

3

Montagens e Procedimentos Experimentais

Os estudos conduzidos no Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio sobre deposição de parafina no interior de dutos adotam a estratégia de pesquisa baseada na realização de experimentos simples que permitam compreender os mecanismos básicos responsáveis pelo fenômeno. Ao longo do período das pesquisas, foram projetadas, construídas e modificadas algumas seções de testes, de modo a possibilitar estudos de deposição de parafina aumentando-se gradualmente a capacidade de entendimento da influência dos diversos parâmetros físicos relacionados ao problema investigado. Em 2001, foram construídos uma cavidade contendo fluido estagnado e um canal com 30cm de comprimento, apresentados no trabalho de Leiroz (2004). Modificações realizadas neste canal em 2004 por Cabanillas (2006) permitiram estudos para a condição onde o fluido penetrava na seção com temperatura abaixo da TIAC.

Em 2007, foi construída uma nova seção com canal de 1m de comprimento para a condução de testes sob condições de regime de escoamento laminar ou turbulento, utilizada por Yupa (2010). Suas características principais foram o seu maior comprimento, melhor projeto de vedação e a possibilidade de monitoração das temperaturas das paredes que resfriam a solução de parafina. Além disto, uma entrada mais longa garantiu o desenvolvimento hidrodinâmico do escoamento. A seção de testes retangular utilizada no presente trabalho foi obtida adaptando-se esta última seção citada.

Uma descrição da seção de testes utilizada no presente trabalho é apresentada a seguir.

3.1

Seção de Testes Retangular

As principais alterações realizadas na seção retangular original apresentada no trabalho de Yupa (2010) foram: (i) redução do comprimento longitudinal do canal de 1m para 0,6m; (ii) reconfiguração do circuito hidráulico da bancada experimental. Estas modificações buscaram corrigir falhas identificadas no projeto anterior, principalmente no que diz respeito ao processo de transferência de ca-

lor ao longo do canal, o qual apresentou taxas de transferência de calor demasiadamente lentas. Além disso, o comprimento longo da seção de testes produzia depósitos de parafina que bloqueavam excessivamente a seção de escoamento.

3.1.1 Descrição da seção de testes retangular

A seção de testes retangular utilizada nos experimentos é apresentada esquematicamente na Fig. 3.1. Os diversos elementos que a compõem e o arranjo do sistema experimental serão descritos a seguir.

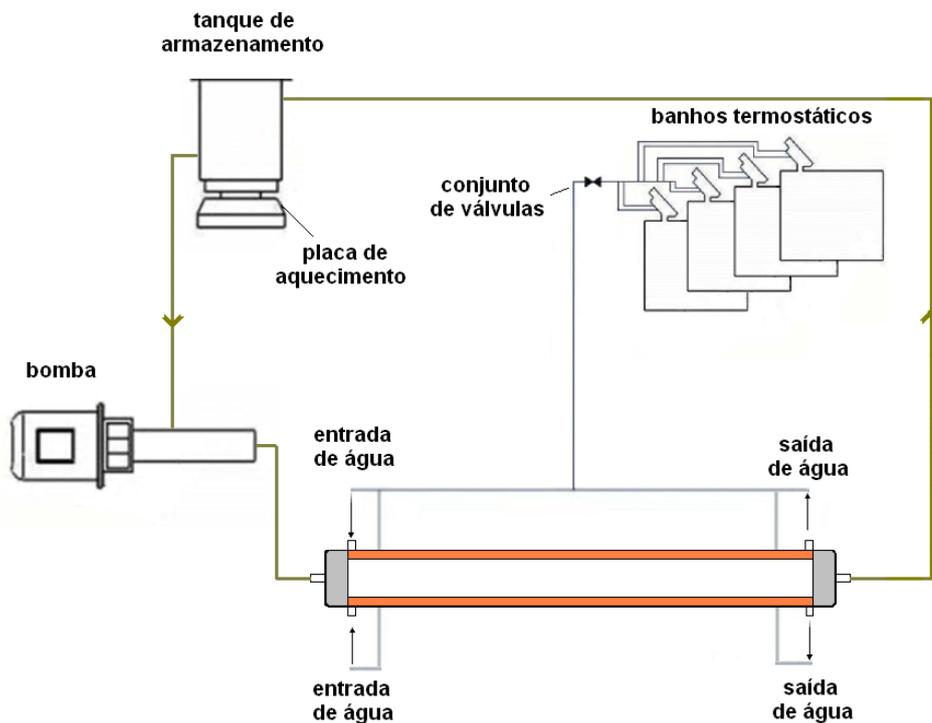


Figura 3.1: Vista esquemática da seção de testes retangular.

