



José Ronaldo Vimieiro Júnior

**Visualização Tridimensional do Deslocamento
de Óleo por Suspensões de Microcápsulas
Flexíveis em Meios Porosos**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para
obtenção do grau de Mestre pelo Programa de
Pós-graduação em Engenharia Mecânica da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Márcio da Silveira Carvalho
Co-orientadora: Débora Freitas do Nascimento

Rio de Janeiro

Julho de 2017



José Ronaldo Vimieiro Júnior

**Visualização Tridimensional do Deslocamento
de Óleo por Suspensões de Microcápsulas
Flexíveis em Meios Porosos**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Márcio da Silveira Carvalho

Orientador

Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Dra. Débora Freitas do Nascimento

Co-Orientadora

PUC-Rio

Prof. Igor Braga de Paula

Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Prof. Sidnei Paciornik

Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

Prof. Márcio da Silveira Carvalho

Coordenador do Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 19 de julho de 2017

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

José Ronaldo Vimieiro Júnior

José Ronaldo Vimieiro Júnior graduou-se em Engenharia de Controle e Automação no Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais em 2014 e pós graduou-se no curso de especialização Lato Sensu em Engenharia de Sistemas Offshore na Universidade Federal do Rio de Janeiro em 2016.

Ficha Catalográfica

Vimieiro Júnior, José Ronaldo

Visualização Tridimensional do Deslocamento de Óleo por Suspensões de Microcápsulas Flexíveis em Meios Porosos / José Ronaldo Vimieiro Júnior ; Orientador: Márcio da Silveira Carvalho ; Co-orientadora: Débora Freitas do Nascimento. – 2017.

144 f. : il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Mecânica, 2017.

Inclui bibliografia

1. Engenharia Mecânica – Teses. 2. Recuperação Avançada de Óleo. 3. Suspensão. 4. Microscopia Confocal. 5. Microfluídica I. Carvalho, Márcio da Silveira. II. Nascimento, Débora Freitas do. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDD: 621

Dedico este trabalho a Deus e a minha família,
por tudo que me proporcionam na vida.

Agradecimentos

Agradeço a meus pais, Érika e Ronaldo, ao meu irmão Rodrigo, aos meus padrinhos Deusa e Fábio e aos meus familiares em geral, pelo amor incondicional, pelo incessante apoio e incentivo na busca pelos meus sonhos e objetivos.

Ao meu orientador Professor Márcio pela oportunidade de participar de sua equipe de pesquisa e ter a chance de trabalhar em um projeto extremamente interessante, que me trouxe muito aprendizado e amadurecimento científico. Agradeço também pelas suas excelentes aulas, paciência, confiança e ótimos ensinamentos.

A minha co-orientadora Débora pela colaboração, auxílio e constante troca de conhecimentos durante a elaboração deste trabalho, sempre disposta a ajudar.

Ao Professor Sidnei do Departamento de Engenharia Química e de Materiais da PUC-Rio, pela incansável cooperação e assessoria na análise e no processamento das imagens tridimensionais apresentadas neste trabalho.

As amigas Marisa e Nicolle, pelo convívio diário, pelos momentos de descontração, trocas de conhecimento e pela ajuda em diversas ocasiões, tornando essa caminhada mais suave e divertida. Aos amigos Rodrigo e Pedro pelo companheirismo, pelas ‘resenhas’ e pela parceria.

Ao coordenador e ao técnico do Laboratório de Microhidrodinâmica e Escoamento em Meios Porosos (LMMP), Felicle e Leonardo, por sempre estarem dispostos a colaborar, me ajudando em diversas situações, tanto na disponibilização de materiais, quanto em ideias para melhora deste projeto. Aos pesquisadores Jorge e Tiago pela disposição e entusiasmo em contribuir na superação de diversos desafios.

Aos demais colegas de pesquisa do LMMP/PUC-Rio, pela acolhida, pela constante colaboração, proporcionando um excelente ambiente de trabalho.

Aos professores e funcionários da PUC-Rio pelas aulas ministradas e pelos serviços prestados, durante esses dois anos de curso.

Ao CNPq e a PUC-Rio pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não poderia ter sido realizado.

A Shell pelo incentivo e apoio financeiro à pesquisa.

E todos aqueles que neste período, de um jeito ou de outro, estiveram presentes e contribuíram para a conclusão desta jornada.

Resumo

Vimieiro Júnior, José Ronaldo; Carvalho, Márcio da Silveira. **Visualização Tridimensional do Deslocamento de Óleo por Suspensões de Microcápsulas Flexíveis em Meios Porosos**. Rio de Janeiro, 2017. 144p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Em um mundo globalizado, a demanda por energia está sempre crescendo. Uma vez que a indústria de óleo e gás é responsável pela entrega da maior parte desta demanda, isso faz dos hidrocarbonetos componentes cada vez mais importantes no mercado mundial. Entretanto tais recursos são finitos, portanto, uma exploração consciente, buscando sempre o máximo desempenho se faz necessária. Como os reservatórios de petróleo, logo após a aplicação das técnicas de recuperação primária e secundária, geralmente ainda possuem cerca de 65% do volume de óleo originalmente contido em seus poros, métodos que visam a redução dessa porcentagem estão ganhando um papel cada vez mais importante na indústria energética. Nesse contexto, esse trabalho apresenta um micromodelo tridimensional representativo de um meio poroso que será utilizado para a análise do escoamento de fluidos na escala de poro. A microscopia confocal será adotada para visualizar os diferentes fenômenos que ocorrem em microescala, permitindo a obtenção de informações específicas sobre a dinâmica dos gânglios de óleo, em relação a sua formação, mobilização e aprisionamento, e assim, ao final do experimento quantificar a saturação residual de óleo em diferentes condições de escoamento. Os resultados obtidos mostram que o uso das suspensões de microcápsulas flexíveis como agente de controle de mobilidade, modifica a distribuição dos fluidos no meio poroso, o que melhora a eficiência de deslocamento do fluido deslocante na escala de poro, e conseqüentemente diminui a saturação de óleo residual.

Palavras-Chave

Recuperação Avançada de Óleo; Suspensão; Microscopia Confocal; Microfluídica.

Abstract

Vimieiro Júnior, José Ronaldo; Carvalho, Márcio da Silveira (Advisor).
Three-dimensional Visualization of Oil Displacement by Flexible Microcapsules Suspensions in Porous Media. Rio de Janeiro, 2017. 144p.
Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

In a globalized world, the demand for energy is always growing. Since the oil and gas industry is responsible for delivering most of this demand, this makes hydrocarbon components increasingly important in the worldwide economy. However, such resources are finite, so a conscious exploration always seeking the maximum performance is required. As oil reservoirs after the application of primary and secondary recovery techniques usually still have about 65% of the original oil volume contained in their pores, methods that aim its reduction are gaining an increasingly important role in the energy industry. In this context, this work presents a three-dimensional micromodel representative of a porous medium that is used for pore-scale flow analysis. Confocal microscopy is used to visualize the microscale phenomena, leading to specific information about ganglia dynamics, related to its formation, mobilization and entrapment. The residual oil saturation, an important value to measure the amount of oil produced in a given reservoir is determined for different flow conditions. The results show that the suspensions composed by flexible microcapsules could be used as a mobility control agent, since it modifies the fluid distribution in the porous media, improving the pore-scale displacement efficiency, and consequently reducing the residual oil saturation.

Keywords

Enhanced Oil Recovery; Suspension; Confocal Microscopy; Microfluidics.

Sumário

1 Introdução.....	15
1.1 Motivação.....	15
1.2 Objetivos da Dissertação	18
1.3 Escopo do Trabalho	19
2 Fundamentos Teóricos	20
2.1 Escoamento na Escala de Poro.....	20
2.2 Fenômenos Capilares	24
2.3 Número de Capilaridade	26
2.4 Dinâmica dos Gânglios	26
2.5 Solução de Surfactantes	31
2.6 Solução Polimérica	34
2.7 Dispersão	36
2.7.1 Espuma	37
2.7.2 Emulsão.....	39
3 Metodologia Experimental	42
3.1 Micromodelo.....	42
3.1.1 Introdução aos Micromodelos	42
3.1.2 Preparação e Propriedades do Micromodelo	44
3.1.3 Caracterização do Micromodelo.....	50
3.2 Fases Aquosa e Oleosa.....	53
3.3 Suspensões de Microcápsulas Flexíveis	57
3.4 Microscopia de Fluorescência.....	61
3.5 Microscopia Confocal.....	66
3.5.1 Introdução à Microscopia Confocal	66
3.5.2 Princípio de Funcionamento.....	67
3.6 Procedimento Experimental	69
3.7 Fundamentos do Processamento Digital de Imagens	73
3.7.1 Processamento Digital de Imagens Tridimensionais.....	76
3.7.2 Operações Morfológicas para Visualização dos Gânglios de Óleo.....	78
3.7.3 Metodologia de Análise e Softwares Adotados	78
4 Resultados e Discussões	90
4.1 Variação Gradual da Vazão de Injeção do Fluido Deslocante.....	90
4.2 Injeção da Suspensão de Microcápsulas.....	106

5 Considerações Finais	118
5.1 Conclusões	118
5.2 Trabalhos Futuros	120
6 Referências Bibliográficas	121
APÊNDICE A	132
APÊNDICE B	133

Lista de Figuras

Figura 1 - Ilustração esquemática do processo de medição da molhabilidade ...	21
Figura 2 - Curva de permeabilidade relativa.....	23
Figura 3 - Mobilização de um gânglio de óleo (Adaptado de Payatakes, 1982) .	29
Figura 4 - Fissura de um gânglio de óleo em U (Adaptado de Payatakes, 1982)	30
Figura 5 - Atuação do surfactante em uma emulsão.....	32
Figura 6 - Modelo de curva de dessaturação capilar.....	33
Figura 7 - Comparação do varrido na injeção de gás com e sem espuma	38
Figura 8 - Diferentes tipos de Emulsões.....	40
Figura 9 - EOR através da injeção de emulsões	41
Figura 10 - Micromodelo (Capilar de quartzo com microesferas empacotadas) .	45
Figura 11 - A: Forno industrial; B: Imagem microscópica do empacotamento	46
Figura 12 - Histograma da distribuição de tamanho das microesferas de vidro..	47
Figura 13 - Processo de medição do índice de refração das esferas de vidro....	48
Figura 14 - Encontrando o índice de refração das microesferas de vidro	49
Figura 15 - Aparato de medição da permeabilidade do micromodelo	52
Figura 16 - Permeabilidade absoluta x Viscosidade dinâmica do CHIP A	53
Figura 17 - Medição da tensão interfacial utilizando o <i>Du Noüy ring</i>	55
Figura 18 - Curva de Viscosidade x Temperatura	55
Figura 19 - Curva de Viscosidade x Tempo	56
Figura 20 - Teste de miscibilidade das fases aquosa e oleosa	57
Figura 21 - Suspensões de microcápsulas.....	58
Figura 22 - Cadeias poliméricas reticuladas.....	59
Figura 23 - Variação da espessura da membrana	60
Figura 24 - Teste de elasticidade das microcápsulas nos microcapilares.....	61
Figura 25 - Espectro de radiação eletromagnética.....	62
Figura 26 - Processo molecular de excitação e emissão de fluorescência	63
Figura 27 - Princípio de excitação e emissão de fluorescência.....	64
Figura 28 - Esquemático do princípio da confocalidade.....	67
Figura 29 - Caminhos da luz em um microscópio confocal básico.....	68
Figura 30 - Lacuna entre o micromodelo e a lente objetiva.....	70
Figura 31 - Microscópio Leica DMI8 & Confocal TCS SP8.....	73
Figura 32 - Fluxograma tradicional do processamento digital de imagens	74
Figura 33 - Interferências no processamento digital de imagens 3D	77

Figura 34 - Fluxograma de processamento adotado neste trabalho	80
Figura 35 - Diferença nos histogramas devido ao aumento de contraste	80
Figura 36 - Pré-processamento (aumento de contraste)	81
Figura 37 - Aplicação de diferentes processos de segmentação (Fatia 37)	83
Figura 38 - Aplicação de diferentes processos de segmentação (Fatia 53)	84
Figura 39 - Aplicação de diferentes processos de segmentação (Fatia 72)	85
Figura 40 - Volume de análise selecionado do CHIP A	86
Figura 41 - Resultado dos diferentes métodos de segmentação	88
Figura 42 - Diferentes etapas do teste nos CHIP's A e D	92
Figura 43 - Volume de análise e segmentação das etapas do teste	94
Figura 44 - Curva de dessaturação capilar	96
Figura 45 - Curva de dessaturação capilar do CHIP C para testes distintos	97
Figura 46 - Operação de subtração de imagens	98
Figura 47 - Resultado da operação de Abertura	99
Figura 48 - Gânglios de óleo do Teste 3 no CHIP C	102
Figura 49 - Histograma da frequência do volume de gânglios	103
Figura 50 - Histograma do volume de óleo dos gânglios	104
Figura 51 - Número de gânglios presos no micromodelo em função do Ca	104
Figura 52 - Histogramas da frequência e do volume dos gânglios de óleo	105
Figura 53 - Geometria de um empacotamento ideal de esferas em um cubo ...	107
Figura 54 - Suspensão de microcápsulas flexíveis na escala real	108
Figura 55 - Efeitos de flambagem e inchamento das microcápsulas	108
Figura 56 - Suspensões de microcápsulas flexíveis na escala microscópica ...	109
Figura 57 - Etapas do teste de injeção de microcápsulas no CHIP D	111
Figura 58 - Imagem da saturação final dos CHIP's	113
Figura 59 - Saturação final da fase aquosa no CHIP D	114
Figura 60 - Saturação final do CHIP F e distribuição das microcápsulas 20:1 ..	116
Figura 61 - Saturação final do CHIP G e distribuição das microcápsulas 20:1 ..	117

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Índice de refração dos líquidos do laboratório.....	48
Tabela 2 - Dados das medidas de porosidade efetiva dos micromodelos	51
Tabela 3 - Dados para cálculo da permeabilidade do CHIP A	52
Tabela 4 - Resultado numérico de diferentes métodos de segmentação	89
Tabela 5 - Número de Capilaridade x Taxa de Injeção	91
Tabela 6 - Resultado dos testes de variação gradual da vazão de injeção	95
Tabela 7 - Propriedades físicas dos CHIP's	96
Tabela 8 - Resultado dos testes de injeção de microcápsulas 10:1	112
Tabela 9 - Resultado do teste no CHIP F com as microcápsulas 20:1	115
Tabela 10 - Resultado do teste no CHIP G com as microcápsulas 20:1	116

Lista de Abreviaturas

IFT: *Interfacial Tension (Tensão Interfacial)*

EOR: *Enhanced Oil Recovery (Recuperação Avançada de Óleo)*

°API: *American Petroleum Institute Gravity (Instituto Americano de Petróleo)*

ROS: *Residual Oil Saturation (Saturação Residual de Óleo)*

HPAM: *Hydrolyzed Polyacrylamide (Poliacrilamida Hidrolizada)*

A/O: *Emulsão de Água em Óleo*

O/A: *Emulsão de Óleo em Água*

A/O/A ou O/A/O: *Emulsão Múltipla ou Complexa*

PVI: *Photoluminescent Volumetric Imaging (Visualização Volumétrica Fotoluminescente)*

PDMS: *Polydimethylsiloxane (Polidimetilsiloxano)*

TIFF: *Tagged Image File Format (Formato de Arquivo Raster)*

*Embora ninguém possa voltar atrás e fazer um novo começo,
qualquer um pode começar agora e fazer um novo fim.*

Chico Xavier

1 Introdução

1.1 Motivação

O recente aumento global na demanda por energia tem feito os hidrocarbonetos componentes cada vez mais importantes no mercado mundial, visto que, é esperado que essa atual demanda energética seja suprida pela indústria de óleo e gás (BP, 2016). Porém, sabe-se que este é um recurso natural finito e que as reservas mundiais dessa matéria prima estão em declínio, o que promove a necessidade do avanço tecnológico para que novas jazidas possam ser descobertas e exploradas.

Além de novas jazidas que estão por ser descobertas e exploradas, ainda existem os reservatórios já em produção, que estão em declínio, depletados pela sua contínua produção. De acordo com as pesquisas de Dake (1983), geralmente o fator de recuperação de reservatórios de hidrocarbonetos é muito baixo e raramente será superior a 30% do seu volume total, ou seja, a maior parte do óleo permanece nos poros da rocha petrolífera. Esses reservatórios são fortes candidatos ao emprego de uma série de processos que visam à obtenção de uma recuperação adicional desse óleo remanescente. Neste contexto, técnicas para aumentar esse fator de recuperação têm desempenhado um importante papel na indústria energética.

Um desses processos é conhecido como Recuperação Melhorada de Óleo (*Enhanced Oil Recovery*), o qual é definido como uma técnica que visa a produção de volumes de óleo incrementais, que possam ser produzidos economicamente de um reservatório de petróleo através de métodos convencionais secundários e terciários. Nas últimas décadas, os métodos de recuperação secundária passaram a ser classificados como métodos convencionais de recuperação, enquanto que os métodos terciários passaram a ser denominados como métodos especiais de recuperação ou métodos de recuperação avançada (Rosa et al., 2006).

Métodos primários de recuperação dependem da energia própria do reservatório para produzir o óleo da rocha reservatório para o poço de produção. Essa energia geralmente está relacionada com uma capa de gás na parte superior da camada de óleo ou um aquífero na parte inferior, ou ainda gás em solução.

Reservatórios com energia natural são classificados como surgentes. Porém, com o passar do tempo, a energia é dissipada e uma energia complementar se faz necessária para se produzir quantidades significativas de óleo adicional, ou seja, métodos capazes de suplementar a energia primária por meio de mecanismos artificiais.

Métodos de recuperação secundária convencionais introduzem energia adicional através da injeção de água ou gás, sob pressão, na formação. Segundo Lake (1996) a injeção de água é o método secundário mais utilizado, tanto em campos *onshore* quanto em campos *offshore*, por apresentar altos índices de sucesso, tais como nos reservatórios de Cantarell no México e Ghawar na Arábia Saudita. Porém, ainda assim, após a sua aplicação temos uma porcentagem muito alta de óleo remanescente no reservatório, por volta de 65% (Thomas, 2008), ou seja, tal método possui uma eficiência limitada de varredura dos poros do reservatório. Isso ocorre, dentre outros motivos, devido à razão desfavorável de mobilidade entre os fluidos, no caso água e óleo, causada pela menor viscosidade da água em comparação com o óleo. Essa razão de mobilidade entre os fluidos pode ser calculada pela seguinte equação:

$$M = \frac{k_w/\mu_w}{k_o/\mu_o}, \quad (1)$$

onde k_w é a permeabilidade efetiva da água, μ_w é a viscosidade da água, k_o é a permeabilidade efetiva do óleo e μ_o é a viscosidade do óleo. A alta razão de mobilidade leva ao aparecimento de um fenômeno conhecido como interdigitação viscosa (*viscous fingering*). A frente de deslocamento torna-se instável, formando caminhos preferenciais para a fase aquosa, assim a água atinge os poços produtores rapidamente, deixando para trás uma grande quantidade de óleo, fazendo com que a eficiência do varrido seja muito baixa e insatisfatória.

Os métodos de recuperação terciária são os mais indicados para a recuperação dos campos maduros, isto é, definidos como os campos que se encontram em avançado estágio de exploração, com índices de produção declinante que já ultrapassaram seu pico de produção. Esses métodos geralmente visam recuperar reservatórios que apresentam óleos com alta viscosidade, elevadas tensões interfaciais e reservatórios carbonáticos de baixa permeabilidade, onde os métodos convencionais de recuperação secundária não são suficientes.

Recentemente, diferentes métodos de recuperação avançada, tais como os denominados químicos, miscíveis, térmicos e biológicos, surgiram como alvo de pesquisa, com o objetivo de melhorar a varredura macroscópica e reduzir a saturação de óleo residual no reservatório. Dentre esses métodos, os químicos, que são executados através da injeção de diferentes fluidos nos reservatórios, se destacam dos demais, por serem mais difundidos na indústria do petróleo.

Isso pode ser evidenciado devido ao fato de que a maior parte dos estudos disponíveis na literatura estão relacionados a esses métodos, principalmente os que consideram a injeção de soluções poliméricas e soluções de surfactantes. Alguns exemplos são os trabalhos de Buchgraber et al. (2011) sobre o deslocamento de óleos viscosos por meio de soluções poliméricas, e a pesquisa de Kalpakci et al. (1981) sobre as características do escoamento de soluções de surfactantes em meios porosos.

Trabalhos experimentais que abrangem a escala macroscópica, tais como experimentos em “*core flooding*”, têm sido bastante executados ao longo dos últimos anos com o objetivo de analisar a dinâmica do escoamento de fluidos, bem como avaliar a eficiência de métodos terciários na recuperação de óleo. Um desses trabalhos, por exemplo, é o realizado por Cottin et al. (2014) que apresenta de forma experimental a injeção de solução polimérica em testemunhos de rochas com alta permeabilidade, o qual avalia a eficácia deste método na recuperação de óleo. Entretanto, a análise em tal escala não permite o estudo e entendimento dos fenômenos físicos que acontecem na escala de poro, que são de grande relevância para o entendimento do problema analisado.

Neste cenário, trabalhos experimentais que abrangem a escala microscópica também têm se difundido na literatura, com o intuito de diminuir essa lacuna deixada pelos experimentos macroscópicos, como por exemplo o trabalho de Nilsson et al. (2013), que desenvolveram um dispositivo de microfluídica para testar o desempenho de diferentes fluidos com propriedades reológicas distintas na recuperação de óleo.

Nesses trabalhos, a análise dos fenômenos físicos que acontecem na escala de poro, se sucede por meio de técnicas de visualização em micromodelos bidimensionais (Lenormand, 1986; Galindo-Rosales et al., 2012; Howe et al., 2015; Bento & Moreno, 2016), os quais são estruturas artificiais transparentes, desenvolvidas para representar a complexidade da estrutura porosa e que proporcionam a visualização dos processos de deslocamento dos fluidos.

Contudo, a visualização bidimensional desses micromodelos não promove uma representação fidedigna do meio poroso, pois tal estrutura é na realidade tridimensional. Tendo, portanto, uma necessidade de se investigar esses fenômenos de forma realista e efetiva, por meio da análise e visualização tridimensional. Apesar de sua enorme importância prática, uma ideia clara sobre a determinação do escoamento através de micromodelos tridimensionais permanece indeterminada na literatura, devido a sua alta complexidade.

Portanto, para analisar os fenômenos físicos que acontecem na escala de poro e elucidar o entendimento sobre a dinâmica da formação, mobilização e aprisionamento dos gânglios de óleo, bem como a análise da saturação de óleo residual, ambos sob um escoamento multifásico, procedimentos experimentais em meios porosos tridimensionais serão realizados, e analisados por meio de técnicas de visualização especiais.

1.2 Objetivos da Dissertação

Na avaliação da produção de uma jazida de petróleo, no que se refere ao deslocamento de óleo, grande parte dos estudos disponíveis na literatura são realizados em escala macroscópica (Gray et al., 2008; Meybodi et al., 2011; Meybodi et al., 2011a; Guillen et al., 2012a; Sun, 2016). Entretanto, o comportamento macroscópico depende diretamente das características do escoamento na escala de poro. Neste contexto, este trabalho tem como objetivo estudar a dinâmica do escoamento multifásico na escala de poro de forma tridimensional, apresentar e entender os fenômenos físicos que regem tal escoamento.

Com o intuito de analisar os efeitos da aplicação de um método de recuperação avançada na quantificação da saturação residual de óleo e na distribuição dos gânglios de óleo ao longo do meio poroso, será realizada a injeção de uma suspensão de microcápsulas, que é um método de recuperação avançada inovador na indústria do petróleo.

O foco principal do trabalho será o estudo experimental do escoamento multifásico no espaço poroso de uma maneira mais abrangente e esclarecedora do que a usualmente empregada. No entanto, técnicas ópticas tradicionais não são adequadas para a visualização direta do escoamento em micromodelos 3D.

Para contornar essa dificuldade, propõe-se a utilização da microscopia confocal que permite uma visualização tridimensional rápida e com alta resolução, do escoamento na escala de poro. Isso atende as necessidades deste trabalho.

Além de estudar a dinâmica do escoamento multifásico na escala de poro de forma tridimensional, este trabalho também tem como objetivo visualizar o escoamento das suspensões de microcápsulas na escala de poro, avaliando sua utilização como agentes de controle de mobilidade do fluido de injeção, ou seja, apresentar os benefícios da utilização dessas suspensões como método de recuperação avançada de óleo. Pretende-se mostrar também que em tais suspensões, o controle de algumas das características mecânicas, como diâmetro e flexibilidade é exequível, mitigando problemas como mobilidade e degradação, que podem ser encontrados em outros métodos, como nas soluções de surfactante e nas soluções poliméricas.

Para que esses objetivos sejam alcançados, os fenômenos físicos que regem o escoamento na escala de poro precisam estar elucidados de uma forma muito clara e objetiva. Portanto, o capítulo subsequente traz de forma sucinta a descrição de cada um desses fenômenos, bem como sua influência neste escoamento.

1.3 Escopo do Trabalho

Esta dissertação está organizada do seguinte modo: os fundamentos teóricos relativos ao escoamento multifásico em meios porosos, são apresentados no Capítulo 2. O Capítulo 3 descreve a metodologia experimental utilizada, bem como os princípios da microscopia confocal, utilizada como método de visualização e análise. No Capítulo 4 expõe-se os principais resultados e discussões desta dissertação. Por último, o Capítulo 5 apresenta uma breve conclusão e propõe sugestões para trabalhos futuros, e finalizando o Capítulo 6 com as referências bibliográficas.

2 Fundamentos Teóricos

2.1 Escoamento na Escala de Poro

O escoamento de um fluido através de um meio poroso, tanto na escala macroscópica, quanto na escala microscópica, depende de algumas características desse meio, tais como a porosidade, a molhabilidade e a permeabilidade.

A porosidade é uma das principais propriedades das rochas, visto que ela mede a capacidade dessa rocha de armazenar fluidos (Rosa et al., 2006). Essa propriedade é geralmente considerada como a fração do volume que não é ocupado por matéria sólida, ou seja, uma relação entre o volume de vazios de uma determinada rocha e o volume total da mesma, representada pela equação:

$$\phi = \frac{V_v}{V_t}, \quad (2)$$

onde V_v é o volume de vazios e V_t é o volume total. Esse volume de vazios são os poros da rocha, por onde os fluidos podem escoar, portanto, ele é denominado como volume poroso da rocha.

O fato de uma rocha possuir poros não significa que todos eles estejam interconectados. Devido a este fato, a porosidade é dividida em subcategorias: porosidade absoluta e porosidade efetiva. A porosidade absoluta é a relação entre o volume de vazios de uma rocha e o volume total dessa mesma rocha. A porosidade efetiva é a relação entre os espaços interconectados de uma rocha e o volume total da mesma, ou seja, quando se analisa um escoamento em um meio poroso, essa é a porosidade que se deseja quantificar. Uma rocha pode possuir uma alta porosidade, mas uma baixa porosidade efetiva (Friedman, 1976).

Diversos são os métodos utilizados na determinação da porosidade de rochas reservatórios, tais como amostragem e perfilagem de poço de petróleo. O método mais comum é a amostragem, que usa pequenas amostras da rocha reservatório. Desta forma o valor da porosidade de grandes porções da rocha é obtido estatisticamente a partir dos resultados de análises de diversas amostras. Para a medição da porosidade em laboratório é necessária a determinação de

somente dois dos três parâmetros básicos, que são eles: o volume total, o volume poroso e o volume de sólidos.

Outra característica importante de um meio poroso é a molhabilidade, que descreve o espalhamento preferencial de um fluido sobre a superfície de um sólido em um sistema de dois fluidos. Ela é dependente da tensão interfacial entre os fluidos e da superfície sólida. Enquanto um fluido molhante tende a revestir a superfície dos grãos e ocupar espaços mais estreitos no meio poroso, como as gargantas dos poros, o fluido não-molhante tende a ser constringido preferencialmente nas aberturas mais largas. Na literatura, alguns trabalhos têm descrito a molhabilidade, em relação as suas medidas e seus efeitos em fenômenos como a pressão capilar, a permeabilidade relativa, a recuperação de óleo e a saturação residual de óleo, tais como os trabalhos de Anderson (1986, 1986a, 1986b, 1987, 1987a, 1987b), Morrow (1990) e Al-Futaisi & Patzek (2003).

A molhabilidade pode ser determinada por meio da medição do ângulo de contato da interface fluido-sólido, como apresenta a Figura 1. Para dois fluidos, tais como óleo e água, em contato com um sólido, a equação de Young descreve o ângulo de contato da interface como:

$$\cos\phi = \frac{\sigma_{os} - \sigma_{ws}}{\sigma_{ow}}, \quad (3)$$

onde σ_{os} é a tensão interfacial entre o óleo e o sólido, σ_{ws} é a tensão interfacial entre a água e o sólido, σ_{ow} é a tensão interfacial entre o óleo e a água e ϕ é o ângulo de contato medido na água. O ângulo de contato indica se a superfície será molhada preferencialmente pelo óleo ou pela água, podendo variar de 0 a 180°. Se $\phi \leq 70^\circ$, o sistema é molhável a água, se $\phi \geq 110^\circ$, o sistema é molhável a óleo e se $\phi = 70^\circ$ a 110° , a molhabilidade é considerada mista (Anderson, 1986a). Métodos para medir o ângulo de contato são descritos por Honarpour et al. (1986) e Anderson (1986b) em seus trabalhos.

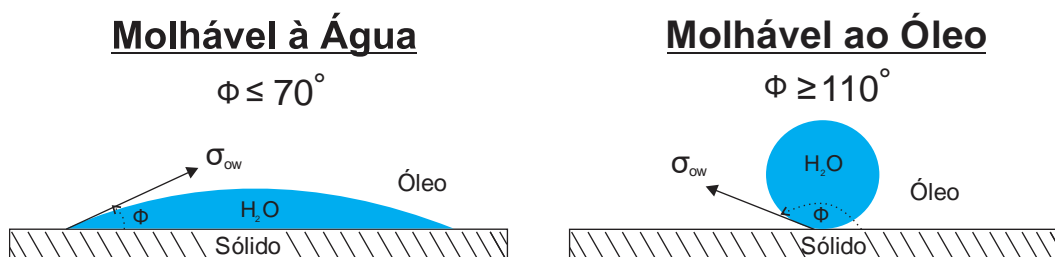


Figura 1 - Ilustração esquemática do processo de medição da molhabilidade

A relação de molhabilidade em sistemas água-óleo é afetada por diversos fatores, tais como a mineralogia do meio, a composição química do óleo e da água, a presença de surfactantes ou matéria orgânica e o histórico de saturação do meio. Com exceção da matéria orgânica, do grafite, do enxofre e de muitos sulfetos, a maioria dos meios porosos naturais são molháveis à água, quando não contaminados por óleo (Anderson, 1986a). Embora a água seja frequentemente o fluido molhante em sistemas água-óleo e tenha sido considerada um agente molhante perfeito em certos reservatórios de petróleo (Schowalter, 1979; Corey, 1986), outros pesquisadores têm documentado que parte desses reservatórios, particularmente os de calcário e dolomita, podem ser parcialmente ou preferencialmente molhados por óleo (Treiber & Owens, 1972; Salathiel, 1973).

