Caracterização de Fluidos (LCF) da PUC – Rio. Desta forma foram obtidas as principais propriedades das fases como massa específica, viscosidade dinâmica e tensão superficial.

A massa específica (densidade) dos diferentes fluidos foram determinadas utilizando uma balança *OHAUS* modelo *Explorer* de $\pm 0.0001\text{g}$ de exatidão e um picnômetro *Gay-Lussac* de 25ml de $\pm 0.003\text{ml}$ de exatidão. Os equipamentos são apresentados na figura (3.10).

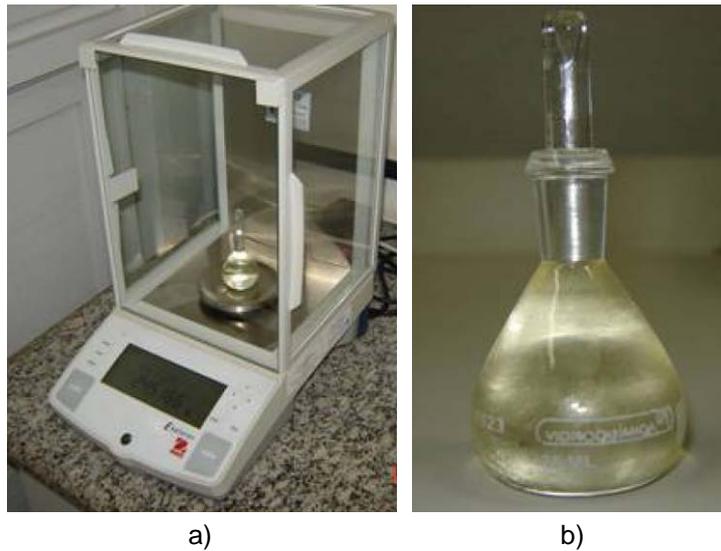


Figura 3.10: Equipamentos utilizados na determinação da massa específica das fases. a) Balança OHAUS – Explorer. b) Picnômetro Gay-Lussac de 25 ml.

As viscosidades dinâmicas (μ) foram obtidas partindo das viscosidades cinemáticas (ν) mediante a equação (3.1) que utiliza também a massa específica do fluido (ρ):

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

Para determinar as viscosidades cinemáticas foi utilizado um viscosímetro *Cannon-Fenske* submerso em um banho termostático necessário para garantir uma temperatura de 23°C na etapa de medições, como é mostrado na figura (3.11). O procedimento consistiu em medir o intervalo de tempo que um volume de fluido leva para escoar através de uma distância específica no capilar do viscosímetro. Assim, através da equação (3.2) pode se calcular as viscosidades cinemáticas substituindo valores como tempo medido t , gravidade g e a constante C do viscosímetro. Esta constante depende do diâmetro D , da inclinação do capilar θ e do volume de fluido a escoar no viscosímetro.