O coração da seção de testes consistia de um canal retangular de escoamento com dimensões internas de 8 x 20 x 600 mm (altura x largura x comprimento). Uma vista em corte transversal do mesmo é apresentada na Fig. 3.2. As duas paredes ativas do canal foram fabricadas de cobre, integrando os trocadores de calor da seção. As extremidades inicial e final das paredes de cobre eram aparafusadas lateralmente em dois blocos de acrílico, um na entrada e outro na saída do canal. Nestes blocos foram usinados internamente canais retangulares com as mesmas dimensões do canal da seção de testes. Dessa forma, os blocos serviam para sustentar as paredes de cobre e, ao mesmo tempo, como seções de entrada e saída para o escoamento da solução de parafina.

A análise experimental da deposição de parafina sob condições controla-

das de escoamento laminar ou turbulento da solução de parafina foi realizada através de ensaios de visualização dos depósitos formados. Deste modo, as paredes superior e inferior não aquecidas que completam o canal junto às paredes de cobre foram fabricadas de acrílico transparente de 4 mm de espessura, permitindo acesso visual ao interior da seção através de um conjunto microscópio-câmera, o qual será descrito posteriormente.

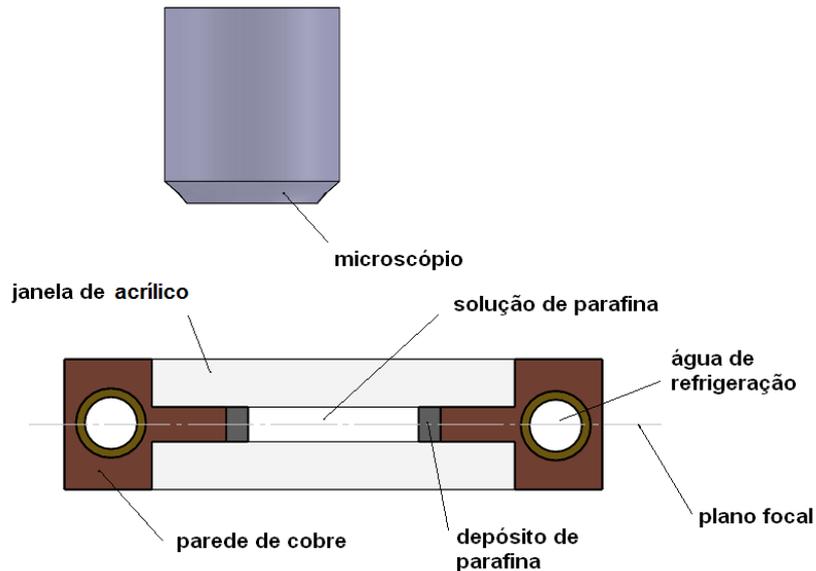


Figura 3.2: Vista em corte transversal esquemática do canal de escoamento da seção de testes retangular.

Água à temperatura controlada era bombeada a partir de banhos termostáticos através de dois tubos de cobre existentes dentro de cada um dos permutadores de calor também construídos de cobre, controlando assim a temperatura das paredes em contato com a solução de parafina que fluía no canal. Para tornar a troca térmica mais efetiva, o pequeno espaço existente entre os tubos de cobre e os permutadores de calor de cobre foi preenchido com uma mistura de pasta térmica da Implastec com pó de cobre eletrolítico classe EF-01 da Brasec Sinter, na proporção de 3:2.

A Fig. 3.3 mostra uma ilustração do canal retangular montado. As paredes de acrílico foram fixadas às paredes ativas de cobre por intermédio de placas metálicas sobrepostas e parafusadas, que pressionavam o acrílico contra fios de borracha instalados em canaletas usinadas na lateral da parede de cobre, vedando dessa forma a solução no interior do canal. Na Figura 3.3 podem ser observadas as peças de acrílico instaladas na entrada e saída da seção de testes, as quais possuíam 13,66 cm e 3,34 cm de comprimento para escoamento, respectivamente. Estas peças asseguravam rigidez para o acoplamento com as paredes de cobre, às quais eram aparafusadas. A entrada mais longa ainda ga-

rantia o desenvolvimento hidrodinâmico do escoamento antes do início da seção de testes de cobre onde se iniciava a deposição de parafina.