O conceito de permeabilidade absoluta de uma rocha foi introduzido a partir das experiências realizadas por Darcy em meados de 1856 (Freeze, 1994; Brown, 2002), ao estudar problemas relacionados ao tratamento de água através de filtros de areia. Nessas experiências somente um fluido saturava o meio poroso. Porém, quando dois ou mais fluidos estão presentes no meio, segundo Mercer & Cohen (1990), tais fluidos competem por espaço, então, se faz necessária a introdução dos conceitos de permeabilidade efetiva e relativa. Porém, para melhor compreensão de tais princípios, o conceito de saturação deve ser esclarecido previamente.

A saturação de um fluido em um meio poroso é definida como sendo a fração volumétrica ocupada por esse fluido no volume poroso (Mercer & Cohen, 1990), a qual pode ser representada pela equação:

$$S_f = \frac{V_f}{V_p}, \quad (4)$$

onde S_f é a saturação do fluido, V_f o volume do fluido e V_p o volume poroso. De acordo com Rosa et al. (2006), o processo de saturação de uma fase em um meio poroso pode ser dividido em dois grupos, um deles é chamado de embebição, quando ocorre um aumento da saturação do fluido que molha preferencialmente a rocha reservatório, e o outro é chamado de drenagem, quando acontece uma redução na saturação do fluido que molha preferencialmente a rocha reservatório.

Para um mesmo diferencial de pressão, a vazão de uma fase em um meio poroso saturado com dois ou mais fluidos é sempre menor que a vazão de uma fase quando somente ela satura o meio. A permeabilidade efetiva do meio poroso ao fluido considerado se refere a capacidade de transmissão desse fluido em um

meio com duas ou mais fases. A razão entre a permeabilidade efetiva e a permeabilidade absoluta do meio é denominada permeabilidade relativa ao fluido.

A permeabilidade relativa pode ser representada graficamente como função da saturação das fases, como ilustrado na Figura 2. As curvas k_{rw} e k_{ro} representam as permeabilidades relativas dos dois fluidos que escoam no meio poroso, neste caso da água e do óleo, respectivamente. O intervalo de saturação de interesse para estudos relacionados a reservatórios de hidrocarbonetos situa-se entre S_{wi} , que é a saturação irreduzível de água, abaixo da qual a fase água é imobilizada, e $(1 - S_{or})$, que é a saturação de água acima da qual a fase óleo torna-se imóvel. S_{or} é conhecido como saturação residual de óleo.

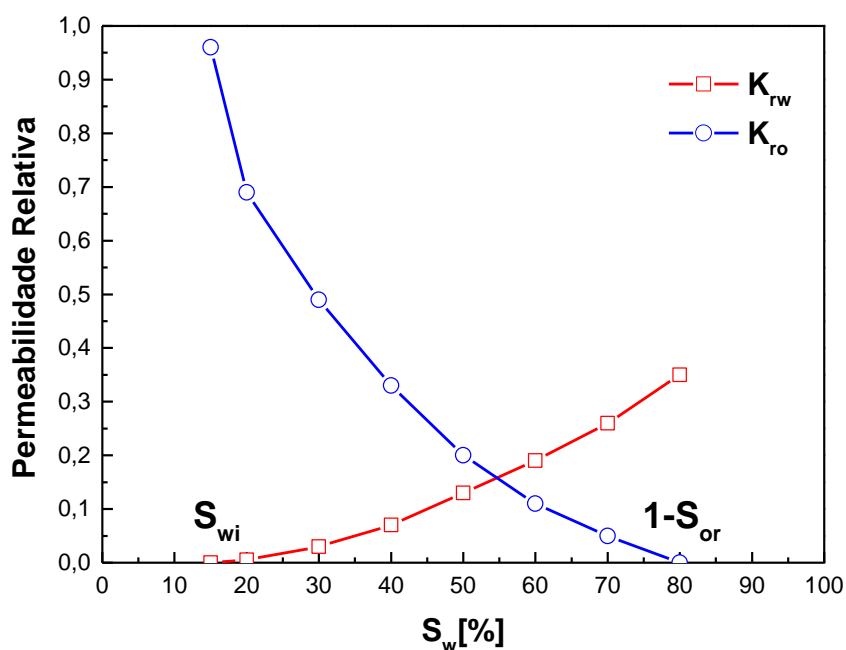


Figura 2 - Curva de permeabilidade relativa

O escoamento de um fluido simples através de um meio poroso, quando suficientemente lento, é tipicamente modelado pela lei de Darcy, representada pela equação:

$$\underline{v} = -\frac{k}{\mu} \nabla p, \quad (5)$$

onde \underline{v} é a velocidade do escoamento, k é a permeabilidade absoluta do meio poroso, μ é a viscosidade dinâmica do fluido, ∇p é o gradiente de pressão.

A lei de Darcy também pode ser aplicada quando se analisa o fluxo de duas ou mais fases. Sendo válida as equações abaixo, para um sistema linear e horizontal, com o regime de fluxo permanente e incompressível.

$$q_w = \frac{k_w A \Delta P}{\mu_w L} ; q_o = \frac{k_o A \Delta P}{\mu_o L} ; q_g = \frac{k_g A \Delta P}{\mu_g L}. \quad (6)$$

O escoamento na escala de poro pode levar a formação, aprisionamento ou mobilização de gânglios de um fluido dentro de um meio poroso. Esse fenômeno é particularmente relevante para recuperação de óleo, onde aproximadamente até 90% do óleo contido em um reservatório pode permanecer aprisionado após a recuperação primária (Datta, 2013). Nos últimos anos, um crescente interesse nos fatores que determinam a magnitude do óleo residual e sua distribuição microscópica têm despertado o interesse da indústria petrolífera, dos engenheiros e pesquisadores da área, e apesar de sua enorme relevância, ainda falta uma compreensão mais clara e bem definida destes fenômenos. Portanto, o entendimento da física do escoamento em um meio poroso, em escalas que vão de um simples poro individual até o meio poroso completo, é essencial.

2.2 Fenômenos Capilares

Um dos principais fatores que definem o aprisionamento ou a mobilização dos gânglios de óleo é conhecido como capilaridade, fenômeno que ocorre nas interfaces entre fluidos imiscíveis. Essas interfaces são deformáveis, livres para mudar o seu formato de modo a minimizar sua energia de superfície, ou seja, a superfície de um líquido pode ser pensada como uma membrana esticada caracterizada pela tensão superficial ou interfacial que se opõe a sua distorção.

Esse fenômeno pode ocorrer no interior dos poros que constituem os reservatórios de hidrocarbonetos, e deve-se ao fato de que essas jazidas, em geral, contêm dois ou mais fluidos imiscíveis. A imiscibilidade pode ser definida quando dois fluidos não se misturam e ficam em contato um com o outro apenas por uma superfície.

Quando a superfície de contato ocorre entre dois líquidos o fenômeno é denominado interfacial, quando tal superfície de contato se dá entre um líquido e

um gás, o fenômeno é chamado de superficial. Os fenômenos interfaciais e superficiais são semelhantes, variando somente o tipo de fluido envolvido, sendo iguais as energias de superfície livre na interface formada entre dois fluidos imiscíveis (Villaume, 1985).

Caso a interface seja curva, uma componente gerada pela tensão superficial ou interfacial surgirá perpendicular à interface, e ela é mensurada em unidade de energia por unidade de área. O balanço de força leva a uma descontinuidade de pressão, chamada de pressão capilar.

A pressão capilar é a propriedade que faz com que o meio poroso atraia o fluido molhante e repulse o fluido não-molhante (Bear & Braester, 1972). Definida como a diferença de pressão existente na interface de dois fluidos imiscíveis, onde a pressão do lado côncavo é maior que a pressão do lado convexo da interface. A pressão capilar é inversamente proporcional ao raio de curvatura ou diretamente proporcional à curvatura da superfície.

$$P_c = P_{\text{côncavo}} - P_{\text{convexo}}. \quad (7)$$

Segundo Bear & Braester (1972), a pressão capilar está relacionada com: a tensão interfacial, o ângulo de contato e o tamanho de poro do meio. Para um sistema óleo-água, a pressão capilar, P_c , pode ser definida pela equação:

$$P_c = \frac{2\sigma \cos \theta}{r}, \quad (8)$$

onde σ é a tensão interfacial entre os dois líquidos, θ é o ângulo de contato formado pela fase óleo e a superfície do sólido, e r é o raio do poro preenchido, que o óleo deve entrar para se mover. A pressão capilar aumenta quando r e θ diminuem ou quando σ aumenta.

A pressão capilar que deve ser superada para que um fluido não-molhante entre em um meio saturado com água é conhecida como pressão de entrada limite ou pressão de entrada de deslocamento, ou seja, antes que um fluido não-molhante possa penetrar nesse meio poroso saturado de água, a pressão desse fluido deve exceder a resistência das forças capilares, como foi demonstrado nos experimentos de Pankow (1988). Em geral, elevadas tensões superficiais resultam em altas pressões capilares, podendo ocasionar o aparecimento de grandes saturações residuais do fluido contido no meio poroso.

2.3 Número de Capilaridade

O número de capilaridade é uma grandeza adimensional definida pela relação entre as forças viscosas e as forças capilares. Johannesen & Graue (2007) demonstraram que o número de capilaridade é um elemento crucial na determinação da saturação de óleo residual, já que o óleo residual pode ser recuperado caso a fase deslocante faça com que as forças viscosas atuem sobre as gotas de óleo residual, excedendo as forças capilares de retenção.

O número capilaridade possui diferentes definições matemáticas, porém a mais aplicada é definida como sendo:

$$C_a = \frac{v\mu}{\sigma}, \quad (9)$$

onde σ é a tensão interfacial entre as fases óleo e água, v é a velocidade superficial da injeção e μ é a viscosidade dinâmica da fase deslocante. A literatura indica que é necessário um valor de 10^{-3} no número de capilaridade para mobilizar uma única gota de óleo presa em um poro, já valores maiores de 10^{-2} são necessários para mobilização completa dos gânglios (Chatzis & Morrow, 1984).

2.4 Dinâmica dos Gânglios

O interesse no comportamento dinâmico de uma população de gânglios submetidos a um deslocamento imiscível têm crescido recentemente devido ao fato de que esse problema é central para o entendimento da formação de bancos de óleo durante a recuperação avançada através da utilização dos métodos químicos.

Um gânglio é definido como um volume de uma fase não molhante que ocupa pelo menos um, e usualmente vários espaços vazios adjacentes, em um meio permeável. Na média, ao fim de uma recuperação secundária, dois terços do óleo permanecem aprisionados na rocha reservatório. Segundo Payatakes (1982), esse óleo residual existe na forma de gânglios de óleo e ocupa de 25 a

50% do espaço poroso, enquanto que o resto do espaço é ocupado pela fase aquosa.

Os gânglios são produzidos através da formação de pequenos volumes da fase oleosa durante seu deslocamento, devido a injeção de água. Uma das maneiras em que a formação desses gânglios se sucede é quando uma interdigitação viscosa da massa oleosa forma uma espécie de pescoço bem estreito, ou seja, um alongamento desse volume. Para uma diferença de pressão suficientemente grande, a interface no alongamento desse volume se torna instável e ele se rompe, sendo esse fenômeno denominado como *snap-off*. Na literatura, diversos trabalhos abordam de forma detalhada o *snap-off* de gotas de óleo em meios molháveis a água (Roof, 1970; Morrow, 1979; Mohanty et al., 1987). Os gânglios formados através da formação de pequenos volumes da fase oleosa durante seu deslocamento usualmente não se deslocam por longas distâncias. A distância esperada que um dado gânglio migre antes de ficar aprisionado é uma função de seu tamanho, da geometria do meio poroso, do ângulo de contato, da saturação de água e do número capilaridade.

A mobilização dos gânglios de óleo é apresentada de uma maneira detalhada por Payatakes (1982). Em seu trabalho foi retratado a resposta de um gânglio de óleo, exposto a um gradiente de pressão externo, mostrando que quando um gânglio se move, ele tende a ficar alongado e alinhado com a direção do gradiente de pressão aplicado. Tal estudo dividiu a análise em duas partes; uma parte apresenta a movimentação quase estática do gânglio, processo que acontece de forma lenta o suficiente para que o sistema permaneça em equilíbrio, e a outra está relacionada com a movimentação dinâmica.

Na primeira parte do trabalho de Payatakes, onde a movimentação quase estática é analisada, os resultados indicam que se o gradiente de pressão é nulo, tanto a fase aquosa, quanto o gânglio, permanecerão imóveis, e as curvaturas de todas as interfaces do gânglio terão o mesmo valor. Agora assumindo que o gradiente de pressão aumente para um valor diferente de zero que não seja suficientemente grande para realizar a sua movimentação, uma vez que a pressão no gânglio é virtualmente uniforme e a pressão na água diminui ao longo do gânglio. Isso faz com que a diferença de pressão nas interfaces localizadas na frente de avanço do gânglio, agora sejam maiores que a diferença de pressão nas interfaces localizadas na cauda desse volume de óleo. O gânglio responde a tal situação, fazendo com que as interfaces situadas na parte da frente avancem um pouco nas gargantas dos poros, fazendo com que suas curvaturas aumentem. Ao

mesmo tempo, as interfaces situadas na parte de trás se retraem um pouco para dentro das gargantas dos poros fazendo com que suas curvaturas diminuam.

O desequilíbrio da pressão capilar, que é resultante do aumento do gradiente de pressão, tende a mover o gânglio no sentido contrário, enquanto que o gradiente de pressão externo tende a mover o gânglio no sentido do escoamento. As duas forças se cancelam e um novo equilíbrio é estabelecido. Neste cenário fica evidenciada a relação entre as forças viscosas sobre as forças capilares, a qual é expressa pelo número de capilaridade, o que corrobora a sua importância para a análise dessa movimentação.

Assumindo então que o gradiente de pressão aumente para um determinado valor crítico, nesse ponto o gânglio não consegue mais resistir ao gradiente de pressão da fase água e se move. Essa movimentação é relativamente rápida, o óleo invade uma das cavidades localizadas na direção do escoamento, enquanto que a fase aquosa invade uma das cavidades que era ocupada por óleo. Toda a variação deste processo está representada na Figura 3, onde na Figura 3A está representado o gânglio em um meio poroso sem a aplicação de um gradiente de pressão, ou seja, em equilíbrio; na Figura 3B, tem-se um gânglio no meio poroso sob a presença de um gradiente de pressão, gerado por um escoamento que vem da esquerda para a direita, gradiente esse menor que o valor crítico necessário para mobilização desse gânglio, e por último; na Figura 3C, a representação do gânglio em um meio poroso sob a presença de um gradiente de pressão que ultrapassa o limite necessário para a sua movimentação. As linhas pontilhadas representam a posição do gânglio no cenário anterior ao analisado, ou seja, antes de iniciar a movimentação, de modo a facilitar a comparação entre os processos de mobilização desse volume de óleo.

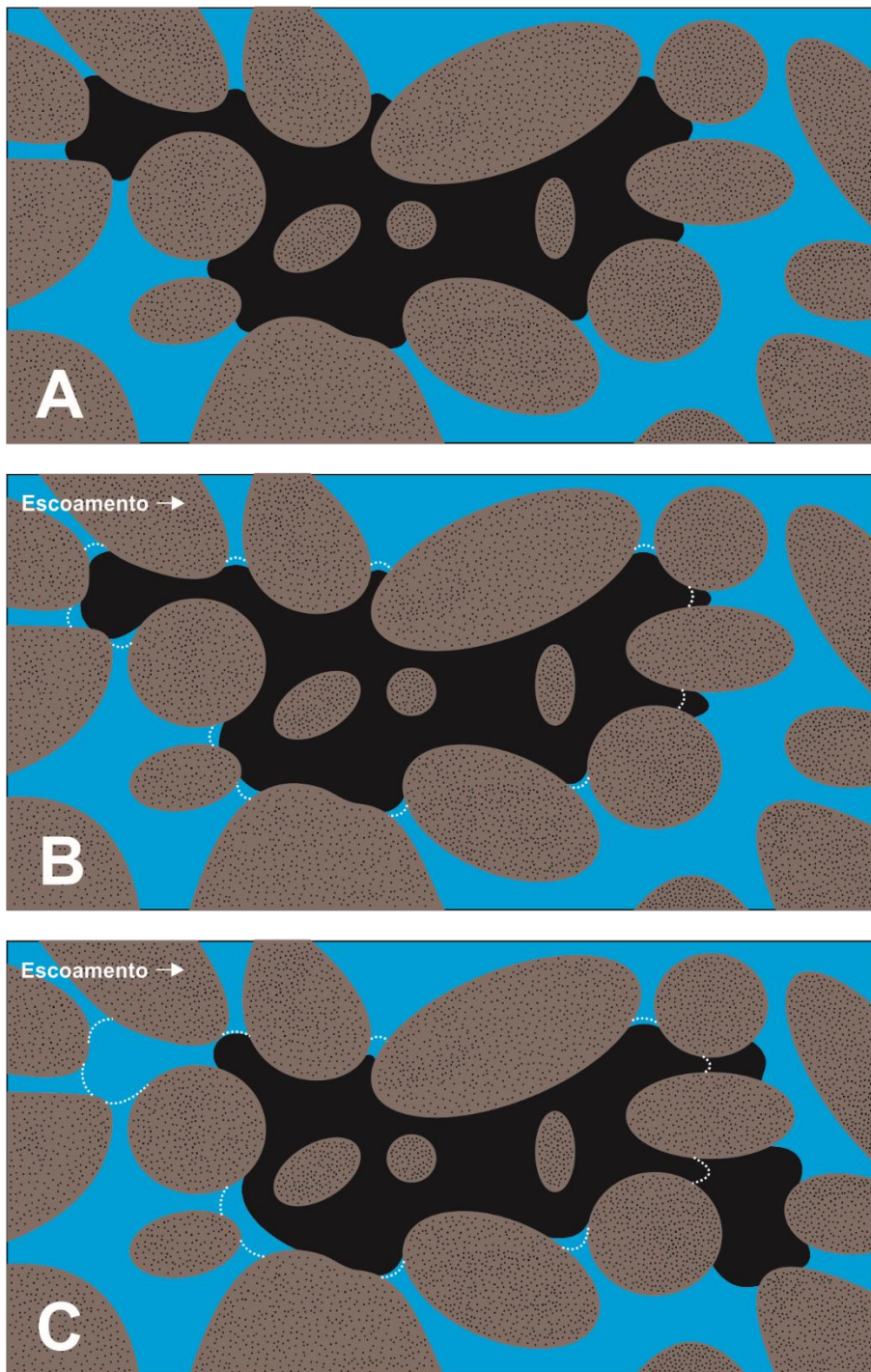


Figura 3 - Mobilização de um gânglio de óleo (Adaptado de Payatakes, 1982)

Durante o processo de mobilização dos gânglios, esses volumes de óleo podem se romper ou se juntar a outros gânglios, eventos conhecidos como fissão ou coalescência. A fissão tende a criar vários gânglios, pequenos e paralisados, enquanto que a coalescência tende a criar poucos gânglios maiores. Esses processos competem entre si, e o resultado dessa competição determina se um banco de óleo irá se formar ou não.

Uma importante observação da simulação “Monte Carlo” de Burganos et al. (1995) é que a fissura de um gânglio normalmente é assimétrica, produzindo um gânglio pequeno e outro grande. Os gânglios maiores sofrem fissão mais frequentemente que os menores. Gânglios grandes, sob movimentação quase estática normalmente perdem através da fissura apenas pequenas partes de seu corpo.

A segunda parte do estudo de Payatakes (1982), que analisa a movimentação dinâmica, diz que quando um gânglio se move devido a injeção de um fluido, que está relacionada a um número de capilaridade que excede substancialmente o valor crítico para a mobilização, o comportamento desse gânglio é um pouco diferente do analisado na condição quase estática. A diferença principal é que esse volume de óleo pode avançar em duas ou mais interfaces simultaneamente. Essa diferença tem algumas consequências significantes; primeiro, a tendência de alongamento e alinhamento com a direção do gradiente de pressão diminui, embora eles ainda estejam presentes, segundo, quando a parte inferior do gânglio encontra um conjunto de gargantas estreitas através das quais eles não possam prosseguir rapidamente, o gânglio pode criar um novo ramo em algum local apropriado no seu corpo, que ofereça menos resistência, contornando essa barreira. Tal manobra, contudo, geralmente resulta em uma conformação de estrutura semelhante à letra U no corpo do gânglio, o que leva a fissura na base desse U, criando gânglios menores de tamanhos similares, como pode ser visualizado na Figura 4, que ilustra em etapas a movimentação dinâmica de um gânglio em um meio poroso 2D preenchido por esferas.

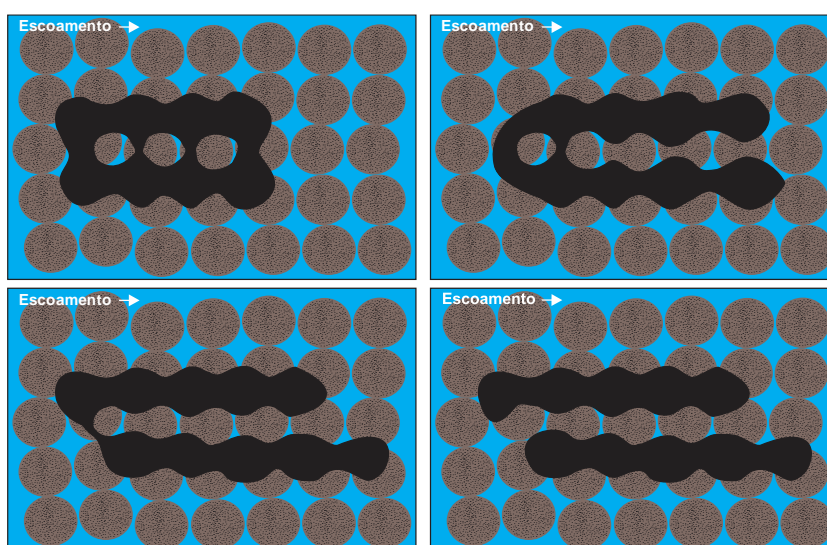


Figura 4 - Fissura de um gânglio de óleo em U (Adaptado de Payatakes, 1982)

A diferença de pressão gerada pelo escoamento ao longo do meio poroso, pode ser expressada pela equação:

$$\Delta P_w = \frac{dp_w}{dx} L, \quad (10)$$

onde ΔP_w é a diferença de pressão no fluido deslocante ao longo do comprimento do gânglio. Se $\Delta P_w > P_c$, pressão capilar da Equação 8, o gânglio se move. Porém, o aumento da diferença de pressão através do aumento da vazão de injeção do fluido deslocante, que tem como objetivo fazer o gânglio superar a pressão capilar e continuar se movimentando, possui um limite e muitas das vezes uma pequena janela de trabalho. Consequentemente, a partir de tal limite a mobilização dos gânglios fica comprometida.

Neste cenário, entram os métodos de recuperação terciária, que por meio do uso de substâncias químicas como surfactantes, soluções poliméricas e dispersões, possibilita que os gânglios sejam mobilizados novamente. Cada um desses agentes químicos conta com uma atuação peculiar, como por exemplo, na diminuição da tensão interfacial com as soluções de surfactantes, e no aumento do gradiente de pressão no interior do meio poroso, causando uma divergência do fluxo do fluido deslocante, através do uso de soluções poliméricas e das dispersões. Tais métodos de recuperação serão descritos de forma resumida, nos tópicos subsequentes.

2.5 Solução de Surfactantes

O uso de soluções de surfactantes nas operações de recuperação avançada de óleo tem sido extensivamente pesquisado (Davis et al., 1968; Davis & Jones, 1968; Gogarty, 1976). Além de ser um importante material para a indústria petrolífera, os surfactantes desempenham um papel essencial em diversas outras aplicações tecnológicas e industriais, tais como detergentes, flotação mineral, inibição de corrosão, dispersão de sólidos, dentre outras.

O aprisionamento dos gânglios de óleo pode ser descrito como uma competição entre as forças viscosas que mobilizam o óleo e as forças capilares que aprisionam o óleo. A injeção de surfactante é um processo desenvolvido para recuperar o óleo residual ao diminuir as forças capilares e facilitar a sua

mobilização. As forças capilares são consequência da tensão interfacial, IFT, entre as fases água e óleo, que resistem às forças viscosas aplicadas externamente e que fazem com que a fase aquosa injetada, passe pelo óleo sem carregá-lo (Felix et al., 2015).

Os surfactantes são caracterizados por serem moléculas anfifílicas. A extremidade hidrofílica dessa molécula é atraída pela água, enquanto que a parte hidrofóbica é atraída pelo óleo, ou seja, são substâncias caracterizadas pela presença em suas estruturas moleculares de duas regiões, uma polar e outra apolar (Silva et al., 2015), que possibilitam a interação entre meios que apresentem polaridades diferentes. Essa natureza atrativa dupla dos surfactantes os capacita a dispersar o óleo e a água.

As principais características do uso de surfactantes estão relacionadas à formação de estruturas organizadas, como ilustra a Figura 5. Em função da presença dos grupos hidrofílicos e hidrofóbicos na mesma molécula, os surfactantes tendem a se distribuir nas interfaces entre fases fluidas com diferentes graus de polaridade. A formação de um filme molecular ordenado nas interfaces reduz a tensão interfacial e superficial, que por sua vez reduz as forças capilares, fazendo com que a mobilização do óleo no meio poroso seja facilitada.

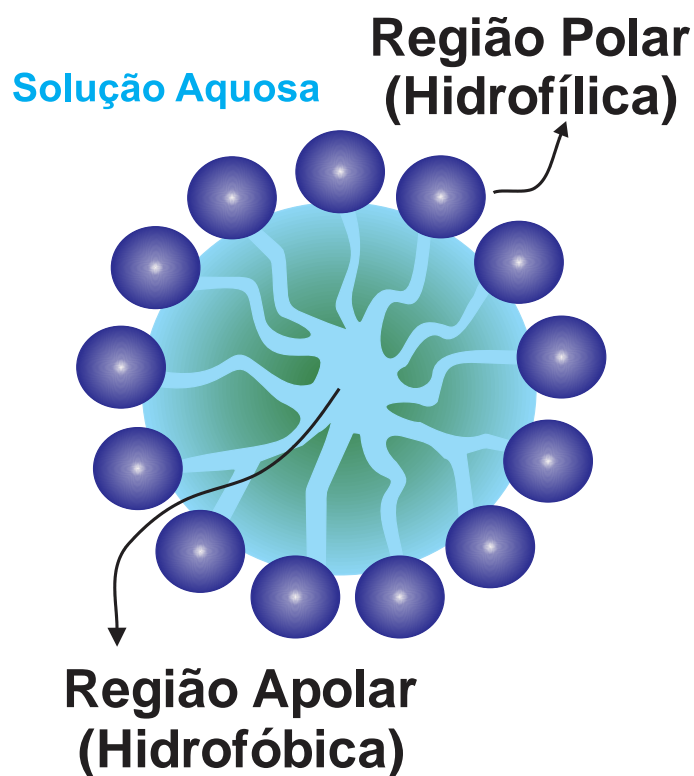


Figura 5 - Atuação do surfactante em uma emulsão

A observação experimental mais comumente empregada para demonstrar a atuação das soluções de surfactantes é a curva de dessaturação capilar que retrata a relação entre a saturação de óleo residual e o número de capilaridade, a Figura 6 apresenta um comportamento típico dessa relação.

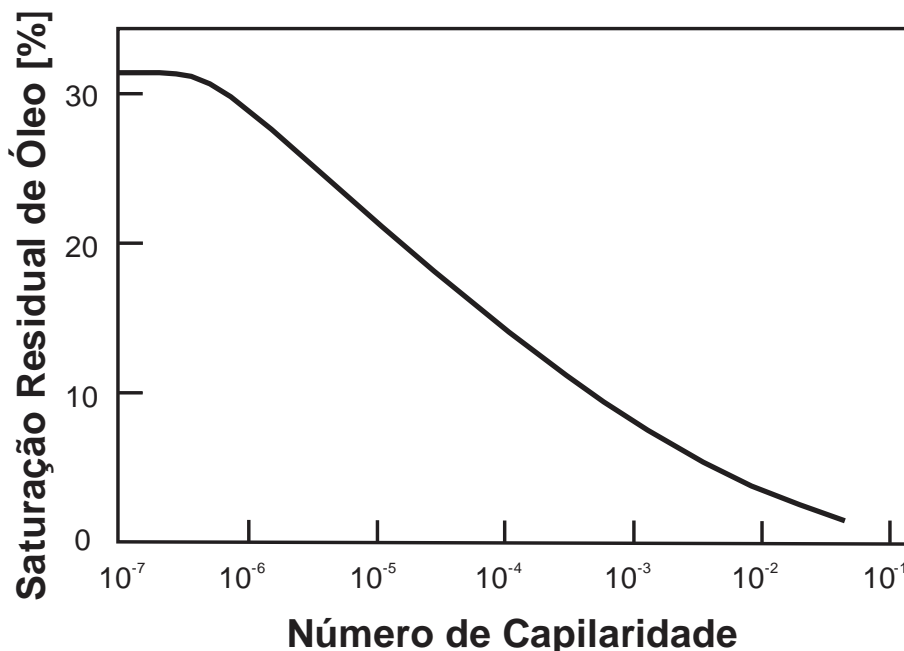


Figura 6 - Modelo de curva de dessaturação capilar

Essa curva é uma das mais fundamentais no processo de análise da recuperação de óleo, pelo fato de revelar condições de escoamento para um bom deslocamento de óleo em um meio poroso. Em número de capilaridade baixos, a saturação residual de óleo é relativamente constante, entretanto, acima do valor crítico no número de capilaridade, a saturação residual começa a diminuir. Uma das maneiras de se ultrapassar esse valor crítico é através da diminuição da tensão interfacial dos fluidos contidos no interior do meio poroso, que acontece com a injeção de surfactantes nesse meio.

Foster (1973) estabeleceu em seu trabalho que para um processo de EOR eficiente, o número de capilaridade deve estar na ordem de 0,01. Esse valor pode ser rapidamente alcançado através da drástica redução no valor da tensão interfacial na interface óleo/água, e essa tensão interfacial pode ser reduzida por meio do uso de surfactantes, como citado anteriormente.

2.6 Solução Polimérica

A injeção de soluções poliméricas nos reservatórios de petróleo faz com que a viscosidade da água aumente, e dependendo do tipo de polímero utilizado, a permeabilidade efetiva da água pode ser reduzida. O trabalho de Needham & Doe (1987) enfatiza que a injeção polimérica não reduz a saturação de óleo residual, mas é uma forma de atingir tal saturação de uma maneira mais rápida ou permitir que a produção seja alcançada de forma mais econômica, em outras palavras ela melhora a eficiência de varredura, mas não aumenta a eficiência de deslocamento. A injeção de soluções poliméricas é a técnica mais comumente aplicada nas operações de recuperação avançada de petróleo até o momento (Sheng et al., 2015).

As dificuldades no deslocamento do óleo no interior do meio poroso são maiores em reservatórios com óleos pesados, ou seja, óleos de baixo $^{\circ}API$, pois as longas cadeias de carbono implicam em viscosidades mais elevadas. Essa dificuldade acontece devido à razão desfavorável de mobilidade entre o óleo pesado e a água do mar, causada pela menor viscosidade da água em comparação com o óleo de tal reservatório. Nesse contexto, a adição de polímeros à água de injeção faz com que a recuperação desse óleo pesado aumente, uma vez que esse polímero aumenta a viscosidade da água.