$$\nu = \frac{\pi D^4}{128V} g(\cos \theta)t = Ct \quad (3.2)$$

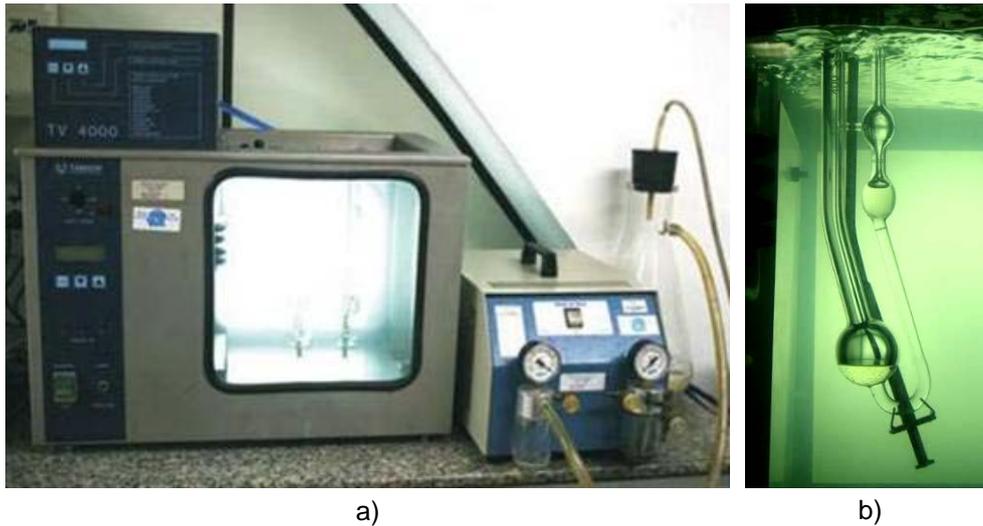


Figura 3.11: Equipamentos utilizados na determinação da viscosidade das fases. a) Banho termostático a 23°C. b) Viscosímetro *Cannon-Fenske* submerso no banho.

As tensões superficiais foram determinadas mediante o método do anel, empregando o tensiômetro *LAUDA VO 2001*. Neste método, o anel é submerso no líquido e posteriormente é separado da superfície do líquido como é mostrado na figura (3.12). A força necessária para o anel ultrapassar a superfície do líquido é medida e dividida pela circunferência do anel. O resultado obtido é corrigido por um fator geométrico.

Este método é adequado para calcular valores de tensão superficial de líquidos como água, hidrocarbonetos, água/hidrocarbonetos e água/hidrocarbonetos/surfactante ($\sigma > 1.0 \text{ mN/m}$).

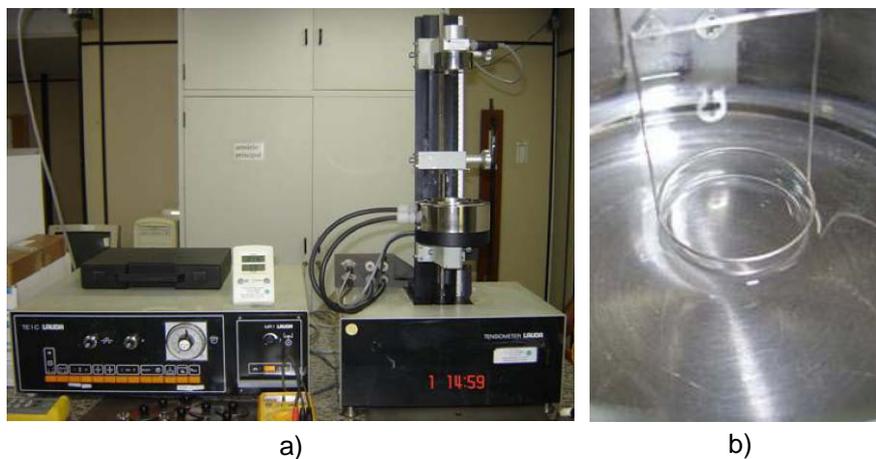


Figura 3.12: Equipamentos utilizados na determinação da tensão superficial das fases. a) Tensiômetro *LAUDA VO 2001*. b) Anel utilizado.

Na tabela (3.1), são apresentados os valores das propriedades dos fluidos caracterizados:

Propriedades dos líquidos	Fases dispersas			Fases contínuas		
	Óleo Talpa 30	Óleo Velocite N°6	Óleo Mineral OP3	Água com surfactante (40%) + Glicerina (60%)	Água com surfactante	Água
Viscosidade (mPa.s)	438.13	16.90	3.40	12.47	0.97	0.94
Massa específica (g/cm ³)	0.9086	0.8537	0.7860	1.1630	0.9987	0.9974
Tensão superficial (mN/m)	32.3	22.0	24.8	34.1	33.8	72.3

Tabela 3.1: Propriedades das fases dispersas e das fases contínuas a 23°C.

3.3. Método de trabalho

O método de trabalho consistiu em injetar os dois líquidos imiscíveis na junção micro-fluídica T, controlando suas vazões mediante os equipamentos de injeção (bombas de seringa), de forma tal que pudesse acontecer a formação de gotas em um regime repetitivo e estável.