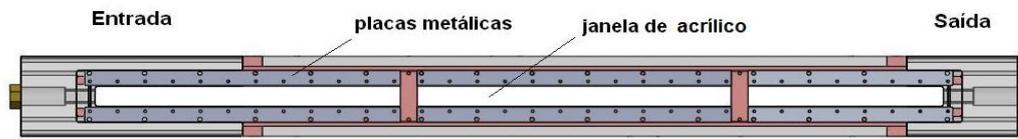


Figura 3.3: Vista superior esquemática do canal de escoamento de 600mm da seção de testes retangular.

A solução de parafina era mantida em um tanque cilíndrico de aço inoxidável de 5L assentado sobre uma placa de aquecimento modelo 754A da Fisatom de 1000W. Além do controle da temperatura, a placa de aquecimento também era equipada com um agitador magnético, o qual mantinha o fluido em movimento constante durante os ensaios, garantindo a homogeneidade química e térmica da solução. O fluido de trabalho era transportado por todo o circuito através de mangueiras modelo 2556 da Aeroquip de borracha NBR, de $\frac{3}{4}$ " de diâmetro interno. Todas as linhas de fluxo foram envolvidas com fitas de aquecimento elétrico modelo FGS051-040 da OmegaLux e isoladas termicamente com lã de vidro para manter a temperatura ideal de trabalho e evitar a possibilidade de ocorrência de deposição de parafina indesejada fora do canal de teste. Um variador de tensão Auge com saída de 0-100V com potência máxima de 2100W foi utilizado para alimentar as fitas de aquecimento.

Uma bomba de cavidades progressivas modelo NMO15BY01L06B da marca Netzsch foi utilizada para bombear o fluido de trabalho do tanque de aço para o canal de escoamento, e deste de volta para o tanque. A bomba de cavidades progressivas foi selecionada por gerar vazões volumétricas constantes. A faixa de vazão da bomba selecionada permitia a condução de testes em regimes de escoamento laminar e turbulento. Para controlar a vazão da bomba, foi utilizado um inversor de frequência da série CFW-08 e modelo μ -line da marca Weg, com variação de frequência entre 0 e 60Hz e resolução de 0,01Hz. A bomba foi previamente calibrada para que a relação entre a vazão e a frequência da mesma fosse precisamente conhecida. O Apêndice A.1 descreve a metodologia de determinação da curva de calibração da bomba de cavidades progressivas utilizada na seção de testes retangular. A bomba foi montada em uma mesa separada dos demais elementos da seção de testes. Este cuidado foi tomado para evitar que as vibrações da bomba em operação prejudicassem a visualização e influenciassem o processo de deposição de parafina.

O circuito de água de aquecimento e resfriamento das paredes de cobre

era composto por quatro banhos termostáticos e tubos poliflow[®], além de um conjunto de válvulas e conexões. Um banho modelo DC 30 da Thermo Haake foi utilizado para circular água quente dentro das paredes de cobre, mantendo suas temperaturas no mesmo valor da temperatura quente da solução. Um ULT-80 da Neslab de maior potência de refrigeração e capacidade de manutenção de temperaturas negativas foi utilizado para produzir um resfriamento rápido das paredes de cobre no momento do início do processo de deposição. Outros dois banhos modelo Phoenix C25P da Thermo Haake foram utilizados, um para cada parede de cobre, para manter a temperatura fria das mesmas após o transiente de resfriamento inicial fornecido pelo banho ULT-80.

Para desviar o escoamento de água de um dos banhos e permitir a passagem de outro, um conjunto de válvulas foi montado e operado manualmente. Este câmbio de fluxo de águas de refrigeração e aquecimento a diferentes temperaturas será explicado com maiores detalhes mais adiante, na seção de Metodologia Experimental, seção 3.3.3. No banho quente (40°C) e nos dois banhos frios (15°C) foi utilizada água deionizada como fluido de trabalho. No banho sub-resfriado ou gelado (-10°C) utilizou-se uma mistura de 50% de água deionizada com 50% de etilenoglicol, para evitar o congelamento do fluido.

A Fig.3.4 mostra uma fotografia de parte da seção de testes retangular com o sistema utilizado para visualização do processo de deposição de parafina, sob condições de escoamento laminar ou turbulento.