Segundo Needham & Doe (1987), existem alguns mecanismos potenciais dos quais a injeção de polímeros pode fazer o processo de recuperação de óleo mais eficiente: diminuindo a razão de mobilidade entre as fases óleo e água, ou divergindo a água injetada das zonas já previamente varridas.

Os polímeros podem alterar o fluxo fracionário, por meio do aumento da viscosidade da água, μ_w . Uma vez que eles tenham sido injetados, alguns polímeros também podem reduzir a permeabilidade relativa da água, k_w .

A maioria dos reservatórios contém heterogeneidades significantes, isso leva à entrada preferencial de água nas zonas mais permeáveis e a uma varredura mais rápida dessas zonas. Nessas áreas do reservatório, que entram em contato com a água, a recuperação de óleo pode ser bem eficiente, ou seja, podem apresentar pequena taxa de saturação de óleo residual. O problema é que a maior parte do reservatório permanece intacta.

O polímero injetado nessas zonas pode recuperar uma quantidade muito pequena de óleo. Contudo, o efeito que ele traz, pode ser bastante benéfico, devido a divergência de fluxo que ele provoca no fluido. O polímero aumenta a resistência ao escoamento nas porções do reservatório que ele penetra, através da redução da permeabilidade ou aumento da viscosidade, discutidos anteriormente. Essa resistência faz com que a água subsequentemente injetada seja desviada para áreas não varridas ou mal varridas.

Além disso, quando polímeros são adicionados em outros processos de EOR, como por exemplo na injeção de surfactantes ou alcalinos, ele apresenta um papel importante nas sinergias detalhadas por Sheng (2013). Também tem sido abordado na literatura o fato de que o comportamento viscoelástico do polímero pode melhorar a eficiência de deslocamento da fase oleosa na escala de poros, reduzindo a saturação de óleo residual (Wang et al., 2000, 2001; Lima, 2015).

De acordo com Sheng et al. (2015) os dois tipos de polímeros mais comumente utilizados são os polímeros sintéticos e os biopolímeros. Os polímeros sintéticos típicos são a poliacrilamida parcialmente hidrolisada (HPAM) e seus derivados, que foram apresentadas no estudo de Sandiford (1964), e um biopolímero típico é a goma xantana. O HPAM é utilizado na maioria dos projetos devido ao seu menor custo e sua produção em larga escala. De acordo com Wang et al. (2008) as soluções de HPAM possuem viscoelasticidade significativamente maior que as soluções de goma xantana.

A estabilidade do polímero depende de suas propriedades químicas, mecânicas e biológicas. Sorbie (1991) resume em sua pesquisa a estabilidade polimérica em meados dos anos 70 até o final dos anos 80. Vários fatores causam a degradação química, mas os dois mais importantes são a oxidação e os efeitos dos íons férricos.

A degradação mecânica descreve a quebra da molécula como resultado das altas forças que atuam nas macromoléculas na região de alta taxa de deformação, próxima do poço. Este é um efeito de curto prazo, próximo ao canhoneio do poço e em alguns equipamentos de manipulação dos polímeros, válvulas *choke* e outras estruturas. Essa degradação pode ter um efeito dramático na redução da viscosidade da solução polimérica. Para reduzir o cisalhamento mecânico, bombas de parafuso são utilizadas para transportar as soluções poliméricas, bombas de êmbolo são utilizadas para a injeção da solução

polimérica em altas pressões e poços injetores de polímeros são usualmente completados através de canhoneio do poço. Medidores de vazão eletromagnéticos são utilizados para reduzir o efeito de cisalhamento na realização das medidas.

A degradação biológica, apesar de prevalecer sobre os biopolímeros, também pode ocorrer nos polímeros sintéticos. O HPAM pode fornecer nutrição para bactérias redutoras de sulfato. Um método universal para tratar essa degradação biológica é a utilização de biocidas.

De acordo com Sheng et al. (2015) um problema que não é discutido na literatura é o dano na formação causado pela injeção de polímeros. Pois a adsorção de polímeros na parede do reservatório é praticamente irreversível. Caso exista óleo remanescente no reservatório depois da injeção da solução polimérica, esse óleo será mais difícil de ser recuperado por outros métodos, devido ao fato de a permeabilidade da formação ser alterada pela adsorção de polímero nas paredes dos poros.

2.7 Dispersão

A reologia de partículas rígidas e deformáveis suspensas em um fluido viscoso é um tópico que está em constante desenvolvimento, para esclarecer diversos desafios científicos e industriais. Em vários sistemas biológicos, como o sangue, as aplicações de engenharia e processos industriais, bem como as propriedades de um fluido em que partículas pequenas são suspensas e convectadas pelo movimento do fluido, são de grande importância. Esse tipo de fluido complexo é conhecido na literatura como dispersão.

Em geral, uma dispersão pode ser subdividida em três categorias principais. Primeira, se a fase suspensa é composta por gotículas imersas em outro fluido, a fase contínua, essa dispersão é classificada como emulsão. Segunda, pode se encontrar dispersões classificadas como suspensões que são partículas sólidas suspensas na fase contínua, e finalmente, se a fase dispersa é formada por gás, então a denominação dada para essa dispersão é a de espuma (Larson, 1998 ; Macosko, 1994).

2.7.1 Espuma

A espuma é uma dispersão gás-líquido em que o líquido é a fase contínua e o gás a fase dispersa. Esse fluido é utilizado em diversas aplicações industriais. Na indústria do petróleo, a espuma é frequentemente encontrada em separadores gás-óleo (Thomas et al., 2004). A espuma tem sido utilizada em diversas aplicações da indústria petrolífera, tais como removedora de água do mar dos poços de gás de baixa pressão e como fluido de perfuração e completação em baixa pressão (Anderson et al., 1966).

As diversas propriedades físicas da espuma vêm sendo descritas na literatura por diversos cientistas e engenheiros. Porém, a literatura não é unânime em suas conclusões em relação a esse composto. Segundo David & Marsden (1969) existem boas razões para se acreditar que a maioria das espumas aquosas comportam-se como fluidos pseudo-plásticos, quando estes escoam por tubos. Aparentemente algumas espumas exibem uma força gel com um ponto limite de tensão, onde a partir desse ponto o material começa a se deformar plasticamente, portanto, podendo ser considerados como fluidos plásticos de Bingham, ou seja, materiais viscoplásticos que se comportam como um corpo rígido sob baixas tensões, mas escoam como um fluido viscoso em altas tensões.

A espuma em um meio poroso é uma mistura gás-líquido, com a fase contínua sendo líquida e contendo surfactante, molhando a rocha, enquanto que a fase gasosa é formada de bolhas que entram em contato entre si através de finas películas chamadas de lamelas. O surfactante é adicionado à solução para estabilizar a espuma, reduzindo sua tensão interfacial.

De acordo com Farajzadeh et al. (2012), a aplicação da espuma como método terciário de recuperação de óleo está diretamente ligada a problemas associados aos projetos de injeção de gás, que são ineficientes, pois tais processos possuem uma eficiência de varrido baixa e pouco incrementam a recuperação de óleo residual. Isso ocorre devido diferença de viscosidade entre o gás e o óleo e a segregação gravitacional desses fluidos devido ao enorme contraste na densidade dessas fases, criando assim os chamados *viscous fingering*, fazendo com que esse gás não entre em contato com uma parcela significativa do óleo contido nos poros de tal reservatório.

Quando as películas de espuma são criadas no meio poroso o escoamento do gás de injeção fica dificultado. Portanto, ele pode alcançar os poros que ainda

estavam intocáveis, como dito anteriormente. Segundo Andrianov et al. (2012) o mecanismo de deslocamento do óleo que o efeito da espuma proporciona, difere dos outros métodos devido a presença da fase gasosa. A espuma pode afetar a recuperação de óleo de três maneiras:

- Aumentado a viscosidade do gás, diminuindo sua mobilidade;
- Bloqueando as zonas varridas de alta permeabilidade e divergindo o fluxo do fluido para zonas ainda não varridas;
- Reduzindo as forças capilares através da redução da tensão interfacial devido à presença de surfactante na solução.

Nesse cenário, a espuma pode ser injetada no reservatório reduzindo a mobilidade do gás injetado posteriormente, fazendo com que ele possa varrer os poros que não seriam alcançados sem a presença desse novo componente (Sunmonu & Onyekonwu, 2013). É importante ressaltar que apesar de o gás ser de baixa eficiência quando injetado isolado, ele possui um excelente desempenho na varredura microscópica, se confrontado com a varredura de outros componentes, como a água.

Uma comparação entre o varrido do gás injetado sem espuma, formando os *viscous fingering*, e o varrido do gás injetado com espuma, com a frente de avanço ligeiramente uniforme, pode ser visualizada na Figura 7.

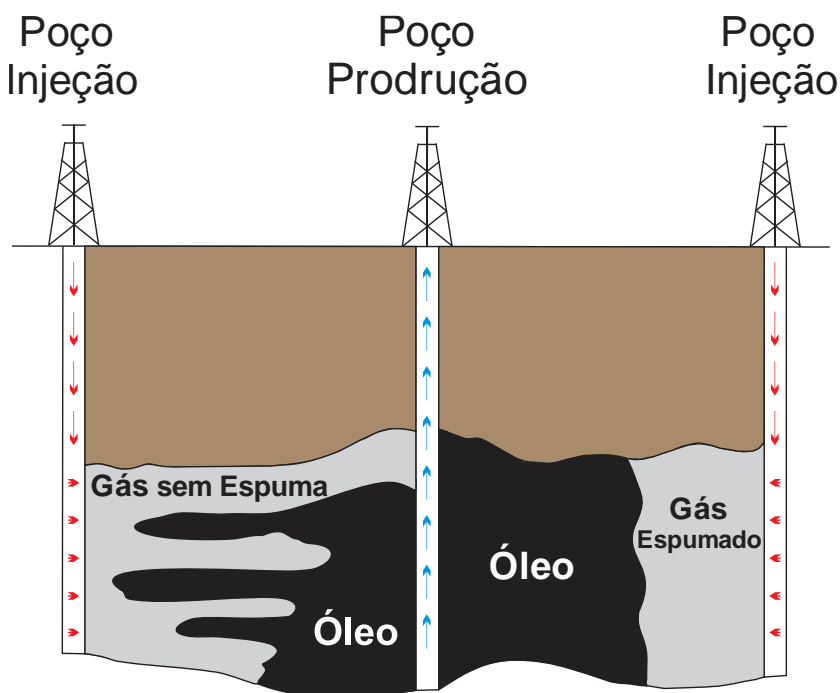


Figura 7 - Comparação do varrido na injeção de gás com e sem espuma

2.7.2 Emulsão

Uma emulsão é uma dispersão em que um líquido é disperso em uma fase líquida contínua e imiscível com ele. A estabilização das gotas do líquido disperso é feita através dos surfactantes. Essa estabilização pela ação do surfactante foi abordada no subcapítulo 2.5, que de forma resumida, consiste na organização dessas moléculas do surfactante em torno da interface óleo-água da emulsão (Soffian & Niven, 1993).

A estabilização de uma emulsão serve para retardar ou evitar a ocorrência dos fenômenos da agregação e coalescência. A agregação é a fusão de gotas pequenas formando um aglomerado cuja área superficial é praticamente a mesma. Coalescência é a fusão de gotas pequenas, provocada por choque mecânicos, para formar gotas maiores com a diminuição da área superficial do sistema. Tal estabilidade pode ser aumentada através de alguns fatores, como baixos valores de tensão interfacial, filme interfacial mecanicamente forte, repulsão eletrostática entre as gotas e pequenos tamanhos de gota da fase dispersa.

De acordo com Kokal (2005), a formação de emulsões durante o processo de produção de óleo é um problema custoso, tanto em termos de produtos químicos utilizados para evitar essas emulsões, quanto em perda da produção. Emulsões são dispersões difíceis de serem tratadas, causando numerosos problemas operacionais. Elas devem ser tratadas para que se remova a água dispersa e os sais inorgânicos associados, de forma a alcançar as especificações exigidas no transporte e armazenamento do óleo, e também para reduzir a corrosão nas instalações de produção. Podem ser classificadas em três amplos grupos:

- Emulsões Água em Óleo (A/O);
- Emulsões Óleo em Água (O/A);
- Emulsões Múltiplas ou Complexas (O/A/O ou A/O/A).

A Figura 8 ilustra os diferentes tipos de emulsões, onde a Figura 8A mostra uma emulsão A/O, a Figura 8B ilustra uma emulsão O/A e por último na Figura 8C tem-se uma emulsão complexa, sendo essa A/O/A.

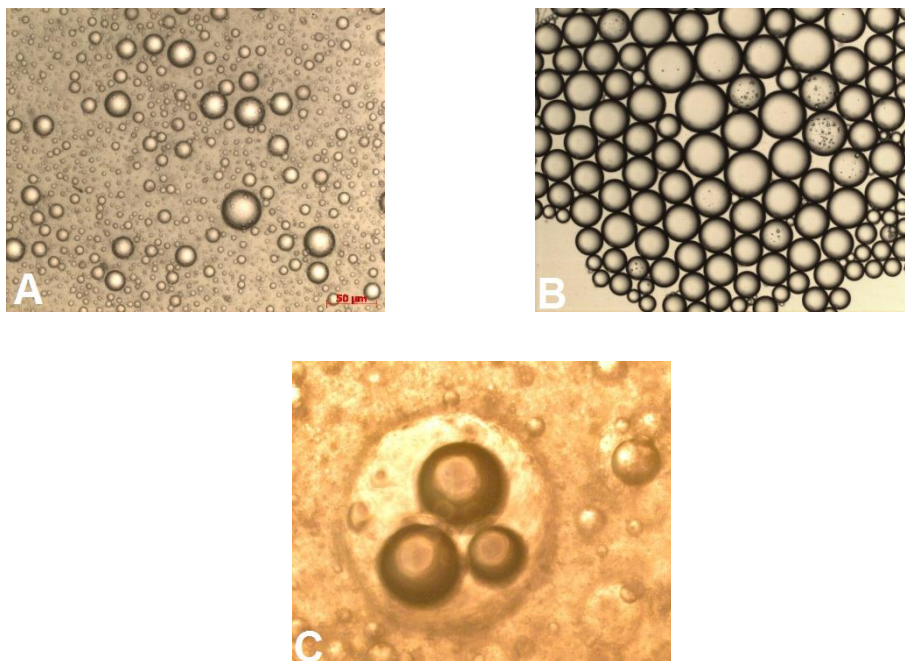


Figura 8 - Diferentes tipos de Emulsões

Durante a injeção de emulsões nas operações de recuperação avançada de óleo, as gotículas da fase dispersa escoam pelos caminhos preferenciais deixados pela varredura da injeção de água, no processo de recuperação secundária. Essas gotas bloqueiam parcialmente alguns dos poros desse caminho preferencial, isso faz com que o gradiente de pressão no interior do meio poroso aumente, divergindo o fluxo para poros ainda intocados pela água de injeção, fazendo com que a força capilar que deixa o óleo residual estagnado, seja superada, consequentemente mobilizando os gânglios.

A Figura 9 demonstra o fenômeno descrito acima, onde está ilustrado na Figura 9A o meio poroso em seu estado inicial de equilíbrio com os gânglios de óleo estagnados. A Figura 9B representa o meio poroso durante a injeção de água como método secundário de recuperação, mobilizando uma parte dos gânglios estagnados no cenário anterior e deixando para trás uma outra parte, que não teve contato com a água de injeção. A Figura 9C demonstra a injeção das emulsões, bloqueando os caminhos preferenciais que a água de injeção percorreu, aumentando o gradiente de pressão no interior do meio poroso, divergindo o fluxo de água para outros caminhos ainda não percorridos, e por último a Figura 9D apresenta os gânglios de óleo residuais sendo mobilizados no sentido do escoamento.

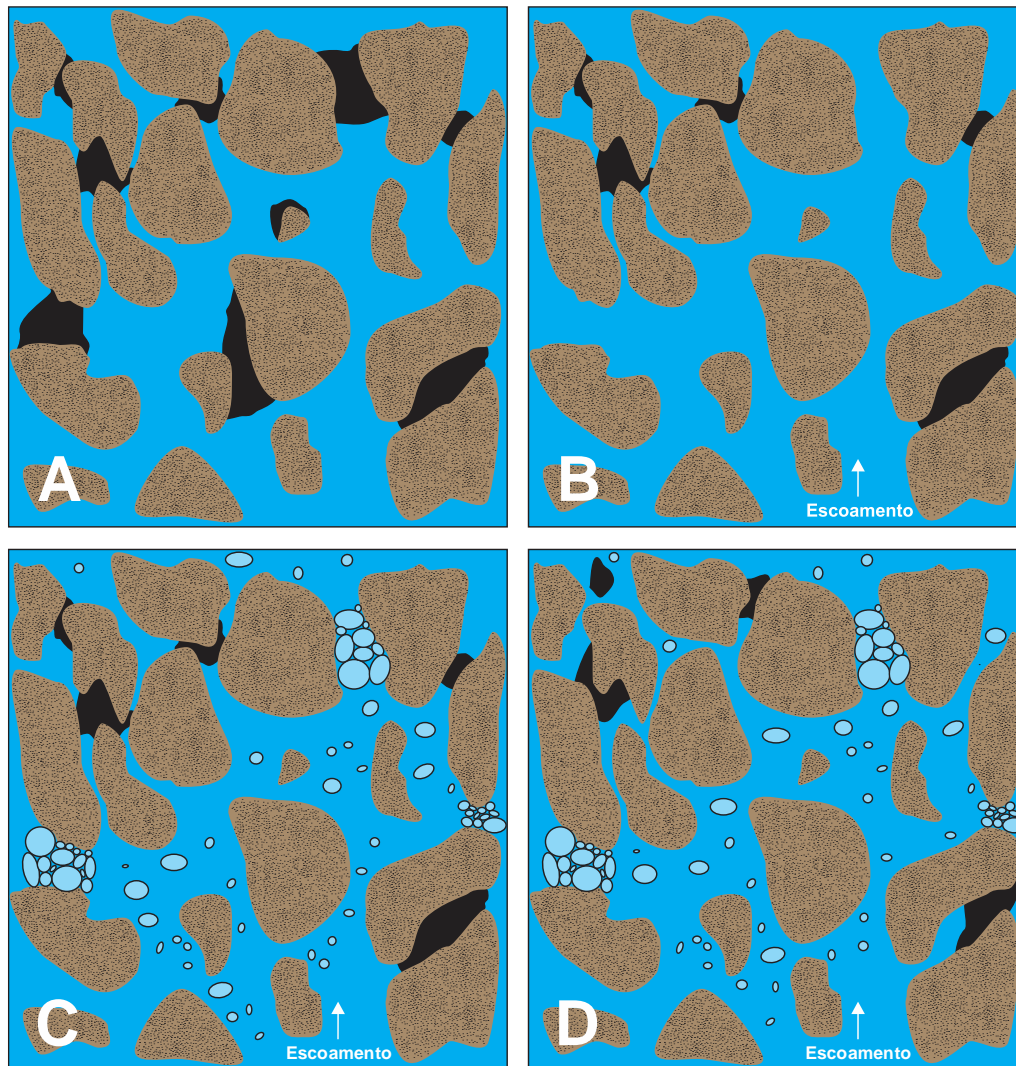


Figura 9 - EOR através da injeção de emulsões

As emulsões quando produzidas, apresentam tamanhos fixos, dificultando sua mobilidade no interior de diferentes meios porosos. Neste contexto as suspensões, que consistem de um sistema heterogêneo bifásico na qual pequenas partículas sólidas são dispersas em um meio líquido, surgem como solução deste problema, pois o fato de poderem ser flexíveis faz com que elas possuam uma melhor mobilidade se comparada com as emulsões, adaptando-se a diferentes condições de reservatório.

Em geral, suspensões são classificadas em função de três aspectos básicos. Primeiro, em relação ao tamanho das partículas dispersas. Segundo, em relação a distribuição do tamanho das partículas no ambiente líquido. E por último, em relação ao volume de sólido, que define a concentração da suspensão (Siqueira, 2016).

3 Metodologia Experimental

A Lei de Darcy é amplamente utilizada na literatura para descrever o escoamento de fluidos em meios porosos. No entanto, os parâmetros macroscópicos da Lei de Darcy, como por exemplo as permeabilidades efetivas, são função direta dos fenômenos que ocorrem na escala de poro. Muitas vezes, estes parâmetros são tratados como parâmetros de ajuste do modelo. Portanto, com o intuito de analisar a dinâmica do comportamento de um escoamento multifásico na escala de poro, apresentar e entender os fenômenos físicos que regem esse escoamento, um micromodelo representativo de um meio poroso será adotado. Essa análise será feita através de uma visualização tridimensional desse micromodelo, com o emprego da microscopia confocal.

Esse capítulo descreve nos tópicos subsequentes a concepção do micromodelo, bem como os testes realizados para estimar a porosidade e a permeabilidade desse meio. A elaboração e a composição das fases, aquosa e oleosa, utilizadas no experimento, a concepção das suspensões de microcápsulas flexíveis, substância essa utilizada neste trabalho como o método de recuperação avançada de óleo. Apresenta também uma breve introdução sobre a microscopia de fluorescência, que é a base para o entendimento da microscopia confocal, que também é descrita, com a finalidade de demonstrar seus recursos e limitações. Por último, o procedimento experimental é apresentado, que inclui todas as etapas do experimento, assim como o processamento digital das imagens obtidas como resultado desses experimentos.

3.1 Micromodelo

3.1.1 Introdução aos Micromodelos

Durante as últimas décadas, os micromodelos têm sido cada vez mais utilizados para estudar e analisar o comportamento de fluidos dentro de microestruturas, em diversas áreas de pesquisa, desde aplicações na área química, passando pela biológica, até a física. Um dos primeiros micromodelos foi desenvolvido e utilizado por Chatenever e Calhoun em 1952, para investigar os

mecanismos em microescala do comportamento de fluidos em um meio poroso. Desde então, os micromodelos têm sido utilizados no estudo de diversos processos e aplicações envolvendo o escoamento bifásico.

Esses dispositivos provaram ser uma ferramenta valiosa, permitindo a observação do fluxo de fluidos e o transporte de solutos dentro do espaço poroso. Eles ajudaram a aumentar a percepção no que diz respeito ao escoamento e aos fenômenos de transporte em ambas as escalas, a escala micro e a escala macro.

Segundo Karadimitriou & Hassanizadeh (2012), a definição de um micromodelo ainda não é bem específica, mas geralmente é descrita como uma representação idealizada, usualmente bidimensional, de um meio poroso, ou seja, uma rede de poros conectados, medida na escala de micrômetros, por onde passa um fluxo de fluidos. Além disso, a observação visual do escoamento desses fluidos em tal micromodelo deve ser possível. Consequentemente, um micromodelo é tipicamente feito de material transparente que permita a visualização, tais como vidro ou quartzo, podendo também ser um polímero. O tamanho total de um micromodelo pertence tipicamente a escala dos centímetros. Uma área de entrada e saída também deve existir, para a injeção e remoção das fases molhante e não-molhante.

Existem diversos métodos para produzir os padrões utilizados em micromodelos, incluindo padrões perfeitamente regulares, parcialmente regulares e irregulares. Esses métodos de fabricação e distintos materiais são utilizados na criação desses micromodelos, cada um com suas vantagens e desvantagens. Os principais métodos de fabricação desses dispositivos incluem: célula de *Hele-Shaw*, esferas de vidro, fotolitografia, litografia estéreo, litografia macia e gravação de revestimento seca, molhada ou à laser.

A distribuição das fases nos micromodelos pode ser visualizada através do uso de microscópios, câmeras digitais ou pela combinação de ambos. Os micromodelos têm sido aplicados no estudo de processos de deslocamento bifásico, medições da área interfacial, medições da saturação das fases, medições de permeabilidade relativa e no estudo da recuperação avançada de óleo.

A recuperação avançada de óleo depende do deslocamento do óleo por outro fluido em direção a um poço de produção, onde o óleo é coletado. As técnicas mais comuns envolvem a injeção de fluidos, tais como polímeros, surfactantes e dispersões. O sucesso desse método depende das propriedades físicas de cada uma das fases, da razão de viscosidade dos fluidos, do número

de capilaridade, da temperatura e da dinâmica do escoamento. Tais fatores têm sido motivo de estudo por diversos engenheiros e pesquisadores, através da utilização de micromodelos (Wardlaw, 1980; Hornbrook et al., 1991; Oren et al., 1992; Corapcioglu et al., 1997; Wang et al., 2006; Armstrong & Wildenschild, 2012; Guillen et al., 2012; Lima, 2015).

A escolha do método de visualização é essencial para o resultado de qualquer experimento. Dadas as dimensões do padrão de um micromodelo, a demanda em relação a resolução e profundidade de cor são restritas. Além disso, no caso de experimentos dinâmicos, onde a distribuição dos fluidos precisa ser gravada em função do tempo, uma alta taxa de aquisição de imagens também se faz necessária.

Como as técnicas ópticas usuais não podem ser utilizadas para visualizar diretamente o escoamento através de um micromodelo, devido ao espalhamento de luz, causado pelos diferentes índices de refração quando múltiplas fases são utilizadas, algumas técnicas especiais de visualização tridimensionais têm sido utilizadas para fazer essa visualização, tais como: ressonância magnética e tomografia micro computadorizada. Contudo, uma visualização veloz com resolução na escala de poro é desafiadora, e não alcançável pelas técnicas citadas acima.

Através da combinação dos índices de refração dos fluidos utilizados no experimento com o índice de refração do material que compõe o meio poroso, a utilização da microscopia confocal para visualização e análise experimental de um micromodelo tridimensional, com uma visualização veloz, tanto estática quanto dinâmica, se torna viável (Krummel et al., 2013; Datta et al., 2014).

3.1.2 Preparação e Propriedades do Micromodelo

A maioria dos micromodelos têm sido considerada como sendo um meio poroso bidimensional. Contudo, exemplos de micromodelos tridimensionais podem ser encontrados na literatura (Montemagno & Gray, 1995; Avraam & Payatakes, 1999). A diferença entre o micromodelo bidimensional e o tridimensional está relacionada com as limitações na visualização. A princípio, os métodos ópticos tradicionais não podem ser utilizados para a visualização ao longo de toda a profundidade do dispositivo.

Montemagno & Gray (1995) introduziram o método de PVI (*Photoluminescent volumetric imaging*) para visualizar seus experimentos. Para construir o meio poroso, eles utilizaram grãos de quartzo de ótima qualidade óptica. Fizeram uso de dois fluidos imiscíveis, com seus respectivos índices de refração coincidindo com o índice de refração do quartzo, por meio de métodos de combinação de índices de refração, os quais foram descritos previamente por Budwig (1994).

Como continuação do trabalho de Montemagno & Gray (1995), Zang (1998) estudou a aplicação do PVI na dinâmica do escoamento multifásico em meios porosos. Em 2003, Stöhr et al. (2003) usaram este método para realizar medições tridimensionais do escoamento de uma única fase e o transporte na escala de poro. Esse método foi a primeira técnica de alta resolução com índices de refração combinados para visualizar o escoamento de dois líquidos imiscíveis ao mesmo tempo.

Seguindo a linha de trabalho descrita na literatura, e também a pesquisa descrita por Krummel et al. (2013), neste trabalho, o quartzo foi o material escolhido para a composição do contorno do micromodelo, visto que dentre os possíveis materiais, esse é o que possui o menor índice de refração e o que suporta a maior temperatura, características essas consideradas essenciais no processo de fabricação do dispositivo utilizado neste trabalho. Para representar o meio poroso foram utilizadas microesferas de vidro, hidrofílicas, empacotadas densamente em um capilar de quartzo na forma retangular, com a área da seção transversal de 9mm^2 e 0,75mm de espessura de parede, como ilustra a Figura 10.



Figura 10 - Micromodelo (Capilar de quartzo com microesferas empacotadas)

O processo de empacotamento das microesferas é realizado por meio de ligeira sinterização em forno industrial, mostrado na Figura 11A. Para a construção

de um meio poroso consolidado, o capilar preenchido com as microesferas é alocado no forno a uma temperatura de 885°C durante cinco minutos. Posteriormente à sinterização, uma análise da eficiência do empacotamento dessas microesferas é realizada, por meio do uso de um microscópio óptico com uma lente objetiva de magnificação de 5x. Foi possível observar que o empacotamento foi considerado bem-sucedido, como ilustra a Figura 11B.

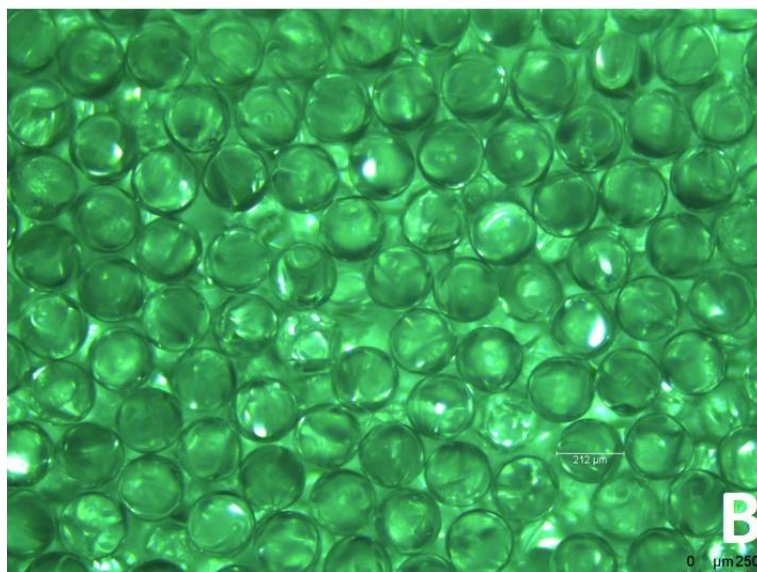


Figura 11 - A: Forno industrial; B: Imagem microscópica do empacotamento

As microesferas possuem um diâmetro médio de 214,61 μm e desvio padrão de 5,089, apresentam um índice de polidispersão de aproximadamente 11%. Um histograma da distribuição de tamanho das microesferas de vidro é apresentado na Figura 12. A linha vermelha apresenta o ajuste de curva utilizando a distribuição Gaussiana, de forma a demonstrar que o diâmetro das microesferas utilizadas possui uma distribuição aproximadamente normal.

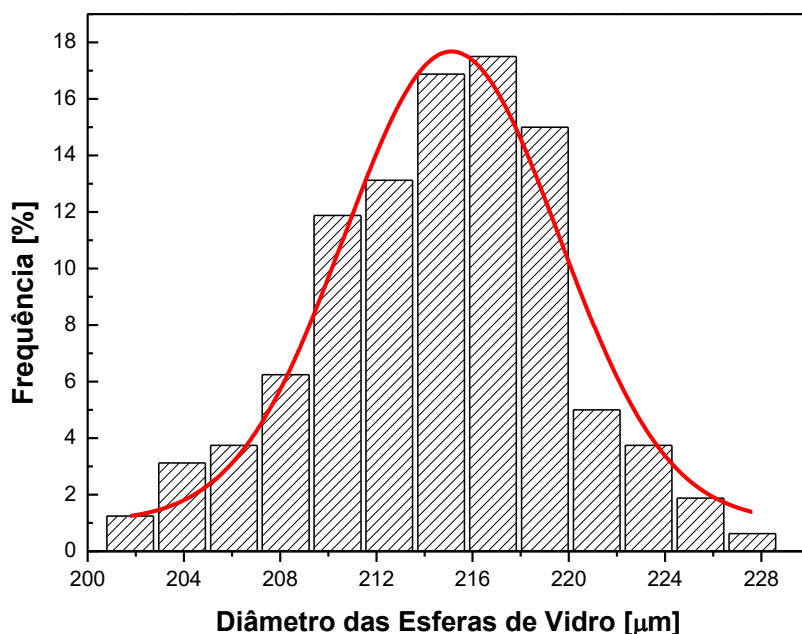


Figura 12 - Histograma da distribuição de tamanho das microesferas de vidro

De acordo com o fabricante das microesferas, o índice de refração possui uma faixa de valor que vai de 1,47 a 1,48. Entretanto, a medida do valor exato com três casas decimais, se faz necessária, visto que os fluidos utilizados no experimento serão preparados usando esse valor como referência.