Para atingir essa estabilidade, primeiro só a fase contínua foi injetada no sistema. Quando o sistema estava cheio de fase contínua, a fase dispersa começou a ser injetada. As medições foram feitas depois de um tempo quando a fase dispersa em forma de gotas chegou até o coletor de amostras. O tempo total desse procedimento foi variável, em vazões altas foi de poucos minutos, mas em baixas foi até de duas horas.

Atingida a estabilidade do sistema, foram obtidas 20 fotos em um tempo de 10 minutos. Na análise de imagens foi considerada a medição, principalmente, da variável L que representa o tamanho da gota formada, como é mostrado na figura (3.13).

Os valores considerados da análise de imagens são a média dos valores obtidos das fotos de número 1, 5, 10, 15, e 20, as demais só foram para verificar que o sistema se manteve estável o tempo todo.

Para todos os testes o valor mínimo L_{min} e máximo $L_{máx}$, das medições feitas de L , variaram dentro de uma faixa determinada entre 90% e 110% do valor médio obtido.

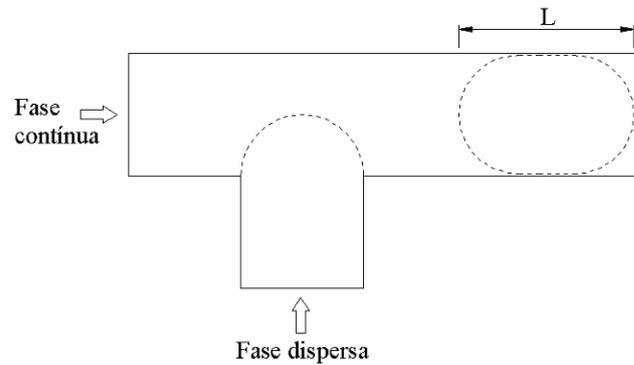


Figura 3.13: Esquema da junção micro-fluídica T e tamanho de gota L .

3.3.1. Importância da seção na junção micro-fluídica T

A junção T é formada por duas entradas e uma saída. Neste estudo, é chamado de canal principal o canal que leva o fluido contínuo e as gotas formadas, e canal secundário o canal que leva o fluido da fase dispersa, como mostra a figura (3.14):

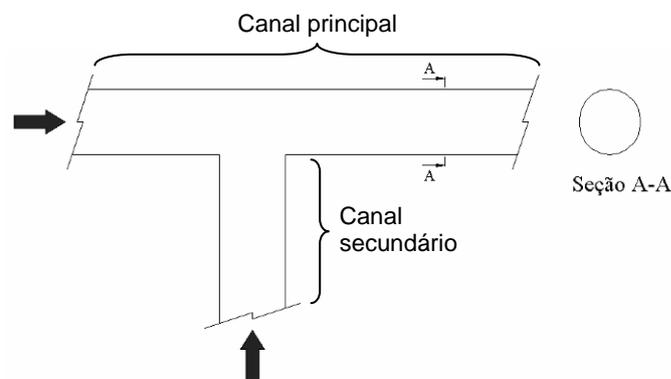


Figura 3.14: Desenho esquemático da junção micro-fluídica T com a indicação dos canais principal e secundário.

A seção do canal tem forma oval e é igual nos canais de entrada e saída, portanto temos só um parâmetro geométrico que caracteriza a geometria da junção que é a área da seção transversal. Esse é um detalhe importante em comparação ao modelo de junções micro-fluídicas T com seções retangulares.

Por um lado, em uma seção retangular, pela forma esférica que adota a gota em formação devido à pressão de Laplace, uma parte considerável de fase contínua vai pelos cantos da seção entre a parede do canal e a gota em formação fluindo livre ao redor dela, como é mostrado na figura (3.15a).

De outro lado, em uma seção oval (ou circular), a gota em formação deixa sem espaço livre a seção ao redor da gota e então a fase contínua não pode fluir livremente como no caso da seção retangular, como mostra a figura (3.15b).

Este detalhe provoca efeitos diferentes que serão discutidos mais adiante na análise da influência das propriedades dos fluidos sobre a formação de gota.