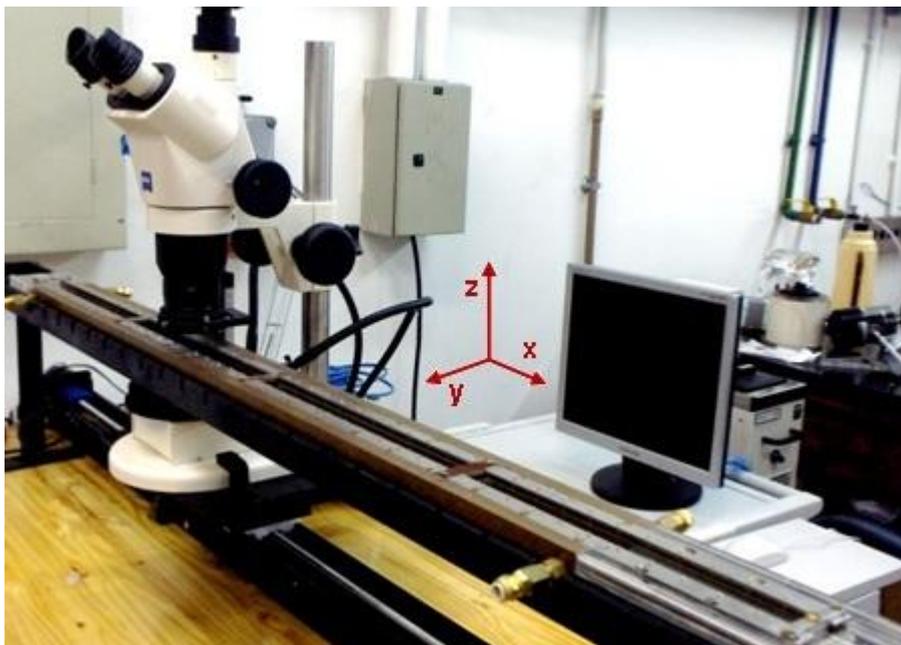


Figura 3.4: Fotografia da seção de testes retangular.

Maiores detalhes da seção de testes podem ser encontrados no trabalho de Yupa (2010), o qual apresentou os desenhos das peças de entrada e saída de acrílico e a montagem com as paredes de cobre, além dos detalhes de construção do tanque de armazenamento de solução.

3.1.2 Medição e controle da temperatura

Durante os ensaios, mediu-se a temperatura ao longo do comprimento do canal retangular utilizando-se 24 termopares instalados nas paredes de cobre, doze em cada parede. O registro destas medidas permitiu a obtenção da variação temporal da distribuição da temperatura ao longo das paredes do canal. Este sistema de monitoração da temperatura também contava com mais dois termopares, localizados um na entrada e outro na saída do canal, para fornecer medidas da temperatura da solução de parafina nestes pontos. A Fig. 3.5 mostra a disposição dos termopares ao longo do canal retangular.

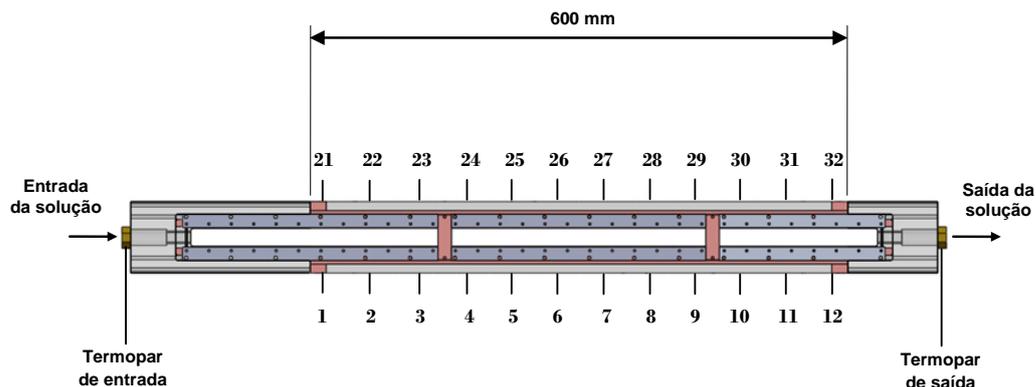


Figura 3.5: Localização dos termopares ao longo do canal retangular.