Um método simples para ajustar o índice de refração ao valor desejado é utilizar um refratômetro. Refratômetros são instrumentos disponíveis comercialmente que operam com o princípio de reflexão total dos raios de luz além do ângulo crítico na interface líquido-vidro. Normalmente são concebidos para medir o índice de refração nas linhas de sódio, que possuem comprimentos de onda na ordem de 589,3nm. Contudo, esses instrumentos geralmente medem o índice de refração de líquidos, e visto que a microesfera utilizada no micromodelo é um sólido, um procedimento para realizar tal medida foi desenvolvido.

Como o refratômetro disponível para uso, media apenas o índice de refração de líquidos, foi realizada a medida de diversos líquidos presentes no laboratório, tais como: óleos, solventes e álcoois. A Tabela 1, apresenta o valor do índice de refração de cada um dos fluidos medidos.

Tabela 1 - Índice de refração dos líquidos do laboratório

Substância	Índice de Refração	Substância	Índice de Refração
Exxol D60	1,436	5040	1,475
IPT 76	1,439	IPT 82	1,476
Tivela 150	1,459	DMSO	1,478
4550	1,459	Mamona	1,479
IPT 78	1,460	500 PS	1,488
Drakeol 7	1,465	Morlina 150	1,491
Óleo Mineral	1,471	Talpa 30	1,497
6350	1,473	Waynoil	1,501
Primol 352	1,474	Benzílico	1,539

Através da utilização de pequenos frascos preenchidos com as microesferas de vidro, sobre um *background* escrito com um texto, a medição do índice de refração das microesferas se torna possível, pois ao preencher esses frascos com um líquido que possui o índice de refração conhecido, é possível avaliar qual desses fluidos possibilitou a visualização mais nítida e precisa do texto localizado logo abaixo desses frascos, esse processo é ilustrado Figura 13. Isso acontece pois quando o fluido possui o mesmo índice de refração das microesferas, não ocorre o espalhamento dos raios de luz, possibilitando assim que a maior parte dos raios que incidem dentro do frasco, penetrem a amostra e iluminem o *background*, o que possibilita a leitura do texto.



Figura 13 - Processo de medição do índice de refração das esferas de vidro

Diversos testes foram realizados, conforme apresenta a Figura 14. Com a realização desses testes, o valor encontrado que melhor representa o índice de refração das microesferas de vidro é o de 1,478.

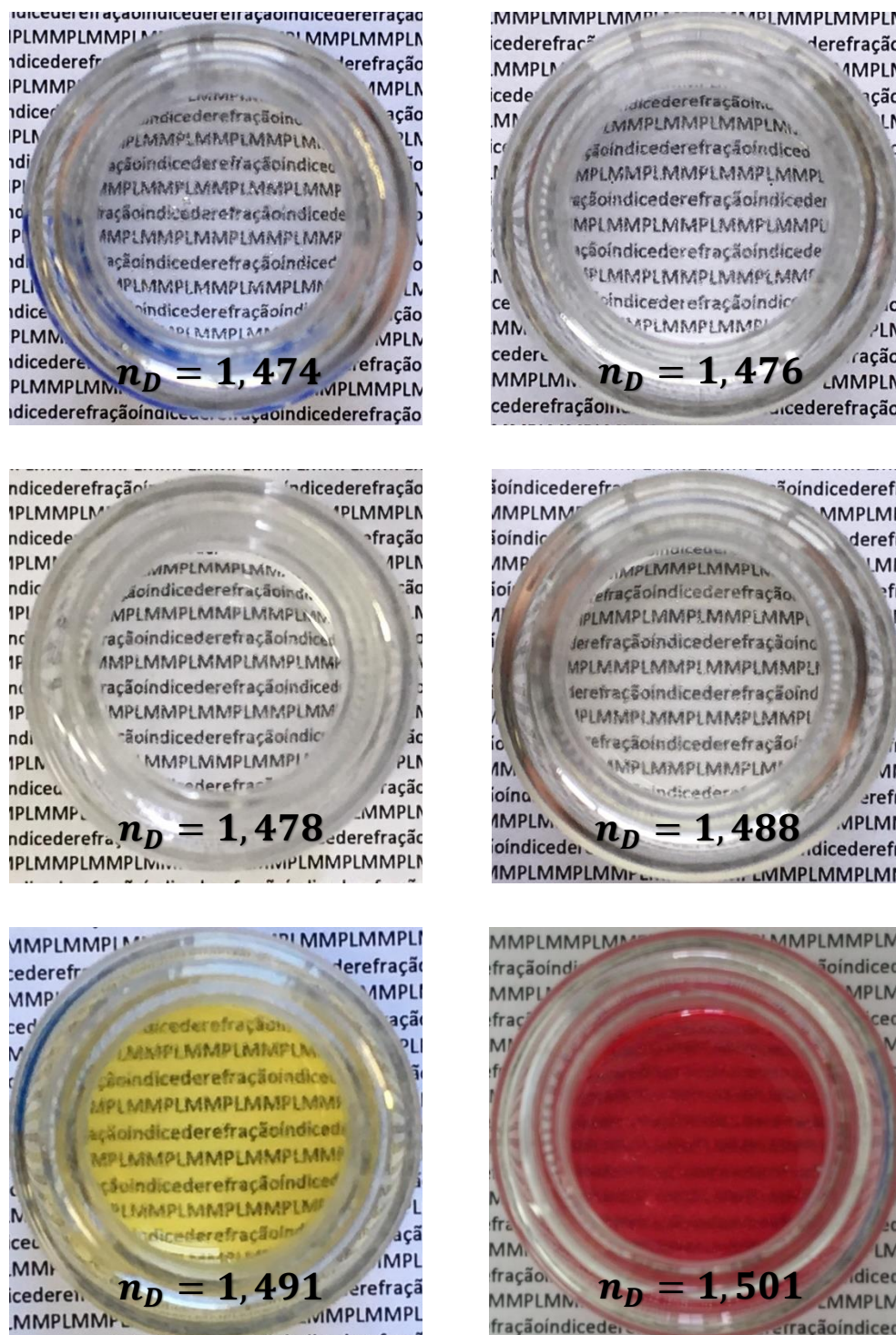


Figura 14 - Encontrando o índice de refração das microesferas de vidro

Como último passo na fabricação do micromodelo, o capilar de quartzo é conectado a dois tubos de injeção de fluidos e um tubo de saída com o emprego de cola epóxi, além do apoio em lâmina de microcópico para facilitar o manuseio e a visualização no microscópio confocal.

Antes de cada experimento, esse micromodelo é preparado de forma que o meio poroso é saturado com gás CO_2 por pelo menos duas horas, esse gás é solúvel no fluido molhante, prevenindo assim a formação e o aprisionamento de bolhas de ar no interior do dispositivo. Pois tais bolhas de ar possuem o índice de refração muito menor, comparado aos materiais utilizados na construção do micromodelo, o que causaria uma grande dispersão dos raios de luz fluorescente, provocando uma baixa penetração na amostra na direção Z.

3.1.3 Caracterização do Micromodelo

A caracterização do micromodelo empregado consiste na obtenção de sua porosidade e permeabilidade.

Diversos métodos são apresentados na literatura para se calcular a porosidade média em um micromodelo, entre eles, o método de embebição será o escolhido para este trabalho, o qual emprega um líquido de densidade conhecida, como por exemplo a água, que ocupará o volume vazio do micromodelo. A diferença de massa do micromodelo molhado e seco permite o cálculo do volume poroso.

O procedimento começa com um dos lados do micromodelo mergulhado em água, de forma que por capilaridade há o preenchimento dos espaços vazios do dispositivo pelo fluido escolhido. Com apenas os espaços vazios dessa amostra preenchidos, faz-se a pesagem do capilar em uma balança de precisão. A diferença entre o peso do micromodelo seco e molhado, considerando a densidade do líquido, representa o volume de vazio desse dispositivo. O volume total é o volume da geometria em que as microesferas de vidro formam durante o empacotamento. É importante citar que existe um erro associado a esta medida de volume total, visto que o empacotamento das esferas nem sempre forma um polígono bem definido, ou seja, aproximações irão existir.

A Tabela 2 apresenta as medidas de porosidade de três micromodelos distintos, utilizando o método descrito anteriormente. Nota-se que os valores de porosidade efetiva média desses dispositivos são bem próximos, visto que são produzidos com as mesmas microesferas e passam pelo mesmo processo de empacotamento.

Tabela 2 - Dados das medidas de porosidade efetiva dos micromodelos

Propriedades	CHIP A	CHIP B	CHIP C
P _{Cap_seco}	1,0590 g	1,1228 g	1,0787 g
P _{Cap_molhado}	1,1421 g	1,2166 g	1,1664 g
M _{H₂O_Poros}	0,0831 g	0,0938 g	0,0877 g
D _{H₂O} (24°C)	0,99664 g/ml	0,99664 g/ml	0,99664 g/ml
V _{Poroso}	0,083380157 cm ³	0,09411623 cm ³	0,087995665 cm ³
V _{Total}	0,1947 cm ³	0,2248 cm ³	0,1975 cm ³
Φ	42,82%	41,87%	44,55%

A análise de incerteza do resultado da porosidade é realizada de forma a validar os resultados obtidos experimentalmente. Tem-se uma incerteza do tipo B pois os dados dos instrumentos utilizados na medição são fornecidos pelos fabricantes, indicando um nível de confiança de 95%. Esse valor remete a infinitos graus de liberdade, com fator de abrangência de $k = 2$. A incerteza padrão do paquímetro digital é de 0,01mm, da balança é de 0,006g e do picnômetro é de 0,002mL. Por meio do cálculo da incerteza combinada padrão, têm-se que a estimativa de erro para a medida de porosidade do CHIP A é de $u = 0,0001377$, justificando a utilização de duas casas decimais nos valores reportados.

Na literatura, diversos métodos são apresentados para calcular a permeabilidade absoluta de micromodelos. Neste trabalho foi adotado um escoamento em regime permanente. A permeabilidade absoluta k , é calculada em função da viscosidade dinâmica μ do fluido utilizado no experimento, da vazão de injeção Q , da área de seção transversal A , e da variação de pressão ΔP ao longo do meio poroso, e do seu comprimento L . A razão k/μ pode ser encontrada pela equação de Darcy, apresentada abaixo:

$$\frac{k}{\mu} = \frac{Q/A}{\Delta P/L}. \quad (11)$$

Através da variação da taxa de injeção de um fluido de viscosidade conhecida, por meio da utilização de uma bomba de seringa, e do valor medido na variação da pressão através de um manômetro digital, devido a variação dessa injeção, é possível encontrar uma curva que relaciona esses valores, encontrado assim a permeabilidade do micromodelo. O aparato experimental utilizado para calcular a permeabilidade pode ser visualizado na Figura 15.

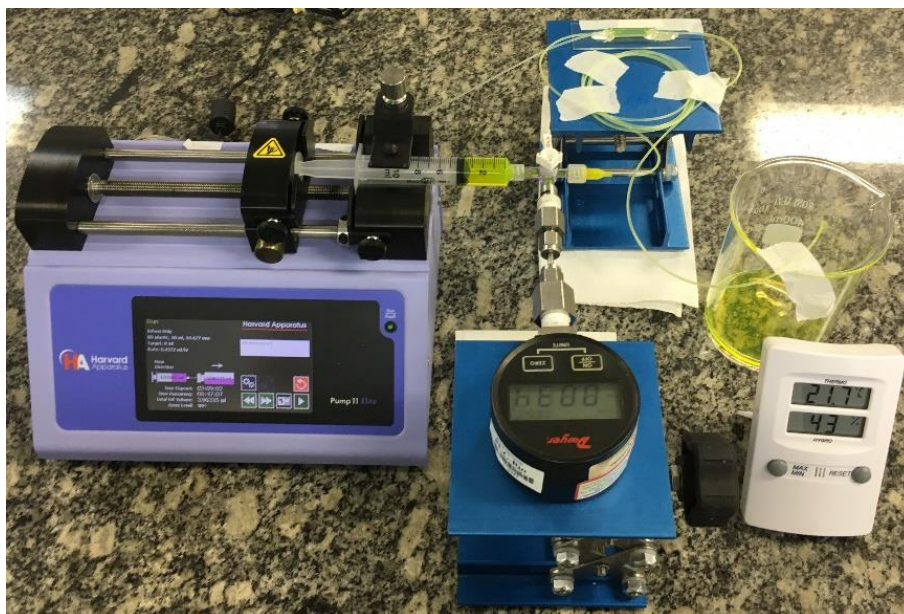


Figura 15 - Aparato de medição da permeabilidade do micromodelo

A Tabela 3 apresenta os valores de pressão medidos para as diferentes vazões utilizadas, além da área da seção transversal e o comprimento do CHIP A, o mesmo micromodelo apresentado anteriormente no cálculo de porosidade. A Figura 16 ilustra o gráfico da permeabilidade absoluta sobre a viscosidade dinâmica, com a utilização dos dados da Tabela 3.

Tabela 3 - Dados para cálculo da permeabilidade do CHIP A

Vazão (pé/dia)	Vazão (m ³ /s)	Área (m ²)	Q/A (m/s)	Pressão (kPa)	L (m)	$\Delta P/L$ (kPa/m)
0	0	9x10 ⁻⁶	0	0	0,00974	0
1	3,18x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	3,52x10 ⁻⁶	0,36542	0,00974	37,51
2	6,35x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	7,05x10 ⁻⁶	0,45505	0,00974	46,71
3	9,53x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	10,58x10 ⁻⁶	0,54468	0,00974	56,94
4	12,7x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	14,11x10 ⁻⁶	0,62742	0,00974	64,41
5	15,9x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	17,65x10 ⁻⁶	0,72394	0,00974	74,32
10	31,7x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	35,27x10 ⁻⁶	1,13074	0,00974	116,09
15	47,6x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	52,93x10 ⁻⁶	1,55132	0,00974	159,27
20	63,5x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	70,55x10 ⁻⁶	1,93742	0,00974	198,91
25	79,4x10 ⁻¹¹	9x10 ⁻⁶	88,21x10 ⁻⁶	2,30974	0,00974	237,13

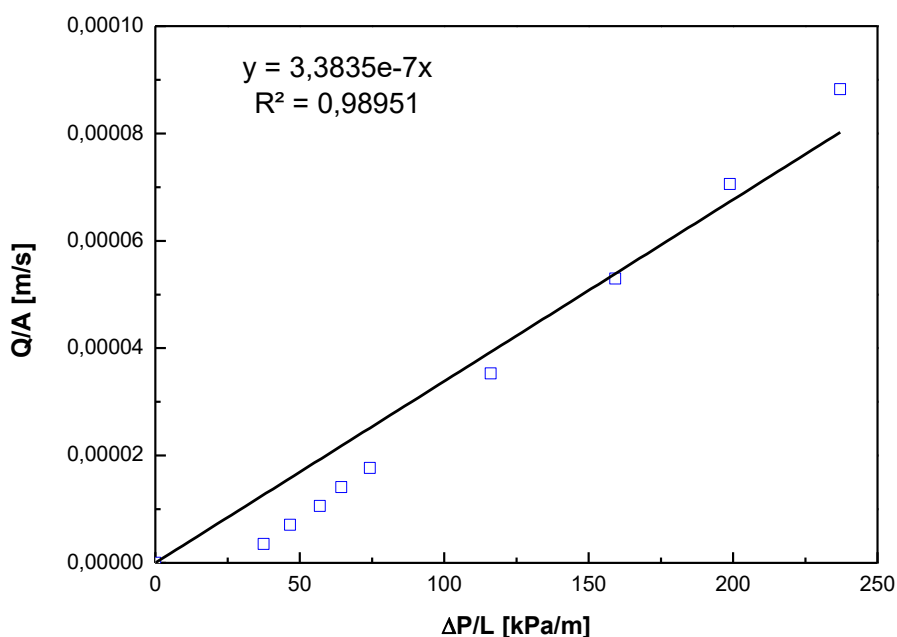


Figura 16 - Permeabilidade absoluta x Viscosidade dinâmica do CHIP A

A partir do coeficiente angular da reta e da aplicação da Lei de Darcy, é possível calcular a permeabilidade absoluta do CHIP A. A viscosidade do fluido utilizado foi de $\mu_w = 37,61 \text{ mPa.s}$. A permeabilidade absoluta calculada para o CHIP A é de $k_A = 12,631$ Darcy. O mesmo procedimento foi adotado no cálculo da permeabilidade absoluta de todos os CHIP's utilizados neste trabalho.

3.2 Fases Aquosa e Oleosa

Após a conclusão do projeto de concepção do micromodelo, a combinação dos índices de refração das fases que serão utilizadas no experimento deve ser idealizada, visto que o índice de refração das microesferas de vidro tem um valor fixo e esse valor deve ser seguido como referência.

Segundo Budwig (1994), o índice de refração dos líquidos é ajustado pela variação da proporção dos componentes que o constituem. Então, para realizar a combinação dos índices de refração são formulados fluidos de comportamento Newtonianos. A formulação da fase aquosa, que será o fluido molhante do experimento, foi desenvolvida a partir de uma mistura de componentes para

alcançar um valor de 1,478 de índice de refração. Tal mistura foi composta por dimetilsulfóxido, sacarose, água Milli-Q® da Millipore Corporation e fluoresceína, nas proporções de 54,006% (p/p), 31,87% (p/p), 13,72% (p/p) e 0,394% (p/p), respectivamente.

A fluoresceína é um fluorocromo, e de acordo com Sjöback et al. (1995) é provavelmente o marcador fluorescente mais comum nos dias de hoje. Seu pico de excitação ocorre no comprimento de onda de 494nm, enquanto que seu pico de emissão acontece em 521nm. Pelo fato de ser bastante conhecida e utilizada na literatura em diversos trabalhos (Widholm, 1972; Jones & Senft, 1985; Ou et al., 2001), esse foi o fluorocromo escolhido neste trabalho para marcar a fase aquosa, possibilitando sua visualização e quantificação através do uso do microscópio confocal.

A formulação da fase oleosa, que será o fluido não-molhante do experimento, também foi desenvolvida a partir de uma mistura de componentes de forma a alcançar o valor de 1,478 no índice de refração. Composta por uma mistura de dois óleos: óleo de imersão 6350 da Cargille Labs e óleo lubrificante Waynol da Schulz, nas proporções de 82,03% (p/p) e 17,97% (p/p), respectivamente.

Com a caracterização de ambas as fases, os dados de densidade, tensão superficial e interfacial, e viscosidade foram encontrados, todos medidos e calculados a temperatura de 24°C. A densidade da fase aquosa e oleosa é de $\rho_w = 1,2202 \text{ g/ml}$ e $\rho_o = 0,8699 \text{ g/ml}$, respectivamente. As tensões superficiais das fases aquosa e oleosa em relação ao ar são de $\gamma_w = 53,2 \text{ mN/m}$ e $\gamma_o = 34,8 \text{ mN/m}$, respectivamente. A tensão interfacial entre os fluidos molhante e não-molhante é de $\gamma = 22,2 \text{ mN/m}$. Ambas as medidas de tensão superficial e interfacial, foram feitas através da utilização de um tensiômetro de anel, chamado de *Du Noüy ring*, como ilustra a Figura 17. Esse valor de tensão interfacial entre a fase aquosa e a fase oleosa é similar a tensão interfacial entre o óleo cru e a água do mar, de acordo com os dados reportados na pesquisa de Buckley & Fan (2007), sendo assim um dado representativo da realidade.

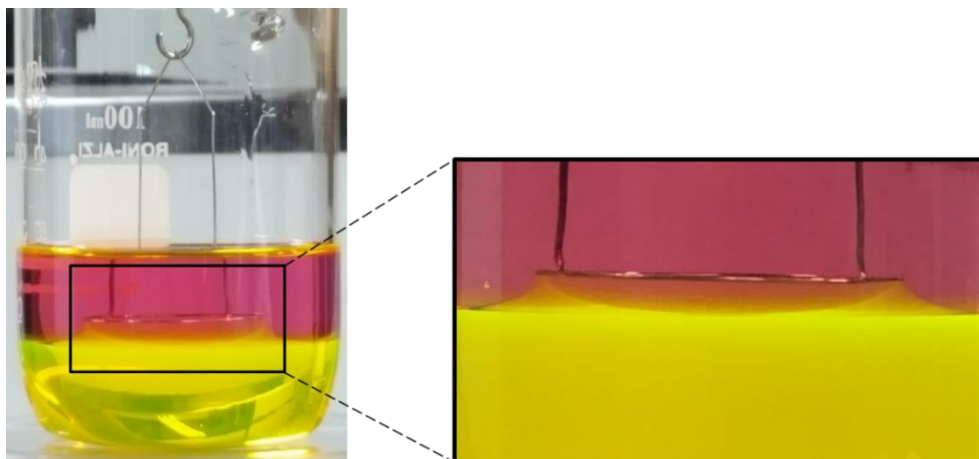


Figura 17 - Medição da tensão interfacial utilizando o *Du Noüy ring*

As viscosidades dinâmicas de ambas as fases foram encontradas através do uso de um reômetro, a uma taxa fixa de cisalhamento de 10 1/s. Uma curva que relaciona as viscosidades dos fluidos de acordo com suas respectivas temperaturas é apresentada na Figura 18, e o valores medidos na temperatura de 24°C são, para a fase aquosa, $\mu_w = 33,68 \text{ mPa.s}$, e para a fase oleosa, $\mu_w = 106,84 \text{ mPa.s}$. Portanto, o experimento é caracterizado por uma razão de viscosidade entre as fases, que é uma grandeza definida como a viscosidade do fluido molhante dividida pela viscosidade do fluido não-molhante, de aproximadamente 0,32.

$$M \equiv \frac{\mu_w}{\mu_{nw}}. \quad (12)$$

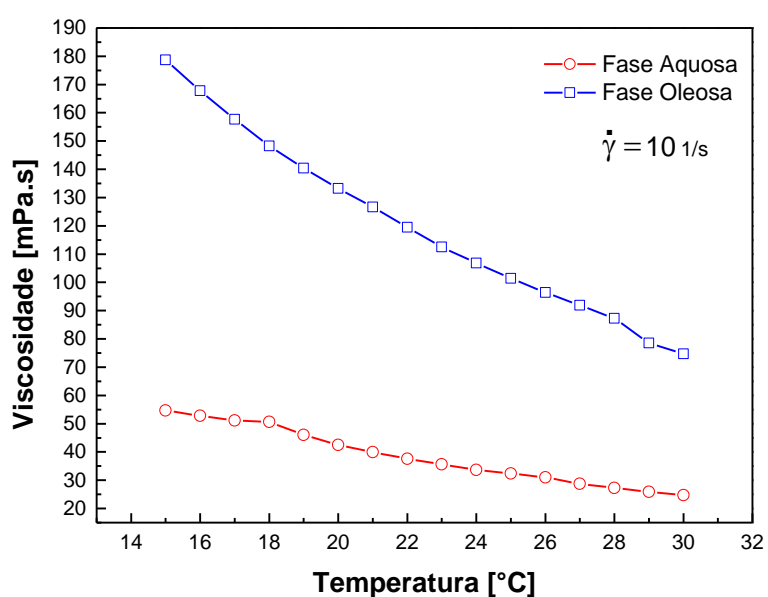


Figura 18 - Curva de Viscosidade x Temperatura

Com a finalidade de verificar a precisão das medidas de viscosidades realizadas com a utilização do reômetro, um teste foi realizado de forma a calcular a viscosidade da fase aquosa em um período de trinta minutos à uma taxa de cisalhamento constante, de forma que esse fluido alcançasse o regime permanente. A medição foi realizada em uma faixa de temperatura de 21°C a 25°C. A Figura 19 ilustra os resultados obtidos neste teste, a fase aquosa apresentou uma viscosidade praticamente constante ao longo do tempo, em todas as temperaturas estudadas.

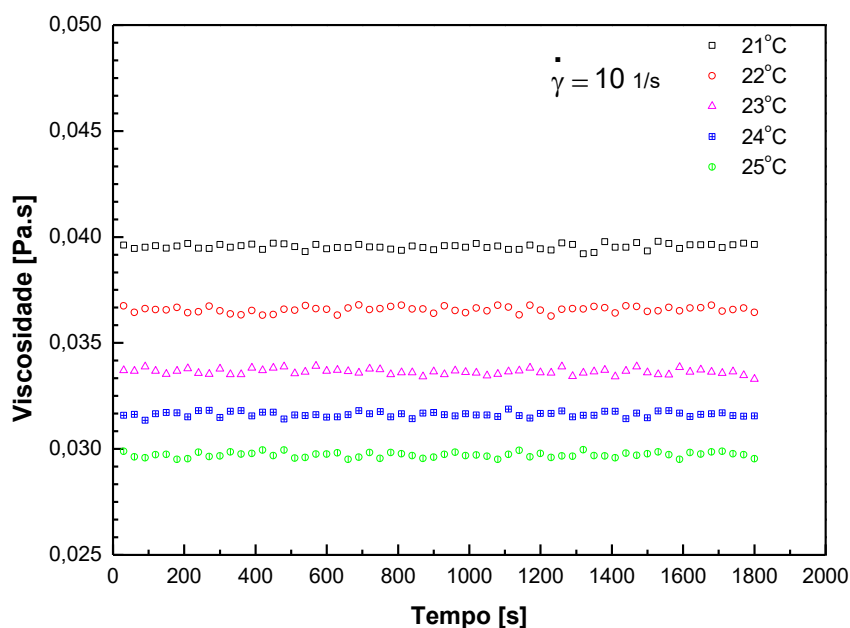


Figura 19 - Curva de Viscosidade x Tempo

Uma avaliação da miscibilidade das fases aquosa e oleosa foi realizada com intuito de mostrar que os fluidos utilizados no experimento são imiscíveis ao longo da escala de tempo experimental deste trabalho. Pois se tais fluidos se misturassem durante o experimento, seria inviável fazer a distinção das fases, sendo assim impossível de realizar sua quantificação durante cada etapa do teste.

Foram adicionados 5mL de cada fluido em um frasco com marcações volumétricas, esse recipiente foi agitado de forma a promover a mistura entre as fases, e após um período de tempo de aproximadamente três horas, as fases estavam totalmente separadas. A Figura 20 demonstra os três instantes de tempo deste teste, o primeiro é o da mistura antes de ser agitada, o segundo é o da mistura logo após a agitação, e por último é o das fases separadas após um certo período de tempo.

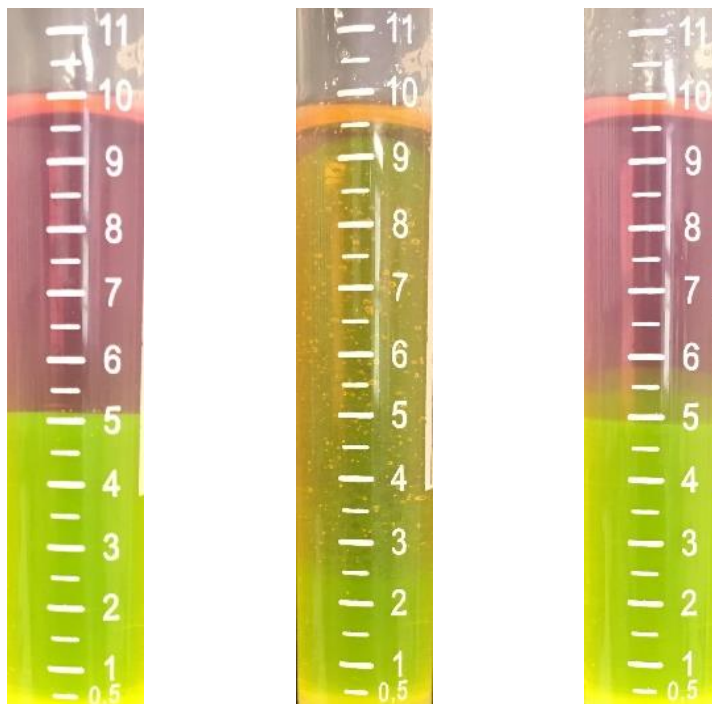


Figura 20 - Teste de miscibilidade das fases aquosa e oleosa

3.3 Suspensões de Microcápsulas Flexíveis

Diversos métodos que visam a recuperação avançada de hidrocarbonetos têm sido aplicados na indústria ao longo dos últimos anos, visto que essas reservas são recursos naturais finitos, ou seja, a exploração e produção visando sempre o máximo desempenho se faz necessária. Os métodos mais conhecidos e utilizados são os químicos, que normalmente atuam como agentes de controle de mobilidade do fluido que está sendo injetado para deslocar o óleo.

Emulsões e soluções poliméricas são exemplos de métodos químicos aplicados para a redução da mobilidade da água do mar injetada na recuperação de óleo. No entanto, tais substâncias possuem limitações em relação a sua aplicação. Os polímeros, por exemplo, podem aderir-se às paredes do meio poroso e causar danos à formação, o que muda a permeabilidade do reservatório. Além disso, as degradações térmica e mecânica podem ocorrer ao longo do tempo, o que pode prejudicar o desempenho desse método. No caso de emulsões, há ainda um fator limitante relacionado ao controle de parâmetros como tamanho e estabilidade.

Desse modo, a utilização de um sistema que supera as limitações citadas anteriormente, teria um grande potencial nas aplicações de recuperação avançada de óleo. Neste cenário, foi proposto e está sendo desenvolvido por pesquisadores do laboratório LMMP da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, uma técnica inovadora que consiste na aplicação de suspensões de microcápsulas flexíveis como agente de controle de mobilidade na recuperação dos hidrocarbonetos. Esse sistema possui propriedades mecânicas ajustáveis, proporcionando a redução da mobilidade do fluido deslocante de uma maneira mais controlada para diferentes condições de escoamento e distintas geometrias de meios porosos (Nascimento et al., 2017).

Suspensões são sistemas heterogêneos bifásicos nos quais pequenas partículas sólidas são dispersas em uma fase contínua líquida, usualmente água, como descrito no subcapítulo 2.7.2. Essas microcápsulas flexíveis são constituídas de uma membrana deformável que envolve um núcleo preenchido por um líquido, como ilustra a Figura 21, por este motivo são consideradas suspensões, por possuírem tal membrana sólida e serem dispersas em uma fase líquida. O uso dessas microcápsulas como agente de controle de mobilidade exige que tais sistemas sejam robustos na manutenção do líquido presente em seu interior. Também que possuam uma deformação reversível enquanto transitam pelo espaço poroso, provendo resistência ao escoamento do fluido deslocante nos caminhos preferenciais por ele produzidos.