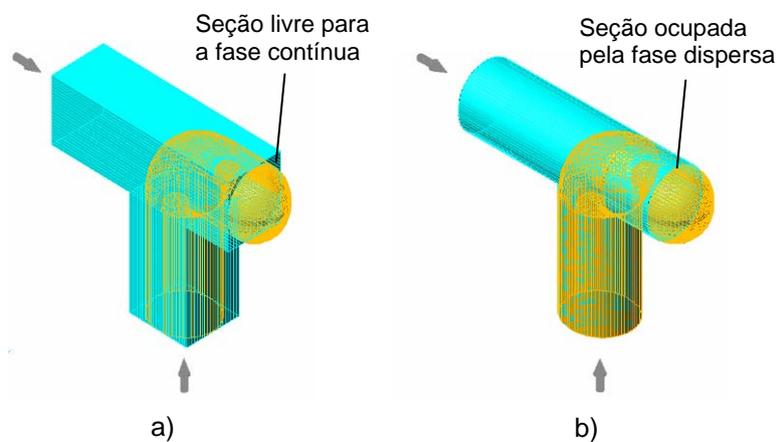


Figura 3.15: Esquema que mostra as diferenças entre uma junção micro-fluídica T de seção retangular e uma de seção oval. a) A forma esférica da interface da gota em formação, deixa livres os cantos da seção permitindo o fluxo livre da fase contínua. b) A interface da gota adota a forma da seção do canal principal deixando praticamente nulo o espaço livre para a fase contínua.

3.3.2. Curiosidades e limitações observadas no desenvolvimento dos experimentos:

Algumas curiosidades e dificuldades foram encontradas no desenvolvimento da abordagem experimental. Estas são descritas abaixo:

Primeiro, a montagem da bancada foi feita em um espaço grande e suficiente para montar as bombas de seringa, suas bases, o microscópio, e o computador. Este lugar foi exclusivo para o experimento no sentido de evitar que qualquer movimento externo afetasse os testes e resultados obtidos. Isso foi feito

porque durante alguns testes foi observado que a formação de gotas era afetada quando ocorria algum movimento na mesa de trabalho.

Por outro lado, as conexões intermediárias entre o dispositivo micro-fluídico e as seringas tiveram que ser montadas com muita precisão, tendo em conta que um aperto insuficiente das porcas poderia ter provocado vazamentos dos líquidos injetados e um aperto excessivo poderia ter danificado as roscas das conexões.

O tamanho do dispositivo micro-fluídico fez com que as operações de manuseio e montagem com as conexões externas fossem realizadas com o maior cuidado possível, procurando sempre ter limpeza e cautela para evitar que qualquer partícula estranha, inclusive de poeira, entrasse nos canais de entrada ou saída e bloqueasse o dispositivo. Esse cuidado se manteve sempre e, em especial quando o sistema era desmontado para a limpeza total antes de mudar para um novo sistema fase dispersa – fase contínua.

Uma vazão mínima e máxima de injeção das fases contínua e dispersa foi fixada, dentro das quais foram realizados todos os testes. Esta faixa foi estabelecida pelas limitações do equipamento de injeção (mínimas vazões de injeção), limitações do equipamento para a aquisição de imagens (velocidade da câmara), e pelas limitações na formação de gotas quando as razões das vazões foram muito pequenas.

Neste último caso, por exemplo, altas vazões de fase contínua para muito baixas vazões de fase dispersa provocavam, além da quebra de gota da fase dispersa, também a sucção desta fase de um volume maior do que o volume que estava se injetando, fazendo variar a frequência de formação de gotas. Aqui a bomba de seringa precisou de um tempo considerável para encher novamente o canal e suprir a quantidade de fase dispersa que saiu demais pela sucção que provocou a outra fase e não pela pressão que tinha que exercer o equipamento, fazendo que a formação de gotas não fosse estável.

Assim foi necessário procurar razões mais apropriadas através da observação do fenômeno de quebra, para encontrar as vazões que permitiram, finalmente, atingir estabilidade na formação de gotas.