Nas medições, foram utilizados termopares do tipo E (Cromel/Constantan) da Omega Engineering com diâmetro de 0,25mm e incerteza de 0,1°C. As junções de medição dos termopares foram introduzidas em agulhas hipodérmicas de 1,5mm de diâmetro. Estas agulhas foram então untadas com pasta térmica da Implastec e inseridas em furos laterais usinados nas paredes de cobre, até uma distância de 0,5mm a partir da superfície em contato com a solução de parafina no interior do canal (Fig. 3.6). Esta pequena distância de 0,5mm (entre a junção do termopar e a superfície em contato com a solução) junto com a elevada condutividade térmica da parede de cobre permitiu uma boa estimativa da temperatura da interface solução/parede. Para isso, a leitura da junção do termopar era extrapolada para o valor da temperatura na interface, assumindo-se uma variação linear da temperatura da posição da junção até a posição da interface.

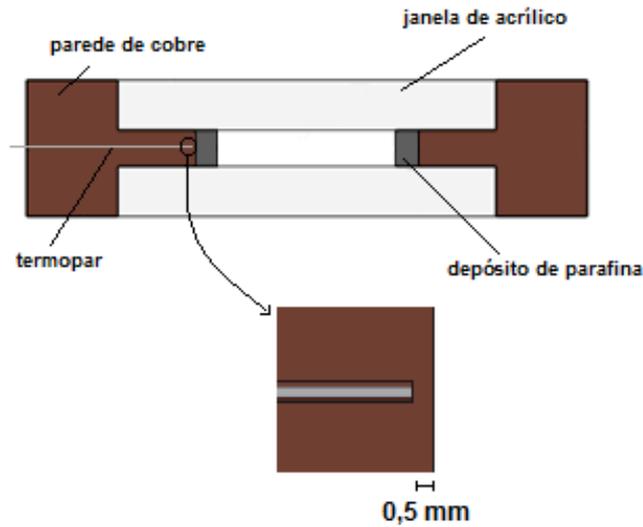


Figura 3.6: Localização da junção dos termopares.

O registro das leituras de temperatura dos termopares foi feito utilizando-se uma placa de aquisição de dados modelo 34970A da Agilent. Cada 10 termopares conectados à placa de aquisição possuía um termopar de referência. Os termopares de referências eram mergulhados em uma garrafa térmica contendo uma mistura de água deionizada e gelo fabricado a partir de água deionizada. Este sistema de aquisição de dados, controlado através de um programa desenvolvido empregando-se a ferramenta computacional Labview 7.1 da National Instruments, permitiu a obtenção de uma medida de temperatura a cada 2s, para cada termopar. Estas leituras eram integradas em blocos de dez segundos e armazenadas.

3.1.3 Visualização e processamento de imagens

A evolução temporal e espacial dos depósitos de parafina nas paredes de cobre foi registrada empregando-se um microscópio estéreo modelo Stemi 2000-C da Carl Zeiss, equipado com uma câmera digital AxioCam MRc da Carl Zeiss de resolução 1388 x 1040 pixels. O microscópio possui zoom de 0,65 a 5, o que equivale a aumentos de 32,5X a 225X. O conjunto câmera-microscópio foi posicionado perpendicularmente às paredes de acrílico, montado sobre uma mesa de coordenadas x-y-z (as direções são mostradas na Fig. 3.4) motorizada, modelo BiSlide da Velmex.

O conjunto câmera-microscópio era movimentado na direção transversal (direção y) com o auxílio de uma mesa acionada manualmente por um micrômetro. Já a movimentação nas direções axial (direção x) e vertical (direção z) era

produzida com um movimentador PK266-03B-P2 da Vexta e com um movimentador Slo-Syn Motor da Superior Electric, respectivamente, comandados com controles de motores VXM Stepping Motor Controller da Velmex. Com o sistema de movimentação descrito, era possível obter-se resolução de 0,1mm nas direções x e z, e de 0,01mm na direção y.

A mesa motorizada dirigida pelo *software* VXM Cosmos versão 2.0.1 da Velmex permitiu ao microscópio viajar ao longo do comprimento axial do canal de forma precisa e controlada. Foram estabelecidas 20 posições axiais do canal para serem monitoradas e terem suas espessuras de depósito medidas, como mostra o esquema da Fig. 3.7. Como pode ser observado nesta figura, os espaçamentos entre as posições na entrada do canal eram menores, visto que nesta região espera-se uma maior variação espacial da espessura do depósito.