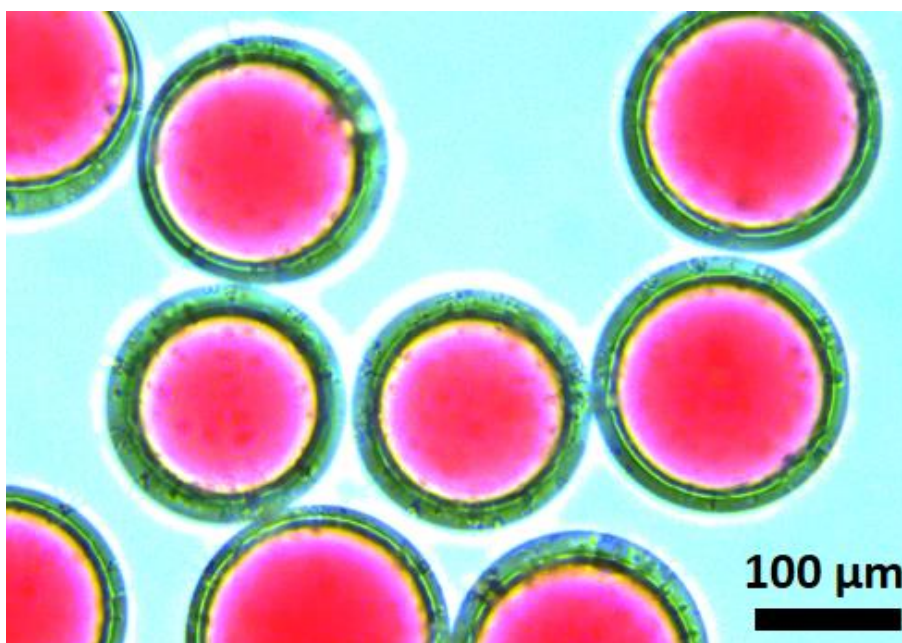


Figura 21 - Suspensões de microcápsulas

Para garantir o controle na redução da mobilidade do escoamento é essencial que as microcápsulas sejam preparadas com propriedades mecânicas conhecidas e ajustáveis. Tal exigência é governada pela combinação da espessura da membrana e do material utilizado na sua fabricação (Duncanson et al., 2014). O uso de técnicas altamente controladas, tal como a microfluídica, permite o controle do tamanho da partícula e a espessura da membrana através da manipulação minuciosa das taxas de injeção dos fluidos.

Um elastômero tal como o polidimetilsiloxano (PDMS) é um material ideal para a fabricação da membrana das microcápsulas, pois possui alta estabilidade térmica e química, além de alta deformação elástica (Vilanova et al., 2013). Além disso, as propriedades mecânicas das microcápsulas podem ser ajustadas ao alterar a proporção de polímero para agente reticulante (*crosslinker*), o que possibilita o controle da resistência ao escoamento que as microcápsulas apresentam ao se mover pelo meio poroso.

O agente de reticulação é responsável por fazer as ligações cruzadas entre as cadeias poliméricas utilizadas para fabricar o material e também por proporcionar resposta elástica às tensões aplicadas nessas substâncias.

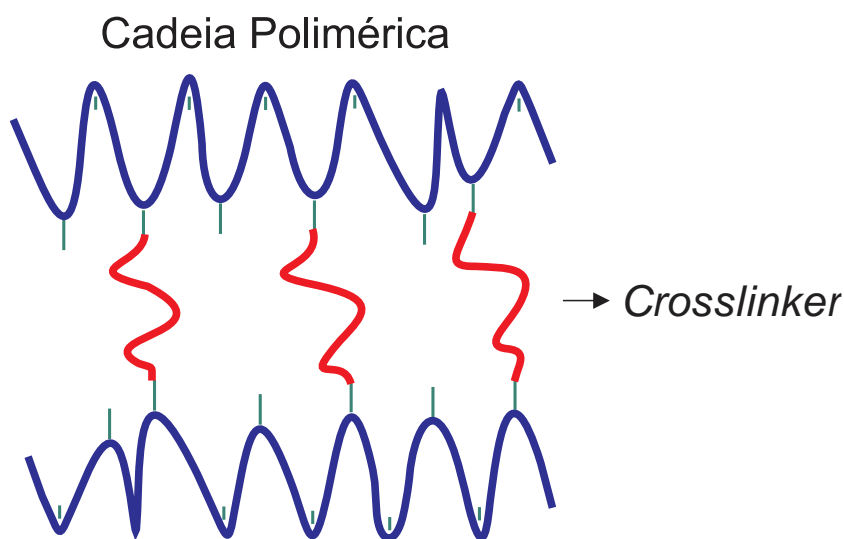


Figura 22 - Cadeias poliméricas reticuladas

O módulo de elasticidade da membrana é proporcional à razão de agente reticulante-polímero, ou seja, quanto maior a densidade de ligações cruzadas, maior será a rigidez da membrana. Uma outra forma de controlar a rigidez das microcápsulas seria possível a partir da espessura da membrana. A espessura pode ser controlada no processo de produção através da vazão da fase polimérica, conforme ilustrado na Figura 23.

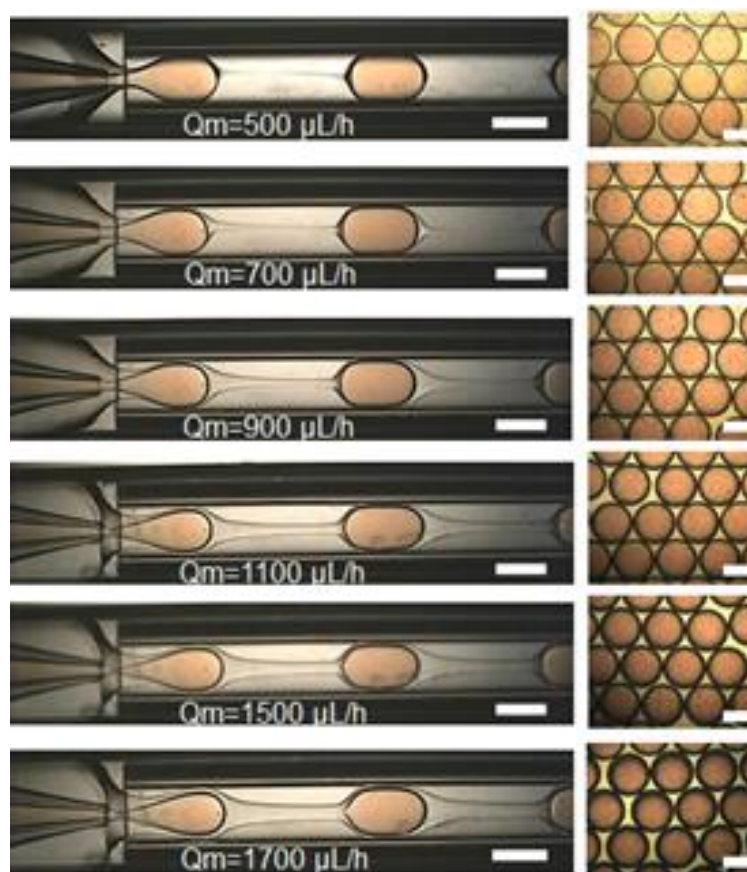


Figura 23 - Variação da espessura da membrana

As propriedades mecânicas de micropartículas são comumente caracterizadas através de métodos de confinamento e compressão simples (Rachik et al., 2006; Vilanova et al., 2013; Duncanson et al., 2014). Para caracterizar mecanicamente as microcápsulas, são realizados testes de compressão e relaxamento para partículas simples, ou seja, as microcápsulas são submergidas em água e colocadas entre duas placas paralelas em um reômetro. Como resultado, chega-se à conclusão que independentemente do regime de deformação ou compressão, todas as microcápsulas irão se deformar sob tensão, no entanto, enquanto que para as microcápsulas com membranas mais espessas, portanto mais rígidas, é esperado que se deformem sob tensão, as microcápsulas mais finas, portanto menos rígidas, deformarão por alongamento.

A resposta elástica dessas microcápsulas também pode ser analisada através do escoamento dessas partículas por microcapilares com constrições de tamanhos pré-definidos, como ilustra a Figura 24. Esse procedimento confirma o fato de que quanto mais rígidas são essas microcápsulas, maior será a redução da mobilidade do fluido deslocante no meio poroso. Através desses testes confirma-se que quanto menor for a elasticidade da microcápsula, maior será a

capacidade dessa microcápsula em inibir o escoamento, ou aumentar o controle da mobilidade. Os resultados de todos os testes realizados demonstram que a intensidade do controle da mobilidade pode ser ajustada pelas propriedades mecânicas das suspensões de microcápsulas em uma fase contínua, viabilizando sua utilização como método de recuperação de óleo em um meio poroso.

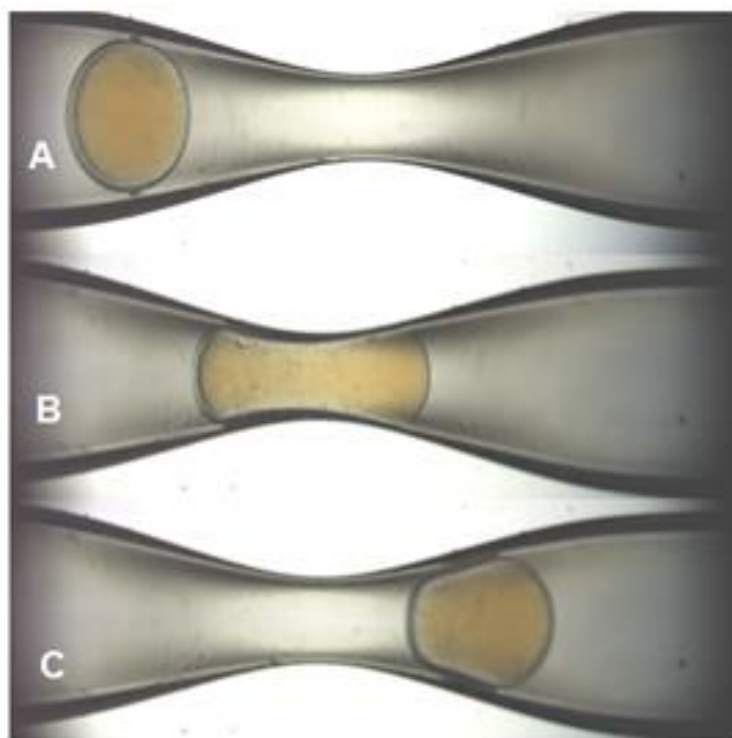


Figura 24 - Teste de elasticidade das microcápsulas nos microcapilares

3.4 Microscopia de Fluorescência

Os mecanismos pelos quais a luz visível é emitida ou absorvida pelas substâncias, e como ela previsivelmente reage sob diferentes condições à medida que percorre o espaço e a atmosfera, formam a base da existência de cores em nosso universo. A luz visível é um fenômeno complexo que é explicado classicamente com um modelo simples baseado na propagação de raios e frentes de onda, esse conceito foi proposto no fim do século XVII pelo físico holandês Christiaan Huygens. A radiação eletromagnética é o veículo primário no transporte da energia. A luz visível representa apenas uma pequena porção de todo o espectro de radiação eletromagnética, como ilustra a Figura 25.

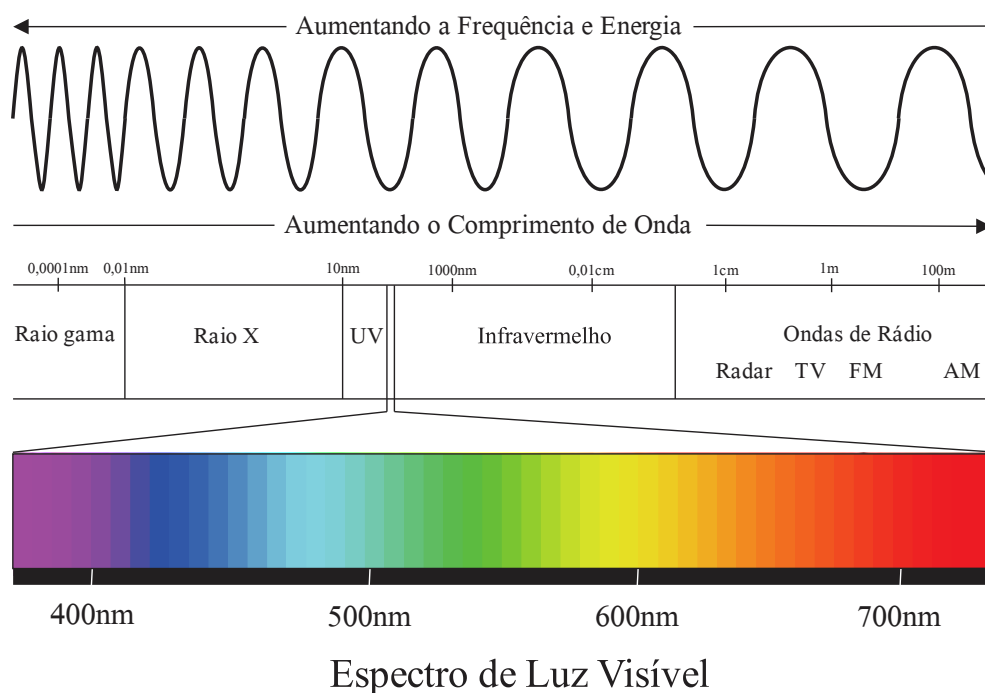


Figura 25 - Espectro de radiação eletromagnética

O fenômeno da fluorescência foi descoberto no meio do século XIX pelo cientista britânico Sir George G. Stokes que percebeu através da observação que o mineral fluorita emitia fluorescência quando era iluminado com luz ultravioleta. Stokes observou que a luz fluorescente tinha comprimentos de onda mais longos do que a luz de excitação, um fenômeno que ficou conhecido como Deslocamento de Stokes.

Esse fenômeno demonstra que a energia vibracional é perdida quando os elétrons relaxam do estado excitado de volta ao estado fundamental. Como resultado da perda de energia, o espectro de emissão de um fluorocromo excitado é usualmente deslocado para comprimentos de onda mais longos quando comparado com espectro de absorção ou excitação.

Fluorocromos ou fluoróforos, são componentes de uma molécula que fazem com que esta seja fluorescente. Eles pertencem a um grupo funcional específico da molécula que absorverá energia de um comprimento de onda específica e posteriormente a emitirá em outro determinado comprimento de onda maior (Lakowicz, 2006). Isso torna os fluorocromos extremamente valiosos em aplicações biológicas.

A fluorescência pertence à família da luminescência, fenômeno no qual moléculas suscetíveis emitem luz quando são criados estados eletronicamente excitados são criados por mecanismos físicos, mecânicos ou químicos. A geração

de luminescência através da excitação de uma molécula por fótons de luz visível ou ultravioleta, é um fenômeno denominado fotoluminescência, termo que é formalmente dividido em duas categorias distintas, fluorescência e fosforescência, dependendo da configuração do estado de excitação, da via e do tempo de emissão.

Fluorescência é a propriedade de alguns átomos e moléculas que absorvem luz em um comprimento de onda partículas e emitem subsequentemente luz de um comprimento de onda maior, depois de um pequeno intervalo de tempo, quase que instantâneo (Lakowicz, 2006a).

Em temperaturas normais, a maioria das moléculas estão em seu estado de menor energia, o estado fundamental. Contudo, elas podem absorver um fóton de luz, que faz com que sua energia aumente, fazendo com que um elétron pule para um estado excitado discreto, ou seja, de uma camada menos energética para uma camada mais energética (Guilbault, 1990). Tipicamente, a molécula dissipa rapidamente uma parte da energia absorvida através da colisão com as moléculas vizinhas, causando a queda do elétron de volta para a camada menos energética. Se as moléculas circundantes não forem capazes de aceitar a maior diferença de energia necessária para posteriormente levar a molécula ao seu estado fundamental, ela pode sofrer uma emissão espontânea. Com isso ela perde a energia restante, emitindo a luz de um comprimento de onda mais longo e menos energético, comparado com a energia e o comprimento de onda da luz de excitação. A Figura 26 ilustra uma molécula de Fluoresceína, que é um fluorocromo de utilização corriqueira, utilizada neste trabalho para marcar a fase aquosa, que atua emitindo luz verde quando excitado pela luz azul.

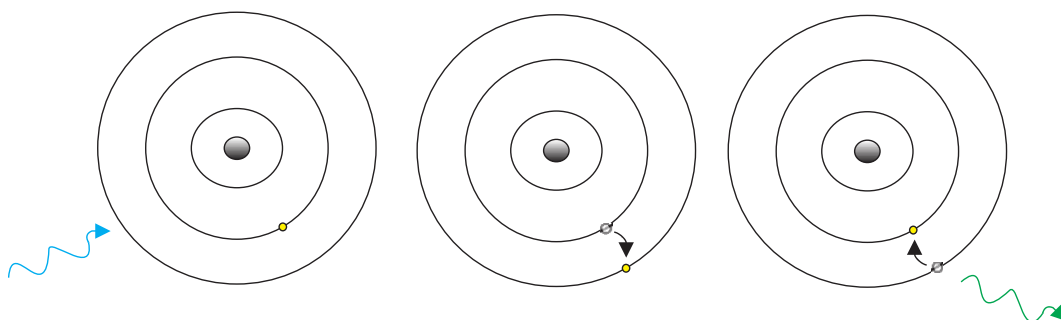


Figura 26 - Processo molecular de excitação e emissão de fluorescência

A microscopia de fluorescência é uma excelente ferramenta para estudar materiais que emitem fluorescência, tanto na sua forma natural, chamada de fluorescência primária, quanto na sua forma artificial, ou seja, quando esses

materiais são tratados com produtos químicos capazes de fornecer fluorescência, chamada de fluorescência secundária.

O microscópio de fluorescência foi concebido na primeira parte do século XX, por August Kohler, Carl Reichert, Heinrich Lehmann, dentre outros. Contudo, o potencial desse instrumento não foi percebido por várias décadas.

A tarefa básica do microscópio de fluorescência é permitir que a luz de excitação irradie a amostra, e então separe a luz fluorescente emitida (Lichtman & Conchello, 2005). Portanto, apenas a luz de emissão da amostra atinge os detectores, como demonstra a Figura 27, na qual a amostra de cristal de fluorita é irradiada com luz ultravioleta e emite luz fluorescente azul, que é filtrada por uma barreira, não deixando a luz de excitação refletida passar. A luz emitida irradia novamente, de forma esférica em todas as direções, independente do ângulo de incidência da luz excitante. Isso resulta em áreas fluorescentes brilhantes no detector, contra um fundo escuro, com contraste suficiente para permitir tal detecção. Quanto mais escuro o fundo por trás do material não fluorescente, maior a eficiência do instrumento.

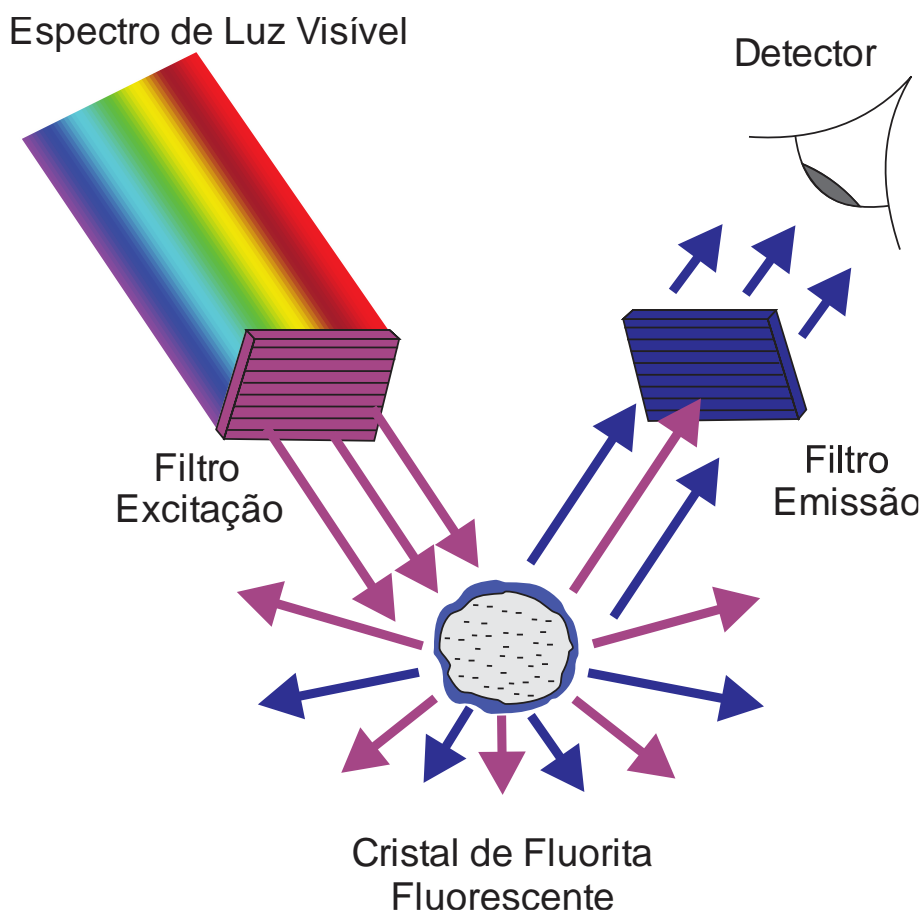


Figura 27 - Princípio de excitação e emissão de fluorescência

A separação e a detecção efetivas dos comprimentos de ondas excitados e emitidos é alcançada no microscópio de fluorescência por meio da seleção apropriada dos filtros que bloqueiam ou deixam passar bandas específicas de comprimentos de onda das regiões espectrais do ultravioleta, do visível e da região próxima ao infravermelho.

Para se obter a máxima intensidade de fluorescência, um fluorocromo, frequentemente designado por corante ou marcador, é normalmente excitado a comprimentos de onda próximos ou propriamente no pico da curva de excitação, e a faixa de possíveis comprimentos de onda de emissão é selecionada para ser captada nos detectores. O avanço do uso dos microscópios de fluorescência está diretamente ligado ao desenvolvimento desses fluorocromos com curvas de intensidade de excitação e emissão conhecidas.

Uma das consequências dos baixos níveis de emissão na maioria das aplicações de microscopia de fluorescência é que o número de fótons que atinge o detector da câmera é muito baixo, na maioria dos casos, essa eficiência de detecção fica menor que 30% (Spring, 2001). Com intuito de gerar intensidade de luz de excitação suficiente para produzir luz de emissão detectável, fontes compactas e potentes têm sido desenvolvidas.

Nos últimos anos, a microscopia óptica experimentou um aumento na aplicação de fontes de luz à laser, particularmente os lasers de argônio. Esses lasers têm as características de serem de pequeno tamanho, baixa divergência, monocromáticos e alta luminosidade.

Esses componentes se tornaram essenciais na varredura da microscopia confocal, uma técnica que provou ser uma ferramenta poderosa na interpretação de imagens de fluorescência com uma alta nitidez, devido ao bloqueio da luz não focalizada e também pela capacidade de fazer seções ópticas em três dimensões.

Devido as essas características, essa foi a tecnologia adotada neste trabalho, com intuito de realizar a análise através da visualização tridimensional de imagens de fluorescência com alta nitidez do escoamento de fluidos em um micromodelo. Tal tecnologia é descrita no capítulo subsequente.

3.5 Microscopia Confocal

3.5.1 Introdução à Microscopia Confocal

Segundo Semwogerere & Weeks (2005) um microscópio confocal cria imagens nítidas de um espécime que, de outra forma, apareceria desfocado quando visualizado com um microscópio convencional. Isto é alcançado excluindo a maior parte da luz da amostra que não está no plano focal do microscópio. A imagem tem menor embaçamento e melhor contraste do que a imagem de um microscópio óptico e representa uma fina seção transversal do espécime. Assim, além de permitir uma melhor observação de detalhes finos, também é possível a construção de volumes tridimensionais de uma amostra, através da montagem de uma série de seções ópticas finas, tomadas ao longo do eixo Z.

A microscopia confocal teve seu início com Marvin Minsky em 1955, enquanto estudava na Universidade de Harvard (Minsky, 1988). A invenção de Minsky realizava a construção de uma imagem ponto-a-ponto, ou seja, focalizando apenas um ponto de luz, sequencialmente, através de um espécime e em seguida, coletando apenas os raios que retornavam da amostra. As imagens produzidas dessa maneira são chamadas de seções ópticas. Ao iluminar um único ponto por vez, Minsky evitou a maior parte da luz dispersa indesejada, que obscurece a imagem quando todo o espécime é iluminado ao mesmo tempo. Além disso, a luz emitida da amostra passaria através de um orifício, chamado de *pinhole*, que iria rejeitar raios que não estavam vindo diretamente do ponto focal. Os raios desejados passariam por esse anteparo e seriam detectados por uma fotomultiplicadora, com isso a imagem seria construída gradualmente em uma tela de tecnologia disponível para época.

Os microscópios confocais modernos mantiveram os elementos chave, criados pelo projeto de Minsky, tais como o *pinhole* e a iluminação ponto-a-ponto do espécime. Os avanços na óptica e na eletrônica foram incorporados aos novos projetos e melhoraram a velocidade, a qualidade da imagem e o armazenamento das imagens geradas.

Essa tecnologia fornece uma melhora significativa nas imagens em relação aos microscópios convencionais. O microscópio confocal cria imagens bidimensionais mais detalhadas, mais nítidas e permite a coleta de dados em três

dimensões. Em diversas aplicações ele é especialmente útil para analisar a dinâmica dos processos. Diversos projetos têm sido desenvolvidos para se alcançar uma velocidade de aquisição que permita a captura desses processos dinâmicos em escalas de tempo reduzidas.

3.5.2 Princípio de Funcionamento

Na microscopia confocal, o objetivo é visualizar apenas imagens que estejam totalmente em foco (Claxton et al., 2006). O desenho esquemático da Figura 28 apresenta de forma simplificada o princípio de funcionamento da confocalidade. Onde está representado um par de lentes, que focam a luz do ponto focal de uma lente, para o ponto focal da outra lente. Dois feixes de luz também estão presentes, representados pela cor azul e vermelha, onde a imagem projetada pelo feixe de cor azul não está no mesmo local da imagem projetada pelo feixe de cor vermelha.

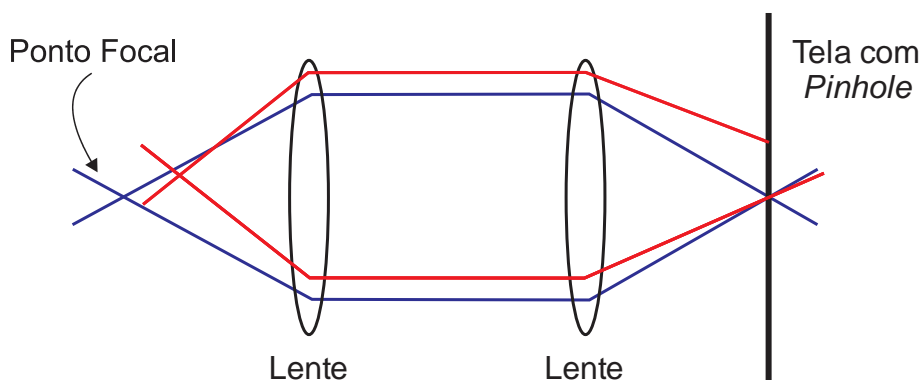


Figura 28 - Esquemático do princípio da confocalidade

A ideia da confocalidade é visualizar apenas a imagem projetada pelo ponto focal do feixe de luz azul. Portanto, se uma tela com um orifício, *pinhole*, é posicionada no lado de incidência dos feixes de luz, de forma que a maior parte da luz do ponto focal azul ultrapasse o *pinhole*, consequentemente a maior parte da luz do ponto focal vermelho será bloqueada pela tela, resultando em uma atenuação significativa desse feixe de luz.

Com intuito de reduzir ainda mais a luz emitida pelo ponto focal vermelho, a configuração do microscópio confocal limita a quantidade da amostra que é iluminada. Normalmente, na microscopia de fluorescência, todo campo de visão da amostra é iluminado, fazendo com que toda região fluoresça ao mesmo tempo.

Embora, a maior intensidade de luz excitada seja no ponto focal das lentes, as outras partes do espécime também são excitadas por uma pequena parcela da luz, portanto, elas também fluorescem. Assim sendo, a luz do ponto focal azul pode conter luz que foi emitida do ponto focal vermelho, o que pode obscurecer sua fluorescência. Para reduzir esse efeito o microscópio focaliza a luz em apenas um ponto da amostra através do uso de um *pinhole* na fonte emissora de luz.

A Figura 29 apresenta os principais elementos do microscópio confocal em uma configuração básica deste equipamento, bem como os caminhos que as luzes de emissão e excitação percorrem no sistema.

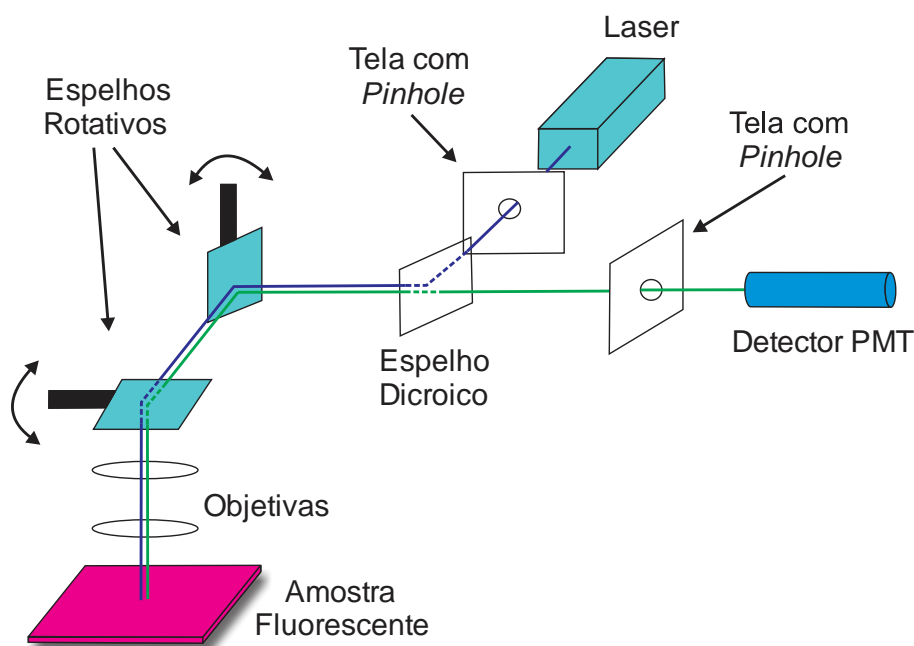


Figura 29 - Caminhos da luz em um microscópio confocal básico

Os fluorocromos utilizados para marcar a amostra são excitados pela luz do laser, retornam ao estado fundamental promovendo emissão de fluorescência. A luz fluorescente é desviada pelos mesmos espelhos que são utilizados para o escaneamento da luz de excitação do laser, e então essa luz passa pelo espelho dicroico, que bloqueia a luz do laser. Posteriormente, essa luz tem que passar pelo *pinhole*, sendo que apenas a parcela dessa luz que está em foco, passa por esse orifício e é, portanto, detectada por uma fotomultiplicadora.

Na microscopia confocal, uma imagem completa do espécime só é possível após um certo período de tempo, pois em cada instante de tempo, apenas um ponto está sendo observado. Portanto, para visualização completa da amostra, detectores são anexados a um computador, que constrói a imagem, um

pixel por vez. Para uma imagem de 512x512 pixels, a montagem é feita tipicamente a uma taxa de 0,1 a 30Hz.