Para obter imagens de boa qualidade, uma fonte de luz modelo KL1500 LCD da Carl Zeiss foi utilizada junto com o microscópio para uma melhor iluminação dos depósitos.

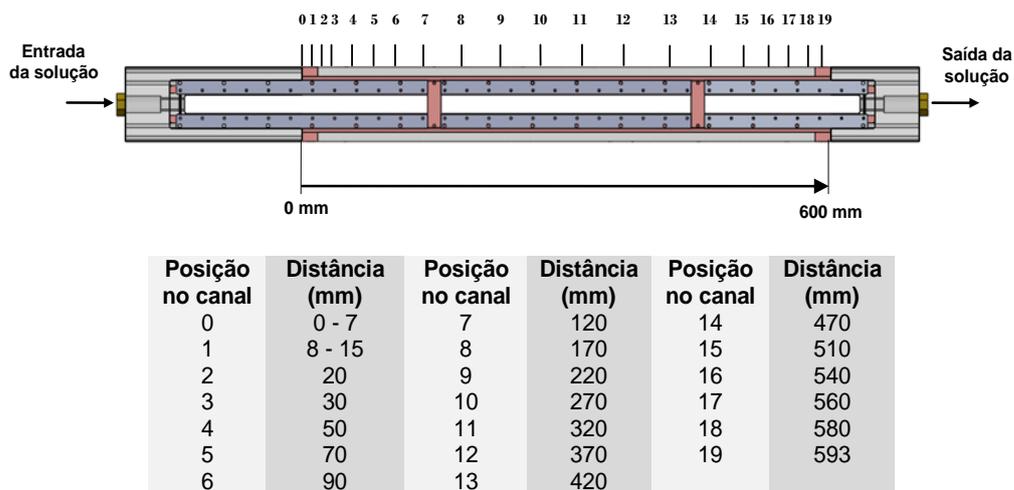


Figura 3.7: Localização das posições de visualização e medição das espessuras de depósito ao longo do canal retangular.

As imagens digitais dos depósitos foram tratadas manualmente utilizando o *software* de medição Axio Vision (AxioVs40 versão 4.4.1.0) da Carl Zeiss compatível com o microscópio utilizado.

3.2 Procedimentos Experimentais

Para os ensaios na seção de testes retangular deste trabalho foi utilizada uma solução de querosene com 20% de parafina. A solução utilizada como fluido de trabalho e a metodologia experimental serão descritas a seguir.

3.2.1 Solução de querosene com parafina

A solução utilizada neste trabalho foi preparada em laboratório com 80% em massa de querosene comercial desodorizado grau técnico da Vetec (código TC0282.06 e número CAS 8008-20-6) e 20% em massa de parafina comercial purificada da Vetec (código 1228.EG e número CAS 8002-74-2). Os componentes foram colocados em béquer de 2L e pesados em balança calibrada. Em seguida, a mistura foi aquecida e homogeneizada em placa térmica agitadora.

No Apêndice A.2 encontram-se descritos os procedimentos de medição de algumas propriedades importantes desta solução de querosene com parafina a 20%, utilizadas como dados de entrada nas simulações numéricas realizadas com o modelo bidimensional desenvolvido por Minchola (2007) para fins de comparações entre os resultados numéricos. As propriedades medidas foram a massa específica, a viscosidade, o calor específico à pressão constante e a condutividade térmica, além da curva de solubilidade e a TIAC. Como pode ser visto no Apêndice A.2.3, a TIAC medida experimentalmente pelo método da viscosimetria para esta solução foi de 32,75°C.

Além das propriedades listadas acima, a composição (distribuição das n-parafinas) e algumas propriedades físico-químicas das soluções de querosene com 15% e 20% de parafina (empregadas nos testes do trabalho de Yupa (2010) e nos testes deste trabalho, respectivamente) foram determinadas por serem necessárias como dados de entrada para o modelo entalpia-porosidade desenvolvido. Os dados experimentais de Yupa (2010), obtidos com a solução de 15%, foram adicionalmente comparados com os resultados numéricos deste trabalho.