A capacidade desse microscópio de gerar seções ópticas, possibilita a criação de representações tridimensionais do espécime. Os dados recolhidos de uma série de seções ópticas com imagens feitas em intervalos regulares e pequenos ao longo do eixo óptico são utilizadas para reconstruir essa amostra em três dimensões. O software pode combinar as imagens em duas dimensões para obter representações tridimensionais.

3.6 Procedimento Experimental

Com a caracterização do micromodelo em relação a sua porosidade e permeabilidade, a determinação da constituição das fases aquosa e oleosa, a caracterização das microcápsulas, e a breve introdução aos conceitos da microscopia confocal, um procedimento experimental é adotado. Esse procedimento experimental busca elucidar a análise da recuperação do óleo através da injeção da fase aquosa e da suspensão de microcápsulas, de modo a realizar uma comparação entre eles, com objetivo final de quantificar o resultado e avaliar a eficiência da utilização das suspensões de microcápsulas como agente de controle de mobilidade do fluido deslocante.

O subcapítulo 3.1.2 apresentou resumidamente a preparação parcial do micromodelo para o experimento, logo após a sua caracterização. Onde foi injetado o gás CO₂, com intuito de eliminar a formação e aprisionamento de bolhas de ar no interior do micromodelo, partículas que possuem um índice de refração menor que dos componentes utilizados no experimento. De acordo com as pesquisas de Hell et al. (1993), qualquer material que esteja entre o espécime e a superfície da lente objetiva do microscópio, torna-se um componente crítico do sistema de imagem, inclusive o ar, que caso possua índice de refração diferente do índice da amostra, provocará a redução da intensidade de sinal no *pinhole* do microscópio confocal, reduzindo a qualidade da imagem adquirida.

O fato descrito anteriormente acontece neste experimento, como demonstra a Figura 30, o laser atravessa a lente objetiva e penetra na amostra, excitando as moléculas fluorescentes presentes na fase aquosa, essas moléculas emitem luz fluorescente em todas as direções, e uma dessas direções está no

retorno para a lente objetiva, onde são detectadas. Nesse caminho de volta, a luz percorre dois meios com diferentes índices de refração: o micromodelo com índice de refração de aproximadamente 1,478 e o ar com índice de refração de 1,0003. Com isso, uma parte da luz fluorescente que volta em direção a lente objetiva é dispersa devido aos diferentes ângulos causados pelos valores de refração distintos. Dispersão de luz significa perda de sinal, ou seja, perda de informação da amostra, o que implica em uma menor penetração na direção Z do micromodelo.



Figura 30 - Lacuna entre o micromodelo e a lente objetiva

Uma possível solução para este problema seria a utilização de lentes objetivas de imersão, pois essa lacuna de ar entre a lente objetiva e a amostra não existiria, e no lugar dela estaria um líquido de imersão com o valor do índice de refração controlado, ou seja, possivelmente muito próximo ao valor do índice de refração do micromodelo. No entanto, utilizando este tipo de lente não seria possível diminuir a magnificação para um valor que viabilizasse o mapeamento de grande parte do micromodelo, tanto em questão temporal, quanto em questão do tamanho do arquivo gerado.

Portanto, as lentes objetivas tradicionais foram as escolhidas para a realização deste trabalho. Mesmo fazendo uso de tais lentes objetivas, os resultados de testes preliminares foram satisfatórios, visto que foi alcançado uma profundidade de aproximadamente 400~500 μ m na direção Z do micromodelo, ou seja, mais que duas camadas de microesferas, distância maior do que as alcançadas em outros trabalhos encontrados na literatura, que utilizam a microscopia confocal direcionada para outras aplicações (Stroock et al., 2002; Krummel et al., 2013; Datta et al., 2014; Wertheim et al., 2017).

Com o término da caracterização do micromodelo, a etapa de preparação deste dispositivo se inicia, começando com a saturação do espaço poroso com a fase molhante, no caso a fase aquosa, com objetivo de realizar a diferenciação entre a estrutura porosa e as microesferas de vidro, visto que, na imagem confocal apenas a fluorescência pode ser detectada, e tanto as microesferas quanto a fase oleosa não possuem fluorocromos, ou seja, marcadores fluorescentes. Essa etapa também se faz útil, devido ao fato de que essa água injetada não será totalmente drenada na etapa posterior, sendo assim, considerada como água conata ou irreduzível, sendo um cenário representativo do que ocorreria num meio poroso em um reservatório de petróleo.

O passo seguinte consiste na saturação do meio poroso com a fase oleosa, ou seja, a fase não-molhante, processo conhecido na literatura como drenagem. A injeção dessa fase acontece de forma contínua a uma vazão de $Q = 1\text{ mL/h}$, e continua até que o fluido deslocado (fase aquosa) pare de ser produzido e o regime permanente seja alcançado. Com a conclusão desta etapa e a realização do escaneamento da amostra por meio da utilização do microscópio confocal, o micromodelo está totalmente preparado para o início do experimento.

Para investigar a dinâmica do processo conhecido na literatura como embebição, ou seja, o deslocamento do fluido não-molhante pelo fluido molhante, uma nova etapa é realizada de forma a injetar a fase aquosa no meio poroso para deslocar o óleo até atingir o regime permanente. Posteriormente o microscópio confocal é utilizado para fazer a aquisição das imagens, realizando o mapeamento da saturação dos fluidos no meio poroso. Ao final do experimento é possível analisar a distribuição e o tamanho dos gânglios de óleo e quantificar a saturação de óleo residual.

O valor numérico da vazão de injeção é escolhido de forma a obter um valor para o número de capilaridade desejado. Inicialmente adotou-se o valor de Ca como sendo, $Ca = 10^{-6}$, com o objetivo de se obter uma elevada saturação residual de óleo, logo após o alcance do regime permanente. Podendo posteriormente, aumentar a vazão de injeção ou utilizar de um método terciário de recuperação, e obter uma redução nessa alta saturação de óleo residual, que se tinha inicialmente.

Através do uso da Equação 9, tendo o valor do número de capilaridade que foi adotado, o valor da viscosidade dinâmica do fluido deslocante e da tensão interfacial entre as fases aquosa e oleosa, é possível encontrar a velocidade

superficial de injeção. Com tal valor, juntamente com a área da seção transversal do micromodelo, que é conhecida, encontra-se o valor da vazão de injeção do fluido molhante no processo de embebição, demonstrado pelas equações abaixo.

$$Ca = \frac{\mu v}{\sigma} \qquad Q = v \cdot A$$

$$v = 0,659 \times 10^{-6} m/s \qquad Q = 21,355 \mu L/h$$

A etapa seguinte consiste no aumento da vazão de injeção, para que se diminua a saturação de óleo residual. Tal injeção acontece até que a produção do fluido não-molhante cesse, encontrando um novo estado de regime permanente. Quando esse novo regime é alcançado, um escaneamento com o microscópio confocal é executado para a aquisição das imagens e o cálculo do volume de óleo que foi drenado do micromodelo.

Como o fluido deslocante, por si só, não é capaz de mobilizar o restante do óleo que permaneceu no micromodelo, uma nova etapa do processo acontece. Essa etapa consiste na injeção das suspensões de microcápsulas na mesma taxa de injeção da fase anterior, de forma que tais microcápsulas bloquearão os caminhos preferenciais que a solução aquosa realizou, divergindo o fluxo dessa fase para outras partes do micromodelo, o que promove maior drenagem de óleo. A injeção dessas microcápsulas acontece até que o fluido deslocado pare de ser drenado, alcançando assim um terceiro estado de regime permanente. O microscópio confocal é utilizado para uma nova aquisição de imagens de forma a fazer o escaneamento da amostra, com o mesmo objetivo da etapa anterior, o de calcular o volume de óleo que foi drenado, agora devido a injeção dessas microcápsulas.

Como o microscópio confocal é utilizado em todas as etapas do teste, é importante descrever as características do equipamento que foi utilizado. Portanto, as imagens dos testes são adquiridas por meio de um microscópio Leica DMi8 (Leica Microsystems Inc.), equipado com confocal modelo Leica TCS SP8 (Leica Microsystems Inc.), laser OPAL multilinha 488/552/638nm e lente objetiva HC PL APO CS, com magnificação de 10x, abertura numérica de 0,4 e distância de trabalho de 22mm. As pilhas de imagens 3D, consistem de 168 fatias de 512x512 pixels. A dimensão dos voxels, ou seja, a resolução nas direções x/y/z são de 1,137x1,137x2,407 μm^3 , respectivamente. O comprimento de onda do laser utilizado foi o de 488nm na potência de 1,5% e o de 552nm na potência 1%, visto que, a fluoresceína e a sulforodamina B são excitadas nesses dois comprimentos

de onda. Todos os dados foram salvos no formato de extensão LIF, próprio do software do microscópio, e convertidos para o formato TIFF.



Figura 31 - Microscópio Leica DMI8 & Confocal TCS SP8

3.7 Fundamentos do Processamento Digital de Imagens

Uma vez que diversas imagens digitais são adquiridas ao longo das etapas dos testes realizados nesta dissertação, por intermédio de técnicas de microscopia, se torna imprescindível a análise destas imagens, através da extração de atributos numéricos. Isso se torna viável por meio do processamento dessas imagens, processo que será descrito neste subcapítulo.

O processamento digital de imagens permite a modificação reversível, praticamente isenta de ruído, de uma imagem para a forma de uma matriz de números inteiros. Mesmo os algoritmos de processamento sendo extremamente poderosos, a maioria dos usuários aplica operações ao processamento sem preocupação com os princípios que estão por trás dessas manipulações. As imagens que resultam de uma manipulação descuidada podem ser severamente degradadas ou comprometidas em relação as que poderiam ser produzidas se toda versatilidade do software de processamento digital fosse utilizada corretamente (Young et al., 2009).

A microscopia óptica é um campo de rápido desenvolvimento que tem uma dependência ao avanço das técnicas de processamento digital de imagens, tanto para o equilíbrio estético das imagens, bem como para fins analíticos. Contudo, mesmo quando o microscópio está configurado corretamente, com desempenho otimizado, as imagens capturadas muitas das vezes podem apresentar fundos irregulares, ruído excessivo, aberrações, pouco contraste, regiões fora de foco, flutuações de intensidade e também podem sofrer com mudanças de cores e erros de equilíbrio de cores. Além disso, as imagens que aparecem perfeitamente nítidas, com excelente saturação de cor no microscópio, podem muitas das vezes ser afetadas pelo sensor que adquire tal imagem, produzindo *aliasing*, ruído da câmera, correção de gama inadequada, balanço de branco, contraste ruim e flutuações de brilho (Russ, 2016).

De acordo com Vieira & Paciornik (2001), geralmente o processamento de imagens digitais é dividido em três blocos distintos: a aquisição, o processamento digital de imagens (PDI) e a análise digital de imagens (ADI). A Figura 32 ilustra esses três blocos através de um fluxograma de trabalho, essa sequência padrão é uma generalização, sendo assim, esse fluxo de trabalho não é imutável. A aquisição engloba a formação da imagem e sua digitalização, o pré-processamento consiste fundamentalmente na etapa de preparação da imagem e a análise compreende as etapas de segmentação, pós-processamento, extração de atributos, reconhecimento e classificação da imagem.

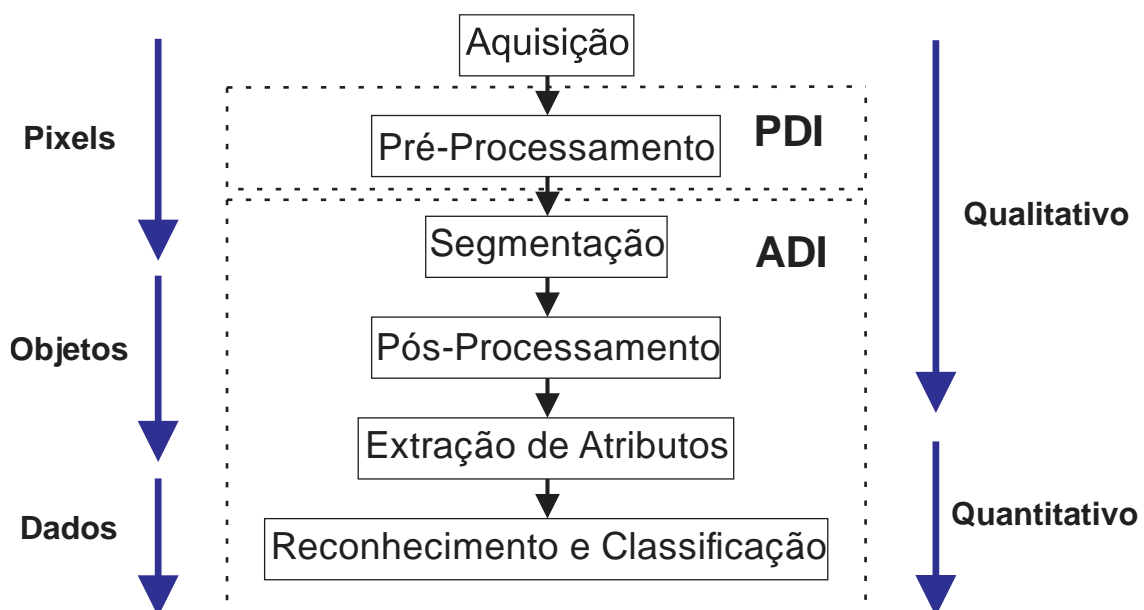


Figura 32 - Fluxograma tradicional do processamento digital de imagens

A aquisição da imagem tem origem a partir da utilização de três elementos básicos, o primeiro é um instrumento formador de imagem, o segundo é um dispositivo físico sensível à faixa de frequência de interesse do espectro de luz visível, e o terceiro é um digitalizador, para converter o sinal óptico em sinal elétrico digital (Russ, 2016).

O pré-processamento é a etapa em que se procura melhorar a imagem, corrigindo defeitos oriundos da aquisição, realçando os detalhes de interesse no estudo, de modo a simplificar sua visualização e segmentação (Weeks, 1996). O histograma da imagem digital é uma ferramenta bastante utilizada nesta etapa, pois fornece uma visão estatística sobre a distribuição das intensidades dos pixels dessa imagem, fornece também o contraste, que é o desvio padrão das intensidades desses pixels, e os níveis de brilho.

A segmentação é um procedimento que reproduz digitalmente o reconhecimento de regiões de uma imagem como objetos, ou seja, transforma a imagem em uma informação binária, para que o computador seja capaz de interpretar. Busca reproduzir um processo cognitivo extremamente sofisticado realizado pela visão humana. Existem na literatura diversos métodos distintos de segmentação, baseados em diferentes princípios, cada um voltado para um tipo de aplicação específica, ou seja, não existe um método genérico de segmentação que seja sempre o melhor (Otsu, 1979; Marr & Hildreth, 1980; Danielsson, 1980; Pun, 1981).

Muitas das vezes o resultado da segmentação não é adequado, sendo assim, necessária a etapa de pós-processamento, antes da extração de atributos da imagem digital. O pós-processamento visa aprimorar o resultado obtido na segmentação. Geralmente, tais procedimentos são realizados através de operações lógicas e de morfologia matemática, tais como erosão e dilatação.

A extração de atributos da imagem digital é a etapa responsável pela análise de seus objetos, com intuito de identificá-los e caracterizá-los. Por último há a etapa de reconhecimento e classificação, na qual são feitos os tratamentos dos dados quantitativos obtidos na etapa anterior, transformando a informação em conhecimento.

3.7.1 Processamento Digital de Imagens Tridimensionais

A visualização tridimensional tem se tornado cada vez mais acessível com o desenvolvimento contínuo da instrumentação na geração de dados de imagem 3D, com o advento de diferentes equipamentos de tomografia e também de microscópios confocais. O pixel, *picture element*, é a unidade de medida de brilho para uma imagem bidimensional, já o voxel, *volume element*, é a unidade de medida de brilho para imagens tridimensionais. Como o processamento e a análise de uma imagem em 2D é mais simples quando o pixel possui o formato de um quadrado, no caso do voxel, o formato cúbico é o preferido no processamento e na análise tridimensional, mesmo que nem sempre seja alcançado (Russ, 2016).

A maioria das ferramentas utilizadas para processamento de imagens bidimensionais, podem também ser aplicada em imagens tridimensionais com o mesmo propósito, como por exemplo as operações aritméticas.

A medição mais conhecida de uma região ou fase selecionada é a fração volumétrica. Assumindo que a região ou fase pode ser escolhida através da segmentação, também chamada de limiarização, então a fração volumétrica pode ser estimada pela contagem de voxels na fase e dividida pelo número total de voxels de um volume de referência definido. O resultado independe se o formato dos voxels é cúbico ou não, o mesmo resultado pode ser obtido pela contagem dos pixels em planos de imagem.

A segmentação, como citado anteriormente, é o processo central na análise de imagens. Ela permite dar um significado para uma imagem através da extração de objetos, que são na realidade não mais do que valores numéricos. A marcação dos pixels para um objeto numerado ou para um plano de fundo é a tarefa mais difícil da análise de imagens, uma vez que é preciso ensinar ao computador o que são objetos, ou seja, quais substâncias se deseja analisar.

Normalmente a segmentação de uma imagem ocorre por meio do uso da escolha de limiares, isso quando o objeto de interesse tem intensidades de pixels homogêneos e também se esses valores são significativamente diferentes do plano de fundo da imagem. No caso de se existir uma iluminação não homogênea na imagem, o processo de subtração do plano de fundo pode ser utilizado. A escolha de um limiar de intensidade para imagens 3D obedece às mesmas regras

que para imagens 2D, contudo o objeto de análise pode apresentar variação na direção Z.

Em alguns casos os objetos não são definidos de uma maneira satisfatória utilizando o limiar, então o usuário tem que desenhar em cada camada o contorno dos diferentes objetos. As técnicas semiautomáticas podem ajudar os usuários nessa situação, ou seja, automatizar a segmentação manual, onde um cálculo automático do *threshold* pode ser estimado para cada camada da pilha, individualmente.

As imagens tridimensionais adquiridas neste trabalho, que passaram pelo processo de tratamento até a quantificação, possuem formas e contornos variáveis ao longo do eixo Z e também apresentam uma variação na intensidade de fluorescência em todas as direções. Isso restringe a utilização das ferramentas de processamento bidimensionais. Os objetos de um dado plano da pilha de imagens se transformam em uma espécie de sombra para o plano posterior. Isso ocorre por possuírem o corpo esférico, comprometendo assim a segmentação dessa pilha de imagens através da utilização dos métodos tradicionais, visto que sendo uma sombra, o algoritmo de segmentação pode contá-la como objeto, ou não.

Esse fenômeno pode ser melhor observado na ilustração da Figura 33, onde as imagens demonstram diferentes fatias de um bloco de uma amostra de 512x512 pixels na direção Z. Esse bloco é constituído de uma pilha de imagens contendo cem fatias. É possível observar, por exemplo, que as esferas que estão no seu plano equatorial, ou seja, no seu maior diâmetro na primeira imagem, na imagem posterior se tornam sombras, como ilustram as esferas indicadas pelas setas vermelhas, comprometendo a quantificação do volume de fluoresceína.

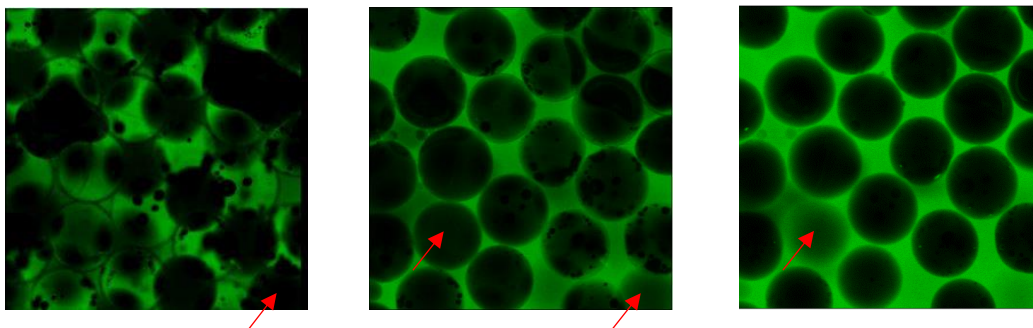


Figura 33 - Interferências no processamento digital de imagens 3D

3.7.2 Operações Morfológicas para Visualização dos Gânglios de Óleo

Em sequência, o processamento de imagens foi realizado para a avaliação da distribuição de tamanho dos gânglios de óleo presentes no dispositivo após as varreduras sequenciais realizadas pelo fluido deslocante.

Durante o processamento, algumas operações são fundamentais. A operação de subtração, por exemplo, possibilita a visualização da fase oleosa, por meio da distinção de tal fase das microesferas de vidro, as quais também não são detectadas pelo microscópio. Ocorre então, a subtração da imagem do espaço poroso, adquirida na fase de preparação do micromodelo, pelas imagens em que se deseja pixelar a fase oleosa.

Após essa etapa de processamento, ainda há a presença de ruídos. Portanto, para que estes ruídos sejam atenuados ou até eliminados, operações morfológicas básicas podem ser empregadas, como a erosão e a dilatação.

A erosão tem como objetivo eliminar objetos finos ou pequenos e reduzir a área dos objetos maiores, invertendo um pixel branco se sua vizinhança não possui pixels brancos suficientes para cobrir o elemento estruturante. A dilatação tem como objetivo eliminar buracos finos ou pequenos, unindo objetos, portanto os objetos terão sua área aumentada, isso através da inversão de um pixel preto se sua vizinhança não possuir pixels pretos suficientes para cobrir o elemento estruturante.

A partir da combinação dessas duas operações, uma nova operação é criada, chamada de Abertura, a qual tem como objetivo eliminar objetos muito pequenos e preservar a área de objetos maiores, fazendo N ciclos de erosão seguidos de N ciclos de dilatação. Por fim, é possível obter imagens pixeladas com o mínimo de ruído.

3.7.3 Metodologia de Análise e Softwares Adotados

O denso empacotamento de objetos em imagens tridimensionais pode causar problemas nos quais múltiplos objetos são detectados como aglomerados ao invés de objetos individuais. Métodos de segmentação baseados no *thresholding* global são malsucedidos para esses tipos de imagens que

geralmente apresentam uma baixa razão de sinal para ruído e baixo contraste no primeiro plano e no plano de fundo (Chinta & Wasser, 2012).

Contudo, extrair e quantificar sinais manualmente de grandes conjuntos de dados é uma tarefa parcialmente subjetiva e exaustiva. Portanto, esforços consideráveis têm sido feitos nos últimos anos com intuito de se desenvolver softwares automatizados para segmentação 3D de objetos (Chinta & Wasser, 2012; Rajasekaran et al., 2016; Toyoshima et al., 2016).

Tradicionalmente, isso é realizado através de uma análise manual assistida por computador, contando com reconhecimento de padrões humanos e gravação de dados computadorizada. Isso ocorre por meio do uso de ferramentas de softwares tais como Metamorph, Volocity, Neurolucida, ImageJ e Dragonfly, uma vez que um processo 100% automatizado está além do estado da arte atual.

Neste trabalho, a análise, a visualização e o processamento das imagens foram realizados por meio da utilização de dois pacotes de softwares gratuitos ou parcialmente gratuitos, o ImageJ e o Dragonfly. Um computador com Windows 10 Pro, equipado com processador Intel Core i7-5820K 3,3 GHz e memória RAM de 64GB foi utilizado para realizar tal função.

O software ImageJ foi escolhido por possuir alto desempenho e praticidade no pré-processamento e no processamento das imagens, visto que, também é um software gratuito e bastante difundido no mercado. Além disso, é um software de código aberto, o que permite o desenvolvimento de diversos *plug-ins*, com diferentes aplicações, por pessoas de todo o mundo. Entretanto, a visualização e quantificação de imagens tridimensionais deste software não é eficiente, ou seja, não é robusta o bastante para processar as imagens deste trabalho. Portanto, um segundo software, parcialmente gratuito, chamado Dragonfly foi escolhido para realizar tais tarefas. Um ponto importante de se ressaltar é que as ferramentas necessárias para a visualização e quantificação das imagens tridimensionais, estão contidas na parte gratuita deste software, sendo esse um dos grandes motivos pela sua escolha.

O fluxograma da Figura 34 ilustra as etapas utilizadas no processamento das imagens adquiridas neste trabalho, incluindo a divisão de tarefas que cada software irá realizar, seja de forma qualitativa ou quantitativa.

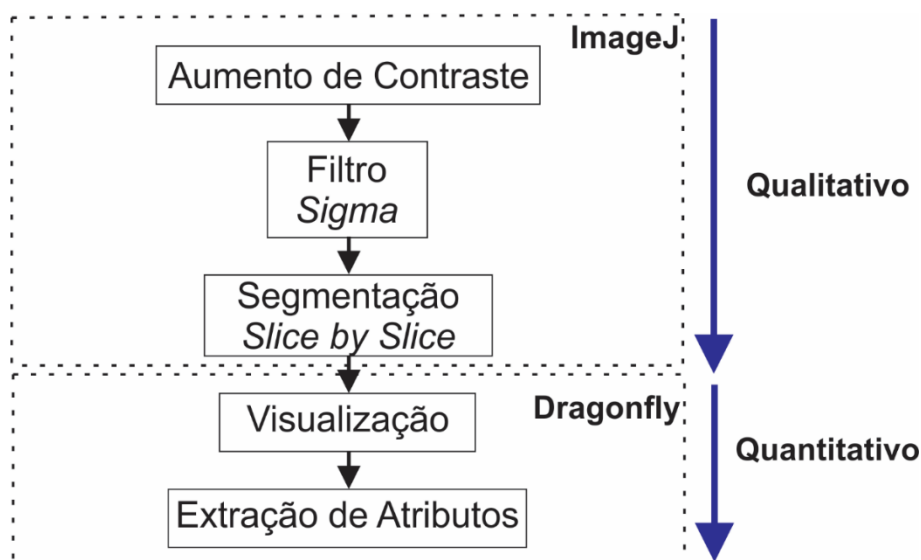


Figura 34 - Fluxograma de processamento adotado neste trabalho

Nota-se que o processamento das imagens digitais deste trabalho irá percorrer diversas etapas, com objetivo de se obter a melhor qualidade possível. Esse procedimento se inicia com o aumento de contraste, que é utilizado para amenizar a variação de intensidade de sinal que as imagens possuem ao longo do eixo Z. Normalmente o ajuste do contraste não é realizado quando se utiliza segmentação automática, que será o método de limiarização adotado neste trabalho. Entretanto, devido à complexidade das imagens adquiridas esse ajuste será realizado da mesma forma.

A mudança na variação de intensidade dos pixels pode ser observada nos histogramas da Figura 35 e na Figura 36, que ilustra diferentes fatias de uma determinada amostra, com sua imagem original adquirida do lado esquerdo e do lado direito a imagem processada, ou seja, com contraste aumentado.

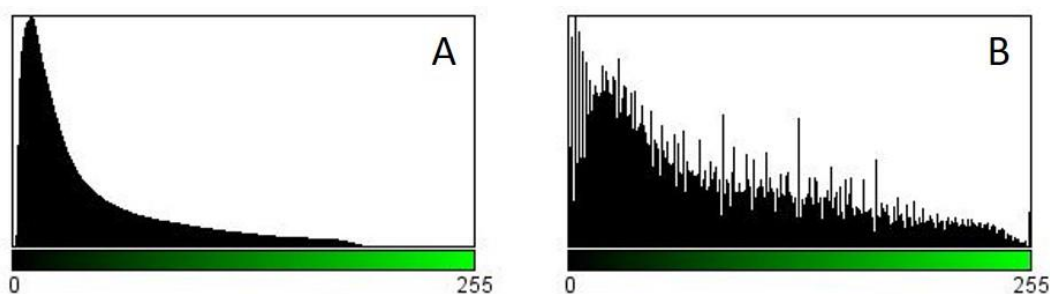
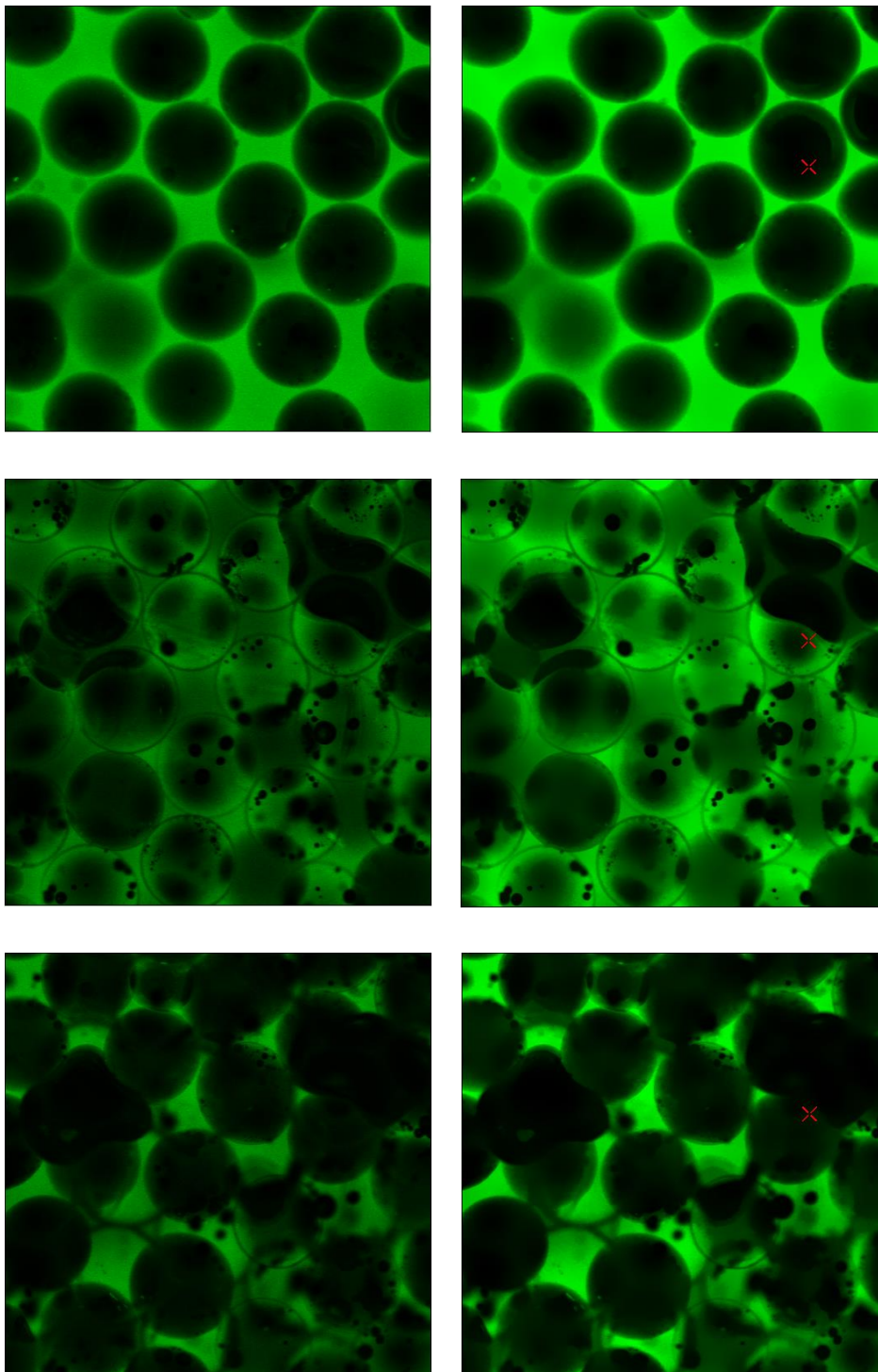


Figura 35 - Diferença nos histogramas devido ao aumento de contraste

O histograma A, que representa a imagem original, possui um pico de pixels concentrado, enquanto que o histograma B ilustra uma melhor distribuição na intensidade de pixels da amostra, ou seja, um melhor equilíbrio na intensidade

da imagem. Fica claro também, com as imagens da Figura 36, o resultado dessa etapa do processamento, na qual as imagens localizadas na parte da direita, possuem uma intensidade nos pixels maior e mais equilibrada.



Originais

Processadas

Figura 36 - Pré-processamento (aumento de contraste)

É possível notar, a partir do histograma que há além do aumento do contraste, um aumento no ruído associado a imagem. Por isso, a segunda etapa do fluxograma consiste na utilização de um filtro, que tem a tarefa de amenizar ou retirar os ruídos das imagens. O filtro utilizado foi o *Sigma*, ele fornece uma média seletiva. Diferentemente dos filtros de média padrão, ele preserva melhor as bordas da imagem e é menos sensível aos valores atípicos.

A segmentação tem como objetivo transformar a imagem adquirida em uma imagem binária e foi descrita em detalhes nos subcapítulos anteriores. As imagens das Figuras 37,38 e 39 ilustram três fatias de uma mesma pilha de imagens, respectivamente. Cada uma com três resultados, provenientes de diferentes processos de segmentações e com objetivo de analisar a eficiência de cada um deles, para posteriormente escolher o que apresente o melhor resultado para nossa aplicação.

O primeiro processo apresenta o resultado da aplicação de um *threshold* fixo com o método *ImageJ IsoData* de segmentação, ou seja, o mesmo para todas as camadas da pilha de imagens. O segundo processo ilustra a aplicação de um *threshold* automático com o método *ImageJ IsoData*, camada por camada sem as etapas de pré-processamento. Por último, o terceiro processo demonstra a aplicação de um *threshold* automático com o método *ImageJ IsoData*, camada por camada após a aplicação das etapas de pré-processamento.

Ao final desta análise, foi possível notar que o terceiro processo, que realiza as etapas de pré-processamento e logo em seguida aplica a segmentação de forma automatizada, camada por camada, apresentou os melhores resultados para a nossa aplicação. Essa conclusão é ilustrada de forma qualitativa nas Figuras 37, 38 e 39.

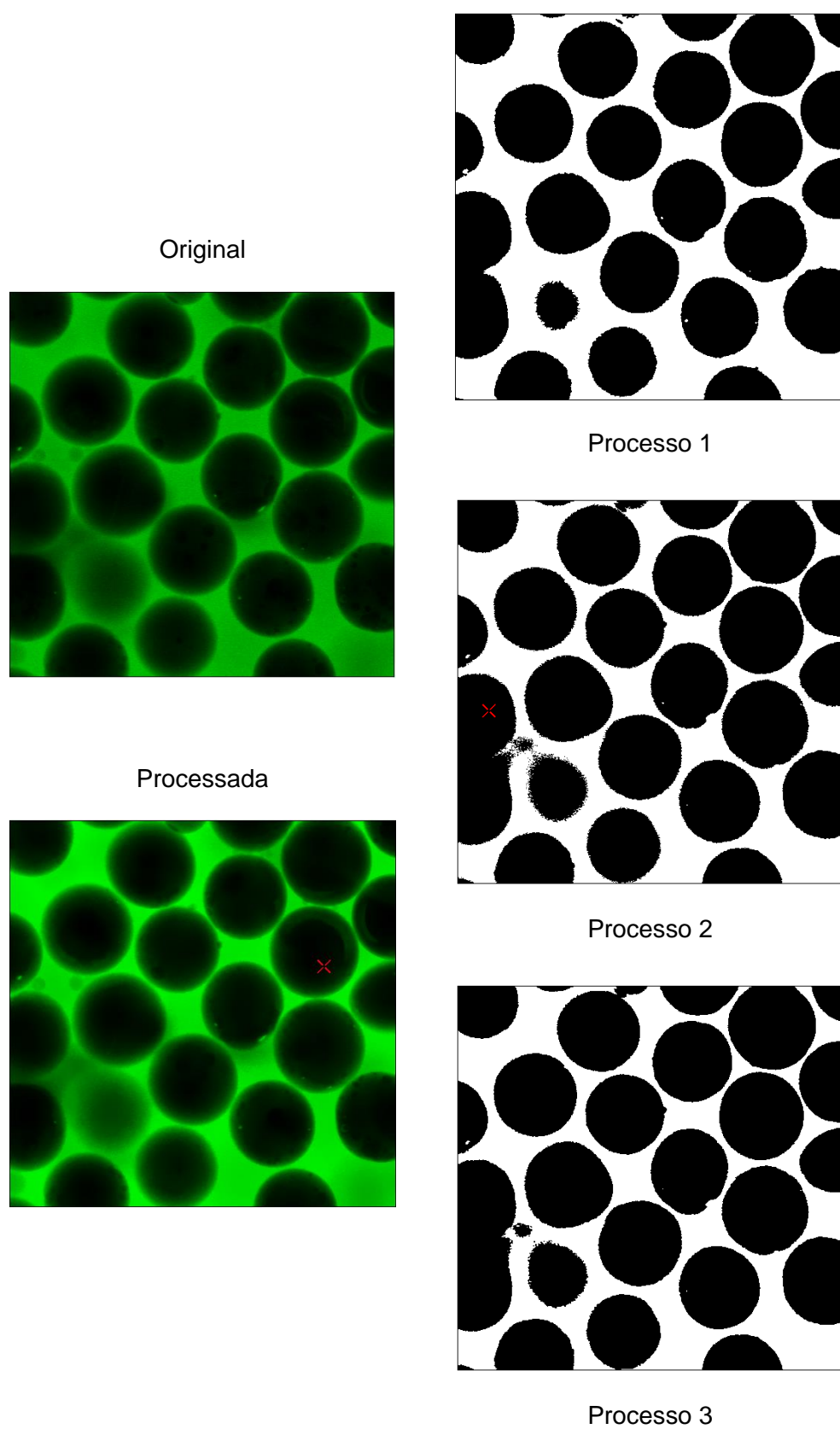
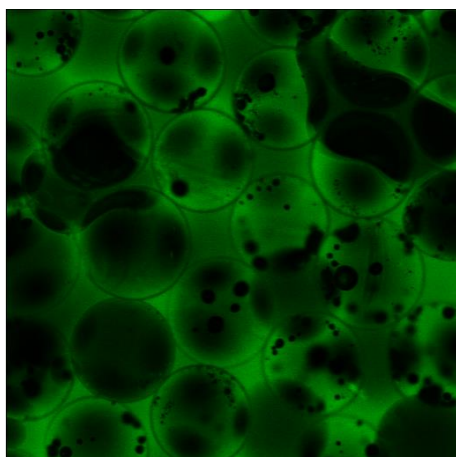
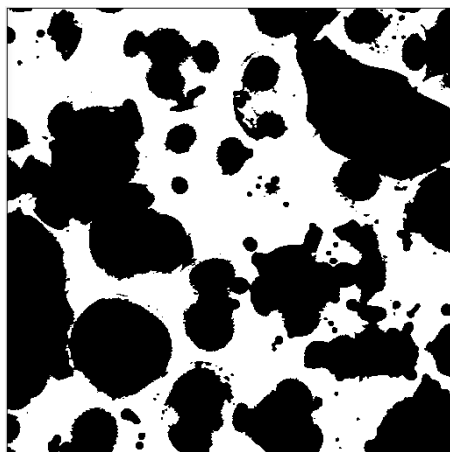


Figura 37 - Aplicação de diferentes processos de segmentação (Fatia 37)

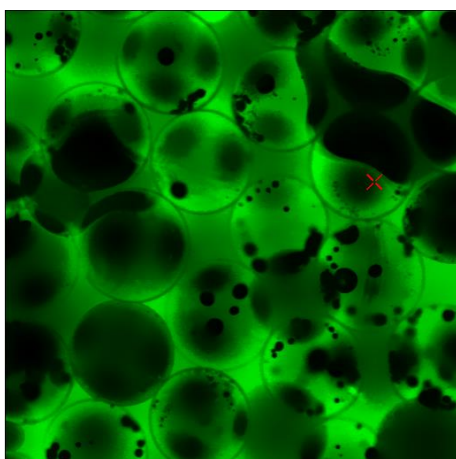
Original



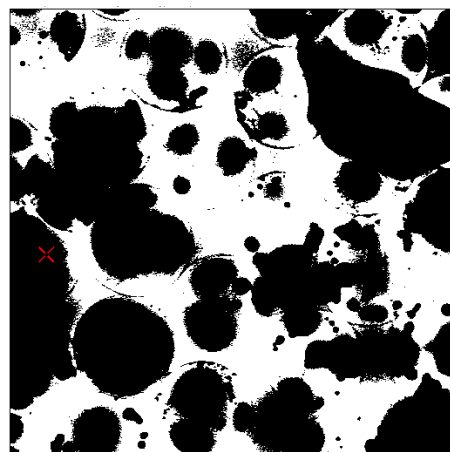
Processo 1



Processada



Processo 2



Processo 3

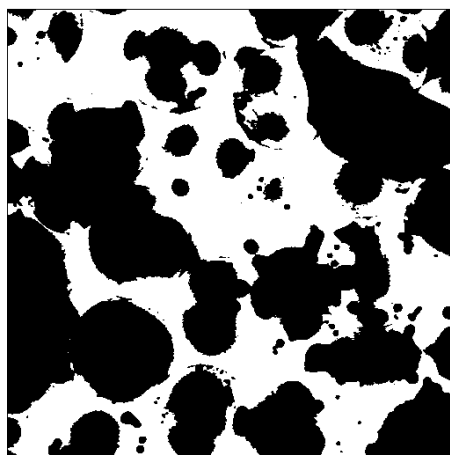
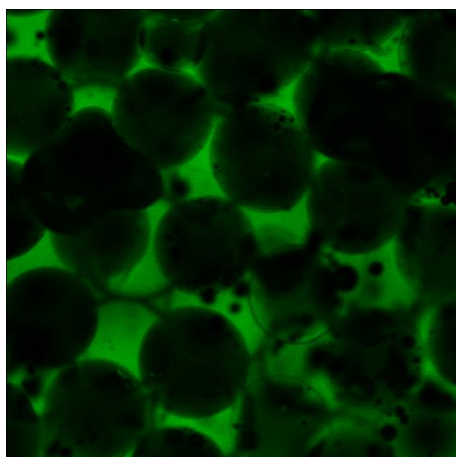
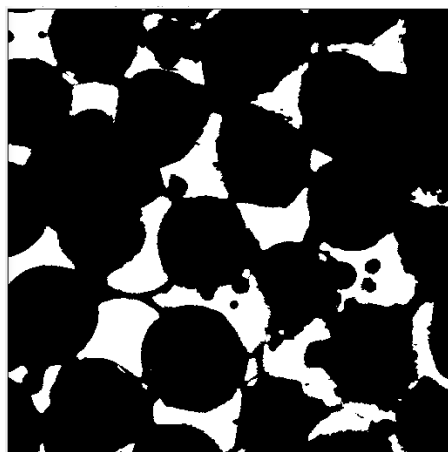


Figura 38 - Aplicação de diferentes processos de segmentação (Fatia 53)

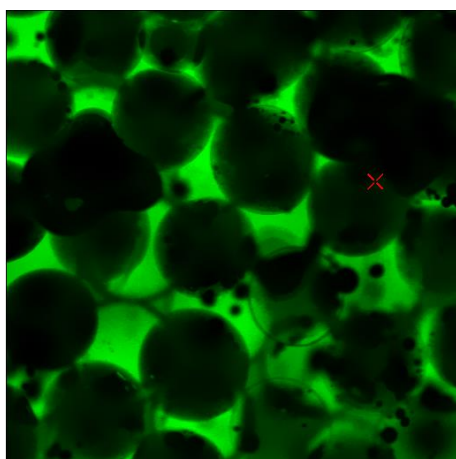
Original



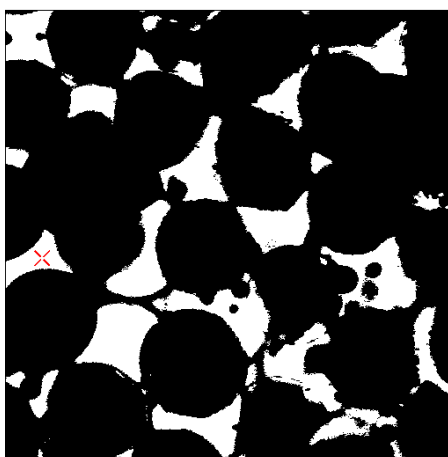
Processo 1



Processada



Processo 2



Processo 3

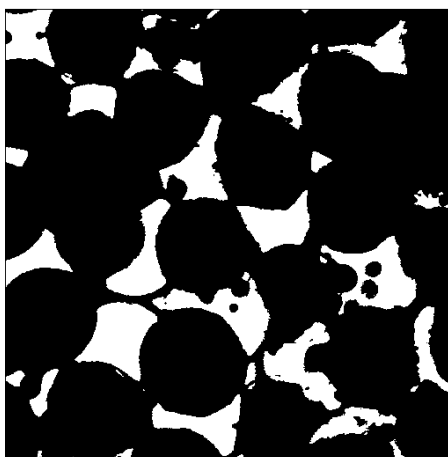


Figura 39 - Aplicação de diferentes processos de segmentação (Fatia 72)

Definido o processo de segmentação, a etapa seguinte é a decisão do método matemático, ou seja, do algoritmo de segmentação. O ImageJ oferece dezesseis métodos matemáticos, pré-instalados, cada um com uma forma específica de segmentar a imagem. Portanto, uma metodologia foi desenvolvida de forma a verificar qual desses métodos seria o mais indicado para a aplicação nas imagens deste trabalho.

A metodologia de análise foi elaborada utilizando-se um valor de referência já previamente calculado nas propriedades do micromodelo, a porosidade efetiva. A porosidade efetiva média calculada para o CHIP A foi de $\Phi_{CHIP A} = 42,82\%$, o qual foi totalmente preenchido com a fase aquosa, e um pequeno volume deste micromodelo foi mapeado por meio da utilização do microscópio confocal, como ilustra a Figura 40.

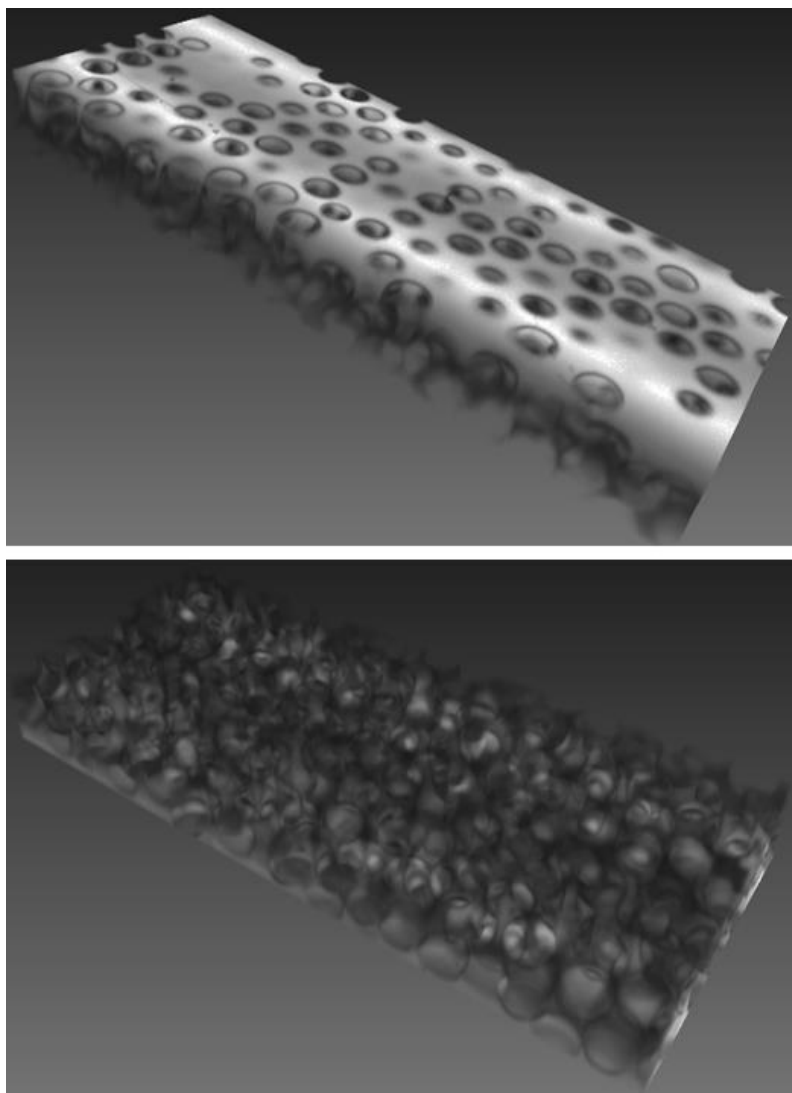
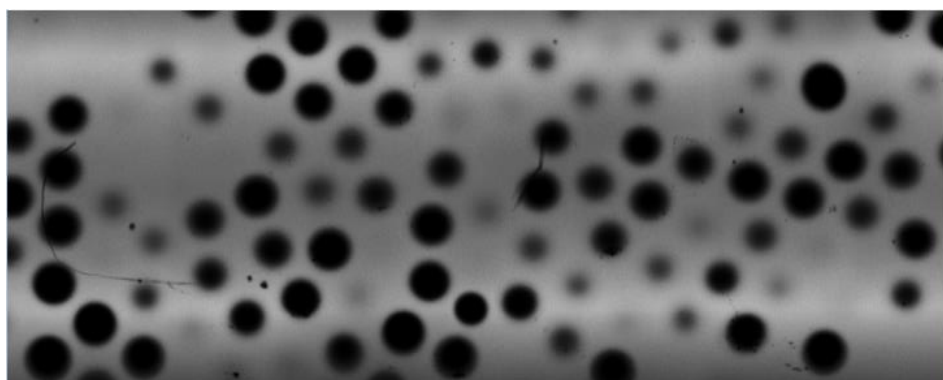
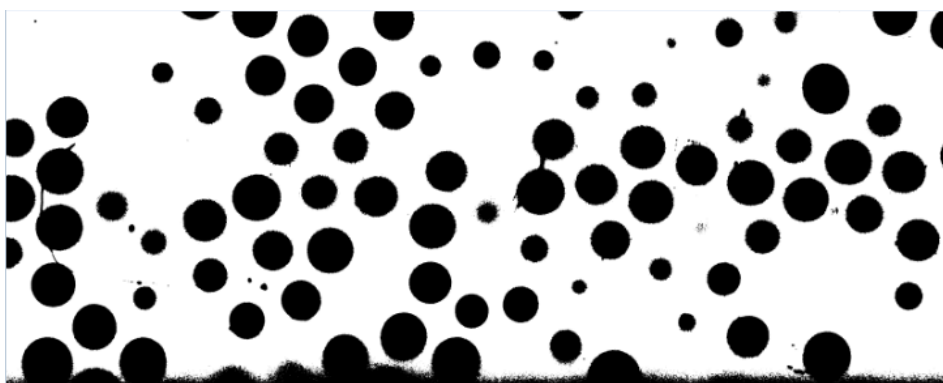


Figura 40 - Volume de análise selecionado do CHIP A

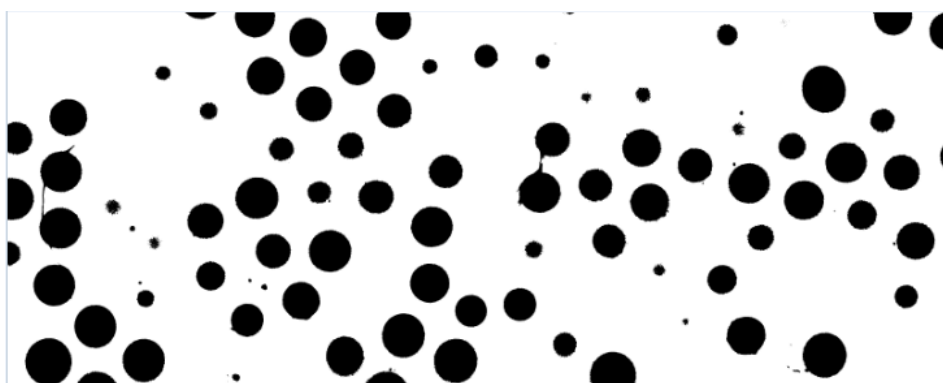
Como a porosidade efetiva representa os espaços vazios interconectados de um meio poroso, o volume de análise deve apresentar 42,82% de seu volume total como sendo a fase aquosa. Portanto, para se verificar qual dos métodos matemáticos de segmentação automática seria escolhido, esse volume foi pré-processado e segmentado utilizando-se todos os métodos disponíveis. As imagens da Figura 41 ilustram os resultados da segmentação da primeira fatia do volume de análise, de alguns dos métodos disponíveis, dos quais os resultados mais se aproximaram da porosidade efetiva previamente calculada.



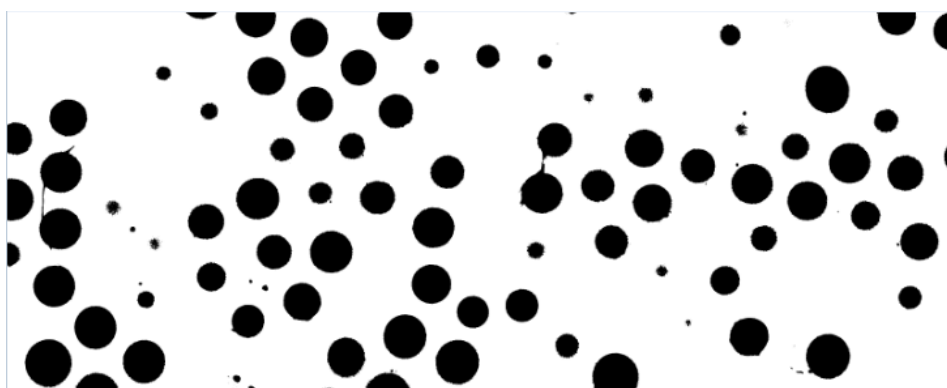
Original



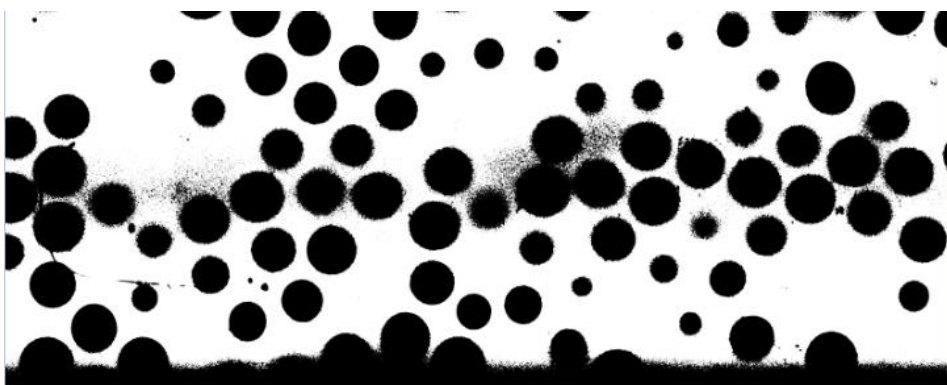
ImageJ IsoData



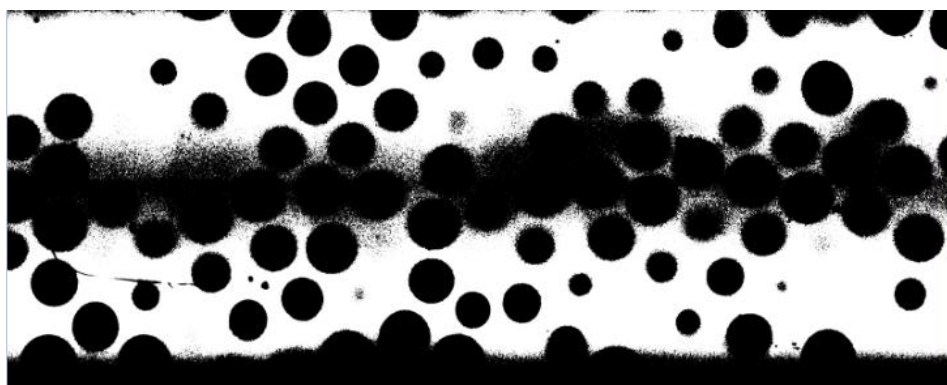
Huang



Li



Mean



Percentile

Figura 41 - Resultado dos diferentes métodos de segmentação

Os métodos de Huang e Li demonstram resultados similares, como é possível observar nas imagens acima. A Tabela 4 apresenta os resultados numéricos do cálculo do volume da fase aquosa para cada um dos métodos ilustrados nas imagens anteriores.

Tabela 4 - Resultado numérico de diferentes métodos de segmentação

Porosidade Efetiva Média (Referência)	42,82%
ImageJ IsoData	28,79%
Huang	45,07%
Li	42,49%
Mean	38,35%
Percentile	50,01%

Como o método de Li foi o que mais se aproximou do valor da porosidade efetiva média calculada, que é o valor de referência, tal método foi o escolhido para segmentar as imagens deste trabalho. O método de Li é introduzido por Li & Lee em 1993, tal método é baseado na seleção do *threshold* que minimiza a entropia cruzada entre a imagem segmentada e a imagem original (Li & Lee, 1993; Li & Tam, 1998).

4 Resultados e Discussões

Este capítulo apresenta os resultados desta dissertação, que estão organizados em duas seções distintas. A primeira seção expõe os resultados dos testes da variação gradual do número de capilaridade, resultando em diferentes taxas de injeção da fase aquosa nos micromodelos, de forma a analisar a saturação de óleo residual e a distribuição dos gânglios de óleo. Essa seção tem como principal objetivo a validação, tanto do procedimento experimental adotado, quanto do fluxograma escolhido para o processamento das imagens, uma vez que os resultados apresentados nesta seção podem ser comparados com diversos resultados consolidados na literatura.

A segunda seção evidencia os resultados dos testes da injeção das suspensões de microcápsulas que agem como agente de controle de mobilidade do fluido deslocante. Os testes são divididos em duas partes, em cada uma delas utiliza-se uma proporção diferente de polímero e agente reticulante na fabricação dessas microcápsulas, ou seja, elas têm suas características mecânicas alteradas, de forma a analisar a mudança na saturação de óleo residual devido a essas alterações. Utiliza-se o mesmo procedimento experimental da etapa anterior, bem como o mesmo fluxograma de processamento de imagens.

4.1 Variação Gradual da Vazão de Injeção do Fluido Deslocante

Foram realizados uma série de testes utilizando diferentes CHIP's. Todos foram preparados seguindo o passo-a-passo descrito no subcapítulo 3.1. A taxa de injeção inicial da fase aquosa foi calculada adotando o número de capilaridade igual a 10^{-6} , que é de $Q = 21,355 \mu L/h$. A partir deste valor, os valores seguintes foram encontrados multiplicando-se o anterior por cinco. Foram realizadas cinco etapas, cada uma com sua respectiva taxa de injeção, e a Tabela 5 apresenta tais valores relacionados com o número de capilaridade.

Tabela 5 - Número de Capilaridade x Taxa de Injeção

Número de Capilaridade	Taxa de Injeção
10^{-6}	$Q = 21,355 \mu\text{L}/h$
5×10^{-6}	$Q = 106,755 \mu\text{L}/h$
25×10^{-6}	$Q = 533,775 \mu\text{L}/h$
125×10^{-6}	$Q = 2,67 \text{ mL}/h$
625×10^{-6}	$Q = 13,35 \text{ mL}/h$

Preparando o micromodelo de acordo com os passos apresentados na seção 3.6, que descreve o procedimento experimental, o dispositivo fica pronto para a execução dos testes. O fluido deslocante é então injetado no interior do micromodelo até que o regime permanente seja alcançado, ou seja, a produção do fluido deslocado cesse. Após a realização de cada etapa, o microscópio confocal é utilizado para fazer a aquisição de imagens, ou seja, o mapeamento do CHIP. São adquiridas sete imagens tridimensionais, no total, onde cinco são para as diferentes taxas de injeção do fluido deslocante, uma para o CHIP saturado de óleo e uma para o CHIP saturado da fase aquosa. Essa última etapa citada tem o intuito de mapear a estrutura porosa do micromodelo, visto que apenas esta fase possui fluoróforo, ou seja, as microesferas de vidro e a fase oleosa não são detectadas pelo microscópio confocal.

A Figura 42 ilustra de forma tridimensional os resultados dos testes realizados nos CHIP's A e D. A imagem I representa a estrutura porosa, a II representa o micromodelo saturado de óleo, a III representa a taxa de injeção de $Q = 21,355 \mu\text{L}/h$, a IV representa a taxa de injeção de $Q = 106,755 \mu\text{L}/h$, a V representa a taxa de injeção de $Q = 533,775 \mu\text{L}/h$, a VI representa a taxa de injeção de $Q = 2,67 \text{ mL}/h$ e por último a VII representa a taxa de injeção de $Q = 13,35 \text{ mL}/h$.