As análises para a determinação da composição e das propriedades físico-químicas das soluções, cujos resultados são apresentados no Apêndice B.1, foram realizadas no Laboratório de Tecnologia de Elevação e Escoamento do Centro de Pesquisa da Petrobras, através do ajuste dos parâmetros da equação de estado cúbica de Peng-Robinson. Em suma, os resultados obtidos consistem de ajustes empíricos a dados experimentais, isto é, os parâmetros da equação de estado e do modelo de sólidos foram ajustados para reproduzir algumas propriedades medidas experimentalmente. Primeiramente, as propriedades termodinâmicas de cada componente foram ajustadas de forma a reproduzir a curva de densidade em função da temperatura medida para o fluido real. Em seguida, ajustaram-se aleatoriamente as propriedades termodinâmicas dos sólidos de maneira a reproduzir a curva de precipitação de parafinas obtida experimental-

mente pelo método DSC para a solução em questão.

No Apêndice B.1, são apresentados os resultados das análises, com duas caracterizações distintas para cada uma das soluções de parafina, com 15% e 20%. As caracterizações diferem no número de pseudocomponentes considerados. Como pode ser observado no apêndice, as soluções foram caracterizadas como uma mistura constituída por doze pseudocomponentes, e também como uma mistura formada por apenas dois pseudocomponentes. Deste modo, pode-se comparar os resultados obtidos com 12 e 2 espécies, inferindo-se a importância do número de pseudocomponentes considerados nas simulações numéricas.

3.2.2 Metodologia experimental

Um experimento típico de deposição iniciava-se com o aquecimento e derretimento da solução no tanque cilíndrico, a uma temperatura acima de sua TIAC. No caso das experiências com as soluções de querosene com parafina, esta temperatura era de 40°C. Nesta condição, toda a parafina encontra-se dissolvida no solvente (querosene). O tanque de armazenamento permanecia aquecido de modo a manter a temperatura da mistura constante durante todo o experimento. Visando a acompanhar possíveis mudanças na composição e/ou propriedades do fluido de trabalho, foram realizadas medidas de massa específica e viscosidade da solução de querosene com parafina a 20% ao longo do tempo de realização dos ensaios. Os resultados deste procedimento, apresentados no Apêndice A.3, mostram que os efeitos do envelhecimento da solução, incluindo repetidos aquecimentos e resfriamentos, não alteraram as suas propriedades significativamente.

Ao mesmo tempo em que a placa de aquecimento do tanque cilíndrico era acionada, os banhos termostáticos eram ligados para estabilizarem-se em suas temperaturas de trabalho. Também era ligado, em aproximadamente 20V, o variador de tensão que alimentava as fitas de aquecimento, as quais mantinham as mangueiras do circuito de óleo aquecidas. A água do banho quente a 40°C era então bombeada através das paredes de cobre para derreter a solução que se encontrava solidificada dentro do canal retangular.

Quando o fluido já se encontrava visivelmente derretido, a bomba era acionada, selecionando-se a frequência no inversor que produziria a vazão correta para o experimento a ser realizado. Na seção retangular com 600mm de comprimento, foram realizados testes com diferentes números de Reynolds, sendo

eles 660, 2019 e 6000, avaliados para tubo limpo (sem qualquer depósito) e para valores de massa específica e viscosidade medidos experimentalmente (ver Apêndices A.2.1 e A.2.2) na temperatura de entrada da solução, isto é, 40°C. Os valores de frequência no inversor utilizados para gerarem as vazões para estes escoamentos foram, respectivamente, 6, 19 e 57Hz, de acordo com a curva de calibração do Apêndice A.1.

Assim que a condição de regime permanente inicial era alcançada (isto é, a solução encontrava-se escoando na vazão desejada a 40°C, monitorada continuamente pelo sistema de aquisição de dados de temperatura), a experiência iniciava-se pela operação de um conjunto de válvulas que desviava a água quente que escoava dentro das paredes de cobre e permitia a passagem da água resfriada a -10°C proveniente do banho de maior potência. Dessa forma, gerava-se uma variação brusca de temperatura nas paredes de cobre, que se aproximava de um degrau de temperatura. Ao mesmo tempo em que o banho gelado era acionado, a captura de imagens pela câmara conectada ao microscópio era iniciada. Quando um primeiro termopar instalado na parede indicava leitura de aproximadamente 15°C, o banho gelado era desconectado e água a 15°C proveniente dos banhos frios previamente estabilizados era direcionada para as paredes de cobre, permanecendo nesta configuração até o fim da experiência.

A operação manual das válvulas para direcionar os fluxos dos banhos era realizada rapidamente, em aproximadamente três segundos. Após o posicionamento das válvulas, eram necessários cerca de 30 segundos para que a temperatura da parede atingisse o valor desejado de cerca de 15°C. Entretanto, após a água proveniente do banho de maior potência ser trocada pela água dos banhos estabilizados a 15°C, ainda eram necessários cerca de 5 minutos para que a temperatura das paredes estabilizassem em $15 \pm 0,2^\circ\text{C}$.

A evolução temporal do depósito de parafina era então registrada pela câmara digital equipada com microscópio, a partir do resfriamento inicial. Com o aumento de 32,5X utilizado, o campo de visão do microscópio é de 5 x 7mm. Esta área de visualização não permite que ambas as paredes de cobre fossem visualizadas simultaneamente. Assim, a espessura de deposição foi medida em apenas uma parede da seção retangular. Experiências preliminares revelaram que depósitos equivalentes são obtidos em ambos os lados, o que demonstrou a simetria das condições de teste, validando a utilização do procedimento adotado.

A evolução espacial do depósito de parafina (ou seja, a distribuição da espessura ao longo do comprimento do canal) foi obtida por um processo pseudo-transitório, que será agora descrito. Antes do arrefecimento do cobre ser inicia-

do, o conjunto câmera-microscópio era adequadamente posicionado em um dos pontos pré-definidos, como mostrado na Fig. 3.7. Após a condição de regime permanente inicial ser alcançada, o resfriamento das paredes de cobre e a gravação das imagens eram iniciados, de acordo com o procedimento já descrito. Depois que a espessura de depósito de parafina parava de variar, o experimento era interrompido e as paredes do canal eram novamente aquecidas, alterando as posições das válvulas do circuito de arrefecimento para aquecimento. Com as paredes de cobre aquecidas, a parafina depositada derretia completamente depois de algum tempo de espera (aproximadamente 2min). Após um novo estado de equilíbrio térmico ser atingido, a mesa motorizada era ativada e o conjunto câmera-microscópio era movido para a próxima posição axial a ser medida. O procedimento experimental apresentado era então repetido para a nova posição. Esta sucessão de processos de aquecimento e de resfriamento era repetida até que o microscópio tivesse visitado todas as posições axiais desejadas.

A repetibilidade do processo pseudo-transitório descrito acima foi analisada por experiências preliminares. O conjunto câmera-microscópio foi posicionado em um dado ponto axial e o crescimento transiente do depósito de parafina foi registrado até um valor constante de espessura ser alcançado. Depois disso, as válvulas eram posicionadas de modo a aquecer as paredes de cobre, seguindo a mesma metodologia já descrita. Nestes testes preliminares, no entanto, o microscópio não era movido axialmente. A experiência era repetida algumas vezes nesta mesma posição e uma série de dados de espessura de depósito transiente era gravada. A diferença nos valores das espessuras de depósito obtidas nas diferentes replicações dos experimentos era sempre inferior a 5%, um valor considerado aceitável para este tipo de experimento.

As imagens digitais dos depósitos foram gravadas com uma frequência de 1 imagem a cada 2 segundos nos primeiros 5 minutos de deposição, e com uma frequência de 1 imagem a cada 5 minutos no restante do tempo dos ensaios. As imagens armazenadas foram então tratadas manualmente utilizando-se o *software* comercial de medição já citado. Antes dos experimentos, o microscópio e o *software* foram calibrados utilizando-se uma escala precisa, com uma resolução de 0,01mm. A coordenada transversal da parede de cobre em cada posição axial visitada da seção retangular foi gravada e usada como referência para as medições da espessura dos depósitos.

Ressalta-se que antes dos experimentos foram realizados testes de espessura de regime permanente em distintas posições no canal, e para cada número de Reynolds empregado. Nestes testes, deixou-se a experiência prosse-

guir por várias horas. Os resultados mostraram que um estado de espessura constante foi obtido em todas as posições investigadas. A espessura tornou-se constante após menos de 2 horas para os números de Reynolds iguais a 660 e 2019, e após menos de 1 hora para o número de Reynolds igual a 6000. Com base nestas informações, estabeleceu-se o tempo de 150 minutos para os experimentos com Reynolds igual a 660 e 2019, e 60 minutos para os experimentos com Reynolds igual a 6000.