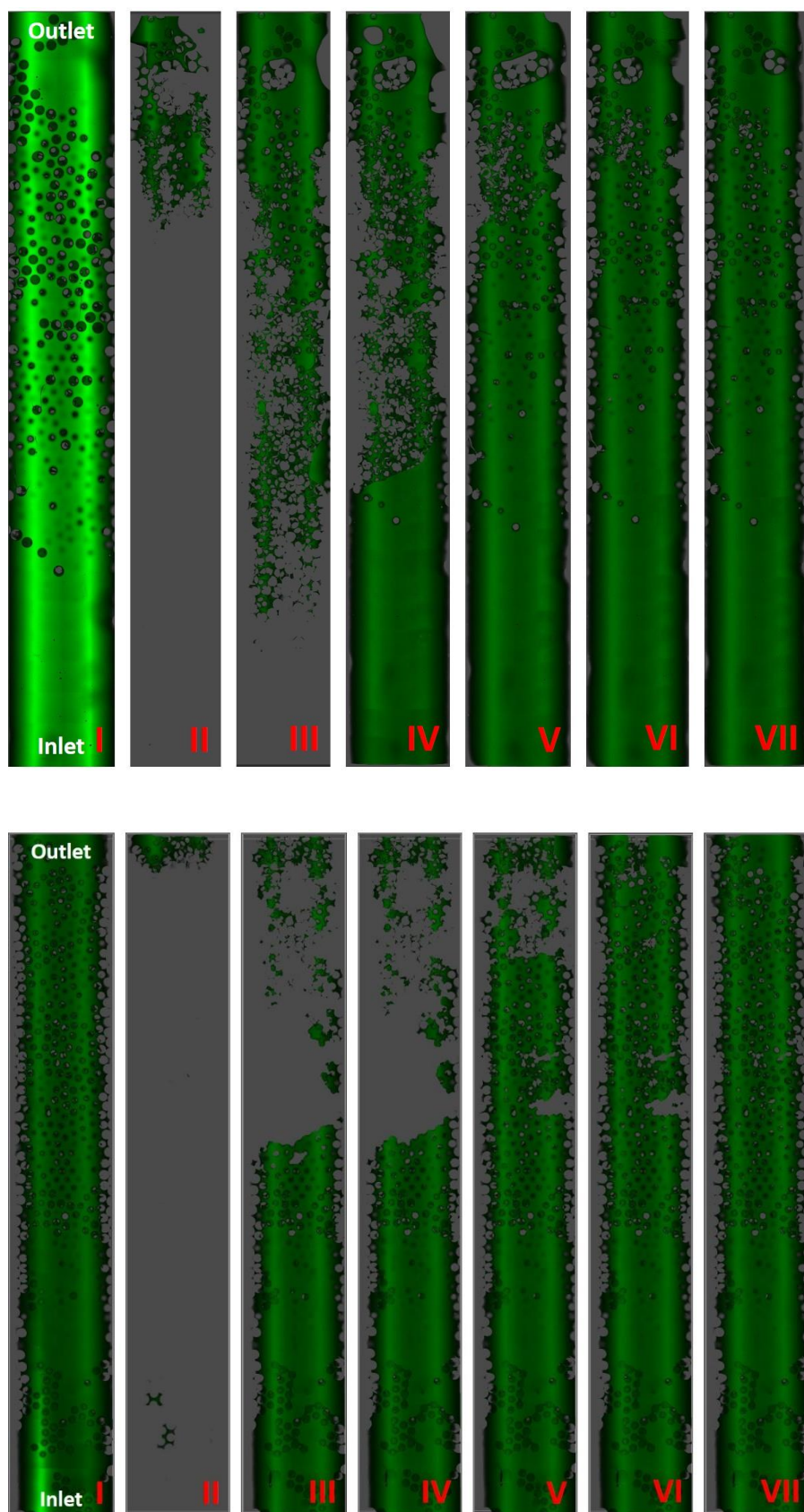


Figura 42 - Diferentes etapas do teste nos CHIP's A e D

Como as imagens adquiridas possuem uma quantidade de dados muito grande, isso resulta em um tempo de processamento muito elevado. Portanto, para viabilizar tal processamento, um volume de análise foi escolhido, volume esse que não compreende o volume de toda a imagem adquirida. Outro motivo para a escolha desse volume de análise, se dá pelo fato de que fazendo a análise deste volume que não compreende toda a imagem, os efeitos de borda provenientes das técnicas de microscopia durante aquisição de imagens, são eliminados.

Dois critérios foram adotados para a escolha deste volume de análise, sendo o primeiro deles com maior peso. O primeiro critério consiste em adotar um volume que compreenda de fato as maiores alterações na saturação de óleo, levando em consideração todas as etapas de injeção do fluido deslocante. O segundo critério baseia-se em adotar um volume de análise que elimine os espaços onde não se tenha microesferas de vidro, ou seja, como o empacotamento das microesferas forma uma figura geométrica que se aproxima de um trapézio, a área adotada seria o retângulo que compõe esse trapézio, sendo assim, teríamos microesferas de vidro em todo o volume analisado.

As ilustrações da Figura 43 apresentam o volume de análise escolhido para os testes nos CHIP's A e D, juntamente com as imagens segmentadas de todas as etapas, pertinentes ao volume de análise selecionado. Todas as imagens apresentadas são referentes a primeira camada da pilha, ou seja, bidimensionais.

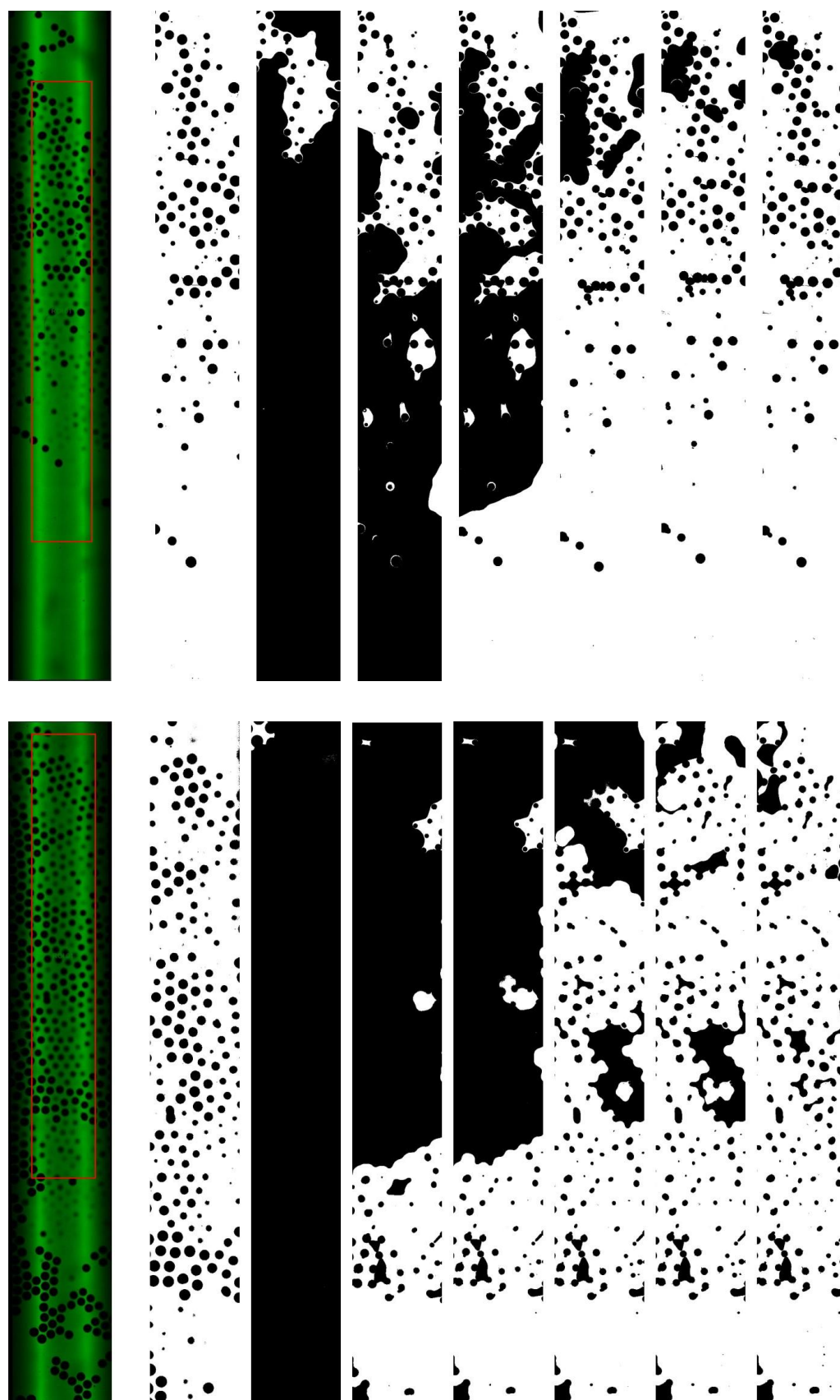


Figura 43 - Volume de análise e segmentação das etapas do teste

A segmentação das imagens torna possível a extração de atributos numéricos dos testes apresentados acima. Com os valores das saturações da fase aquosa para cada uma das etapas, viabiliza-se o cálculo da saturação de óleo residual, e tais valores são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Resultado dos testes de variação gradual da vazão de injeção

CHIP A	Etapas do Teste	Volume Total (mm ³)	Volume Fase Aquosa (mm ³)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	4,85	2,36	48,75	0
	Saturação de Óleo		0,36	7,35	84,923
	$Q = 21,355 \mu\text{L}/h$		1,24	25,53	47,631
	$Q = 106,755 \mu\text{L}/h$		1,72	35,54	27,097
	$Q = 533,775 \mu\text{L}/h$		2,14	44,20	9,333
	$Q = 2,67 \text{ mL}/h$		2,24	46,23	5,169
	$Q = 13,35 \text{ mL}/h$		2,27	46,77	4,062
CHIP D	Etapas do Teste	Volume Total (mm ³)	Volume Fase Aquosa (mm ³)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	4,15	1,85	44,48	0
	Saturação de Óleo		0,09	2,07	95,346
	$Q = 21,355 \mu\text{L}/h$		0,80	19,33	56,542
	$Q = 106,755 \mu\text{L}/h$		0,87	21,05	52,675
	$Q = 533,775 \mu\text{L}/h$		1,48	35,52	20,144
	$Q = 2,67 \text{ mL}/h$		1,69	40,72	8,453
	$Q = 13,35 \text{ mL}/h$		1,80	43,29	2,675

Esse mesmo procedimento foi realizado em mais quatro CHIP's distintos, de forma a avaliar a diferença na dinâmica do escoamento em cada um deles, também foi realizado o mesmo teste três vezes no mesmo CHIP, com intuito de avaliar se haveria alguma diferença no escoamento dos fluidos e na saturação de óleo residual. A Tabela 7 apresenta as propriedades físicas de todos os CHIP's deste trabalho.

Tabela 7 - Propriedades físicas dos CHIP's

CHIP's	A	C	D	E	F	G
Porosidade (%)	42,82	44,55	43,56	42,99	41,91	43,31
Permeabilidade (D)	12,63	13,59	14,76	15,92	14,66	13,71

A Figura 44 apresenta a curva de dessaturação capilar de todos os testes realizados, curva essa que relaciona a saturação de óleo residual com o número de capilaridade de cada etapa dos testes. A Figura 45 ilustra a curva de dessaturação capilar apenas dos três testes realizados no CHIP C.

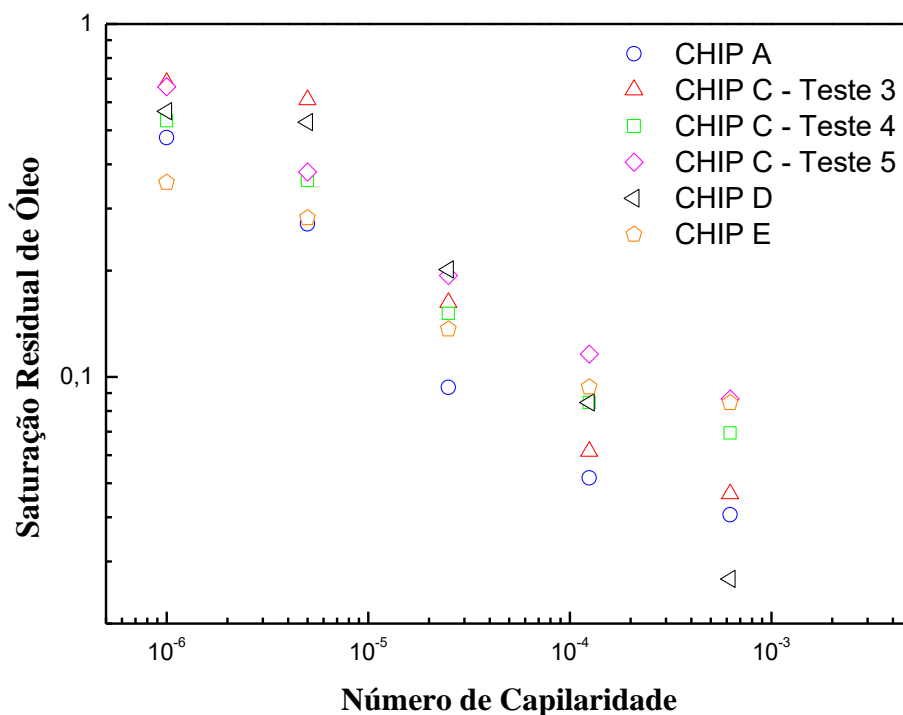


Figura 44 - Curva de dessaturação capilar

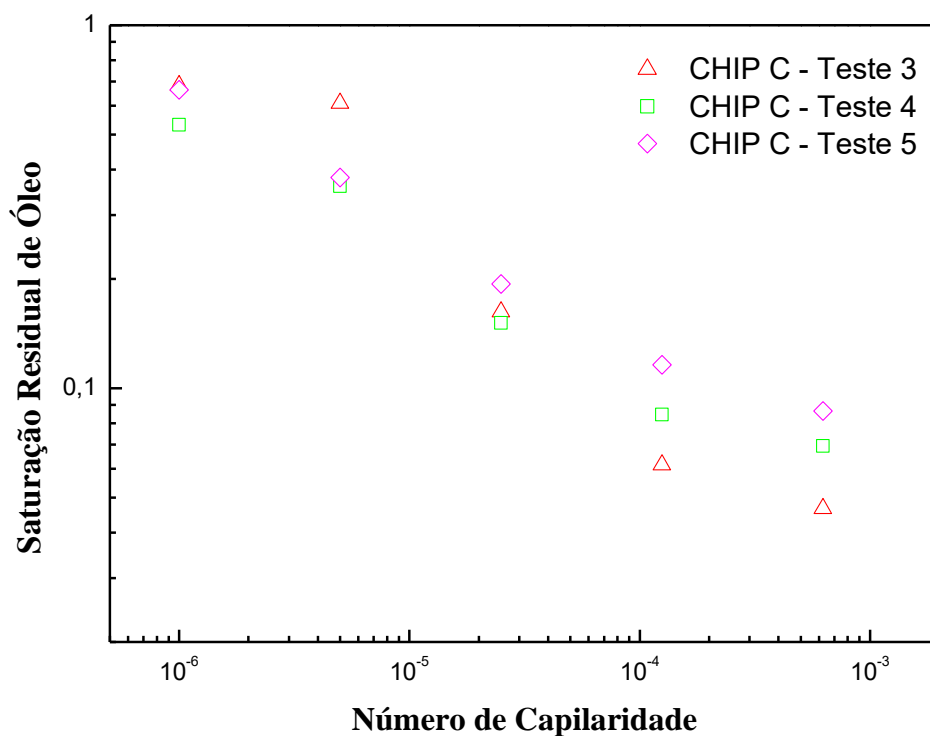


Figura 45 - Curva de dessaturação capilar do CHIP C para testes distintos

Os resultados apresentados até aqui neste subcapítulo demonstram que como esperado e reportado em diversos trabalhos na literatura (Payatakes, 1982; Melrose & Brandner, 1974; Guillen et al., 2012), aumentando-se o número de capilaridade, a saturação residual de óleo diminui. Outra análise importante é o fato de que os micromodelos apresentam comportamento semelhante entre si no que se refere a dinâmica dos fluidos, isso dentro de uma faixa de erro aceitável, mesmo com a diferença geométrica do empacotamento das microesferas de vidro e a pequena diferença entre suas propriedades físicas, tais como porosidade e permeabilidade.

Uma característica importante de se mencionar é o fato de que a tecnologia aplicada para visualização do escoamento na escala de poro deste trabalho está no estado da arte. O micromodelo possui 3000 μm de altura na sua parte interna, nos quais há o empacotamento das esferas, e foi possível alcançar 400 μm na direção Z, um valor superior aos alcançados por trabalhos similares (Stroock et al., 2002; Krummel et al., 2013; Datta et al., 2014; Wertheim et al., 2017). Portanto, a física do problema, ou seja, a dinâmica do escoamento pode acontecer em uma parte do micromodelo em que não seja possível visualizar. Levando esse fato em consideração, os resultados alcançados foram satisfatórios, pois em todos os testes foi possível analisar tal dinâmica.

Outro dado importante que pode ser extraído desses experimentos é a variação do volume e da quantidade de gânglios de óleo de acordo com a variação do número de capilaridade. Isso é possível a partir do processamento das imagens adquiridas nos testes. Uma vez que as imagens captadas apresentam pixels apenas na fase aquosa, uma operação aritmética se faz necessária para se obter a imagem pixelada da fase oleosa.

Fazendo a subtração da imagem do espaço poroso pelas imagens de injeção da fase aquosa, o resultado obtido é a imagem pixelada da saturação final de óleo, sendo assim possível quantificar através do software Dragonfly a quantidade de gânglios de óleo e seus respectivos volumes. A Figura 46 ilustra o resultado da operação aritmética de uma das camadas do teste no CHIP C, onde a Figura I representa o espaço poroso, a Figura II representa a saturação de óleo residual na vazão $Q = 21,355 \mu\text{L}/h$ depois de se alcançar o regime permanente. Fica evidente a não separação da fase oleosa com as microesferas de vidro, e por último o resultado da subtração da Figura I pela Figura II, que torna a fase oleosa pixelada e distinta das microesferas de vidro.

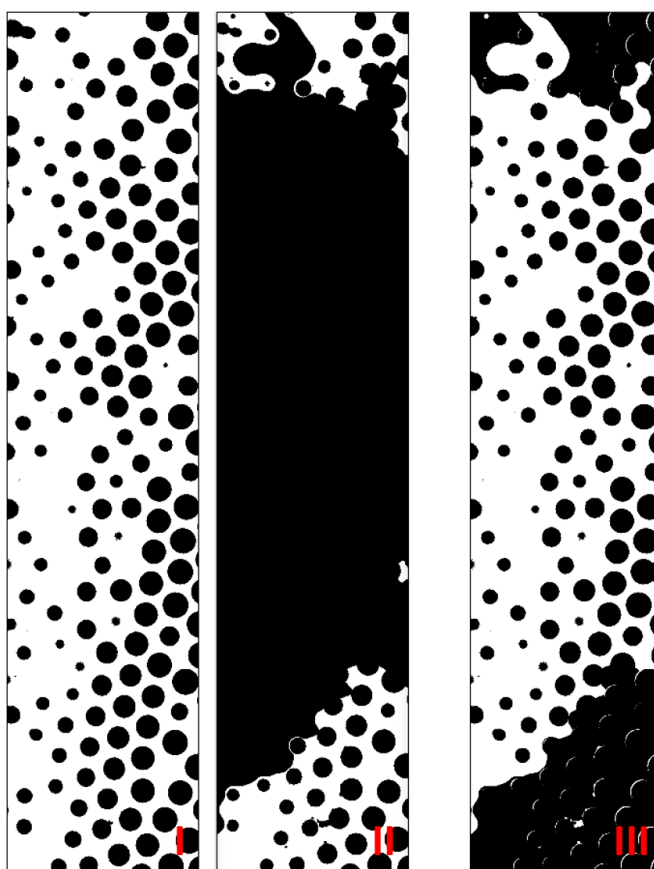


Figura 46 - Operação de subtração de imagens

Como foi citado no subcapítulo 3.7.2, mesmo realizando a operação de subtração nas imagens já previamente processadas, a presença de ruídos é inevitável. Portanto a operação de abertura foi aplicada nas imagens que resultaram da operação de subtração, a Figura 47 mostra o resultado da operação aplicada em uma das camadas do teste no CHIP C, na qual é possível perceber a grande atenuação do ruído presente na imagem original.

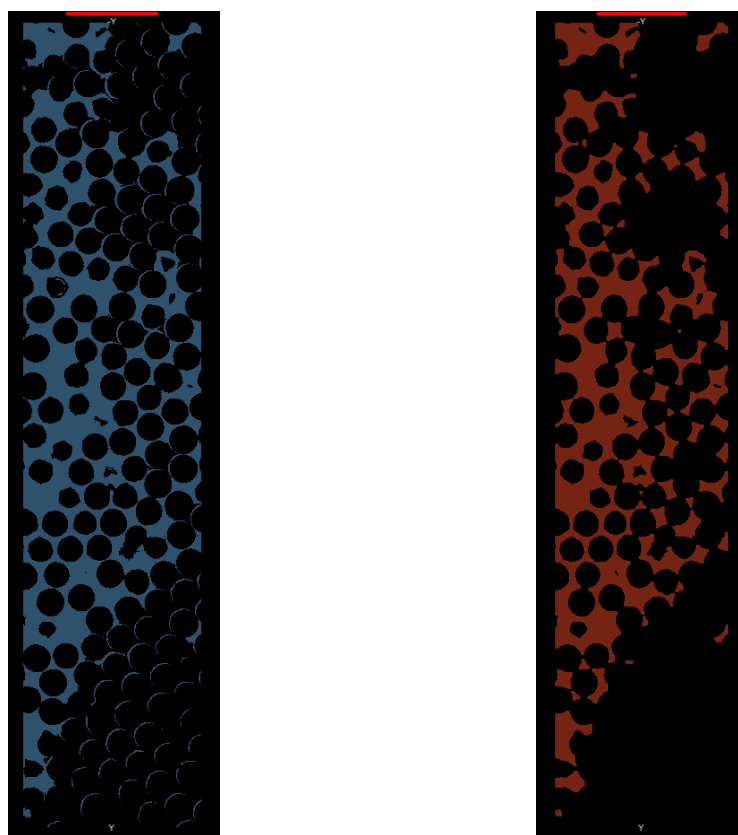


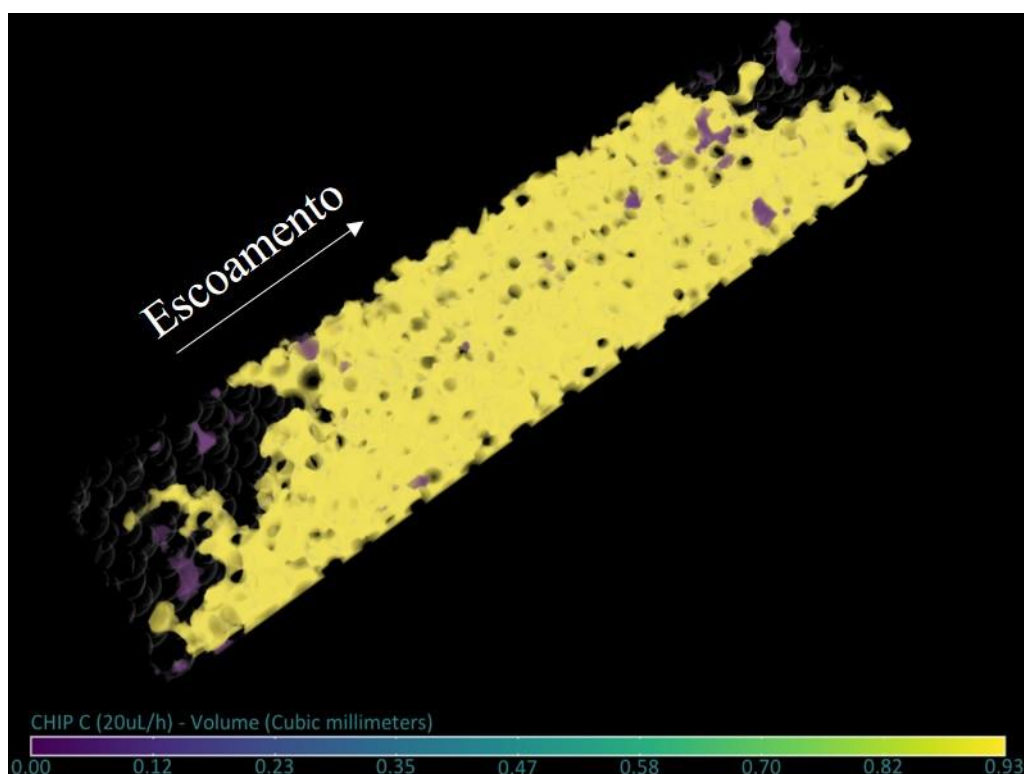
Imagem com ruído

Imagem com ruído atenuado

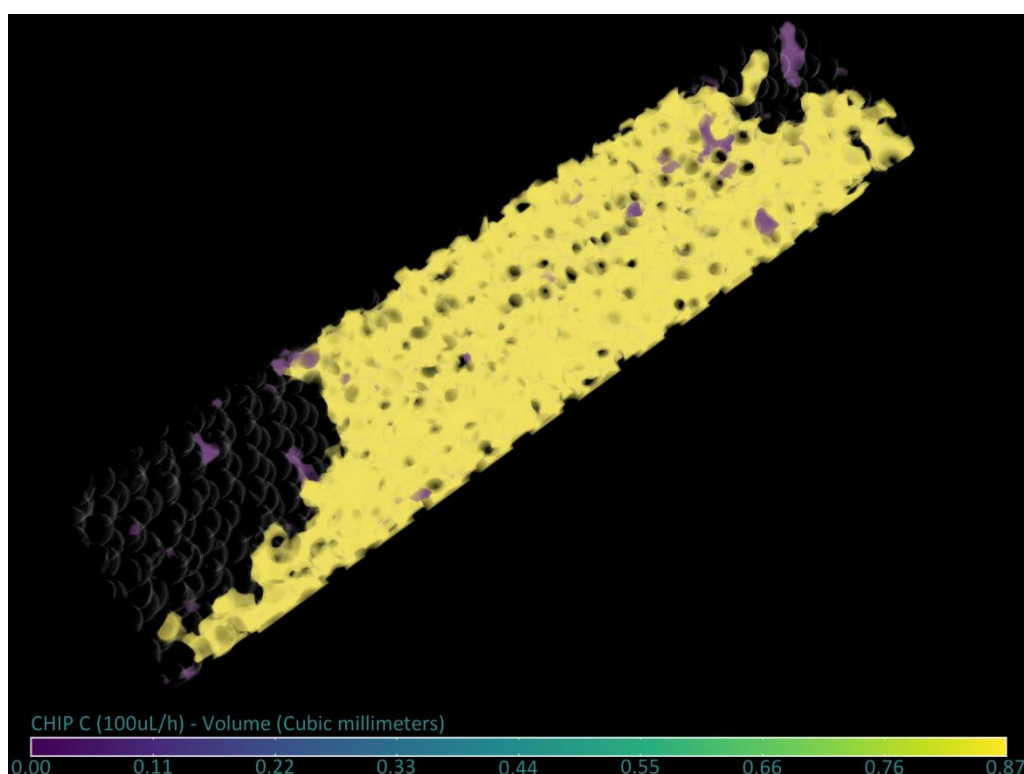
Figura 47 - Resultado da operação de Abertura

Com o software Dragonfly os gânglios de óleo residual são processados e quantificados, tanto em relação a sua quantidade quanto em seu volume, para cada um dos testes realizados nos diferentes CHIP's.

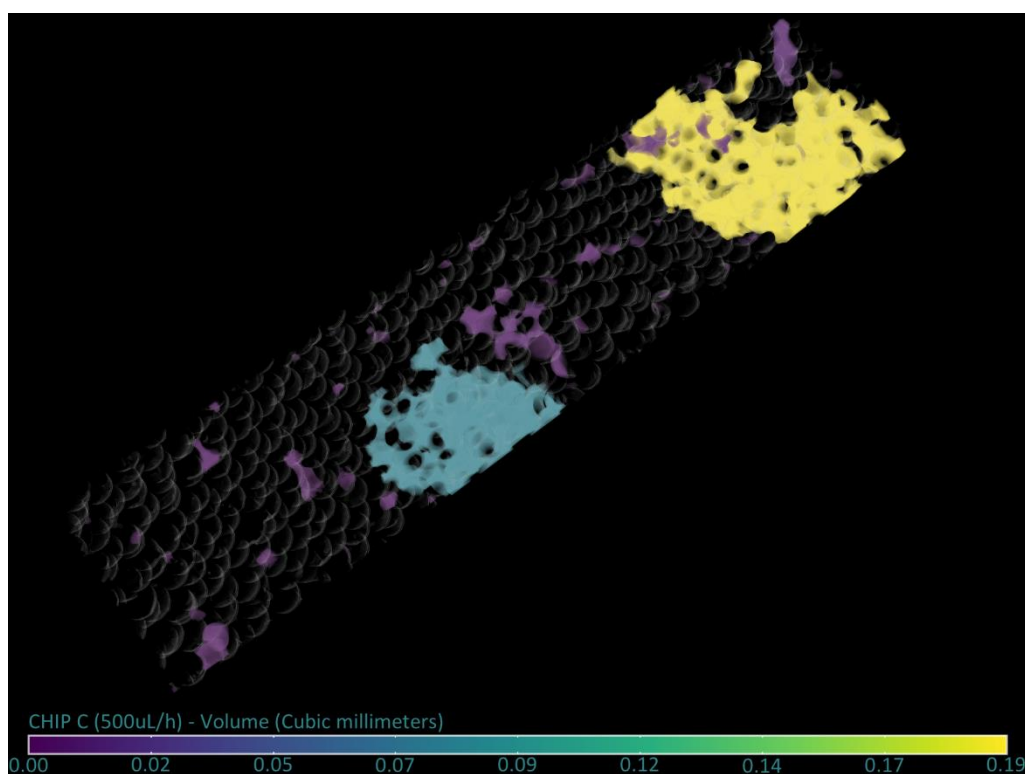
A Figura 48 apresenta as distribuições de óleo residuais, ou seja, os gânglios de óleo, de forma tridimensional, relacionados aos diferentes números de capilaridade aplicados. Esses dados são referentes a realização do teste 3 no CHIP C, que possui um volume total de 3,28 mm³. É possível notar com clareza a variação do volume e da quantidade desses gânglios. Nessas imagens a variação das cores dos gânglios de óleo indicam a variação em seu volume, sendo que cada uma das imagens possui sua própria escala.



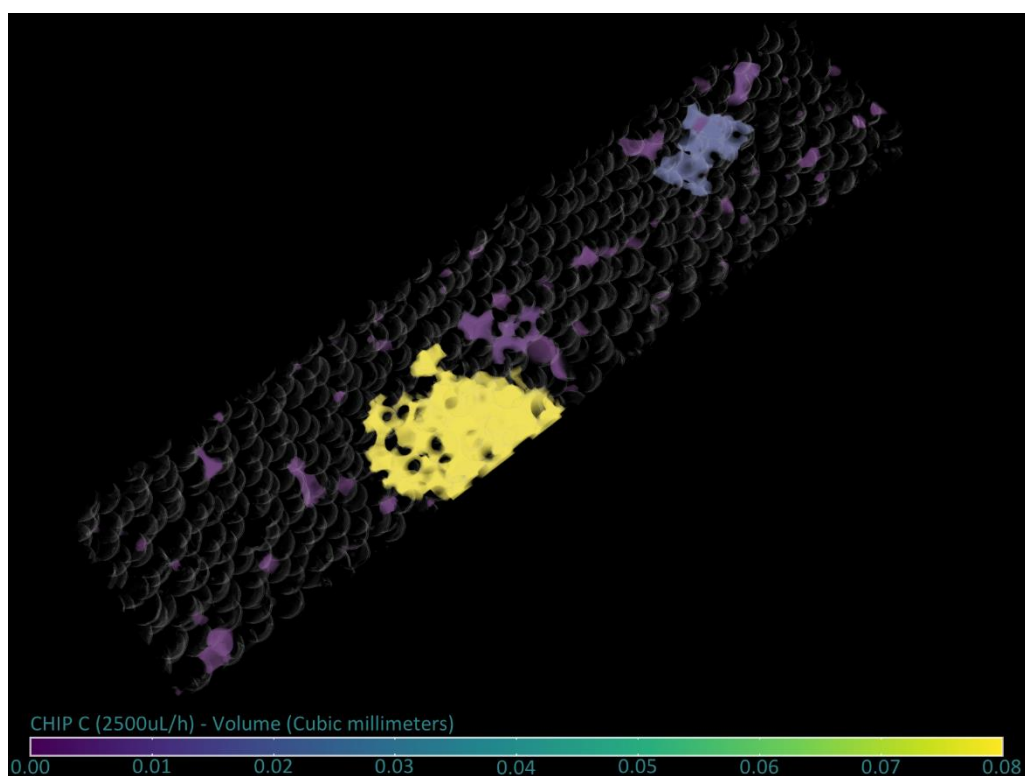
$$Q = 21,355 \mu\text{L/h} \text{ e } SOR = 68,199\%$$



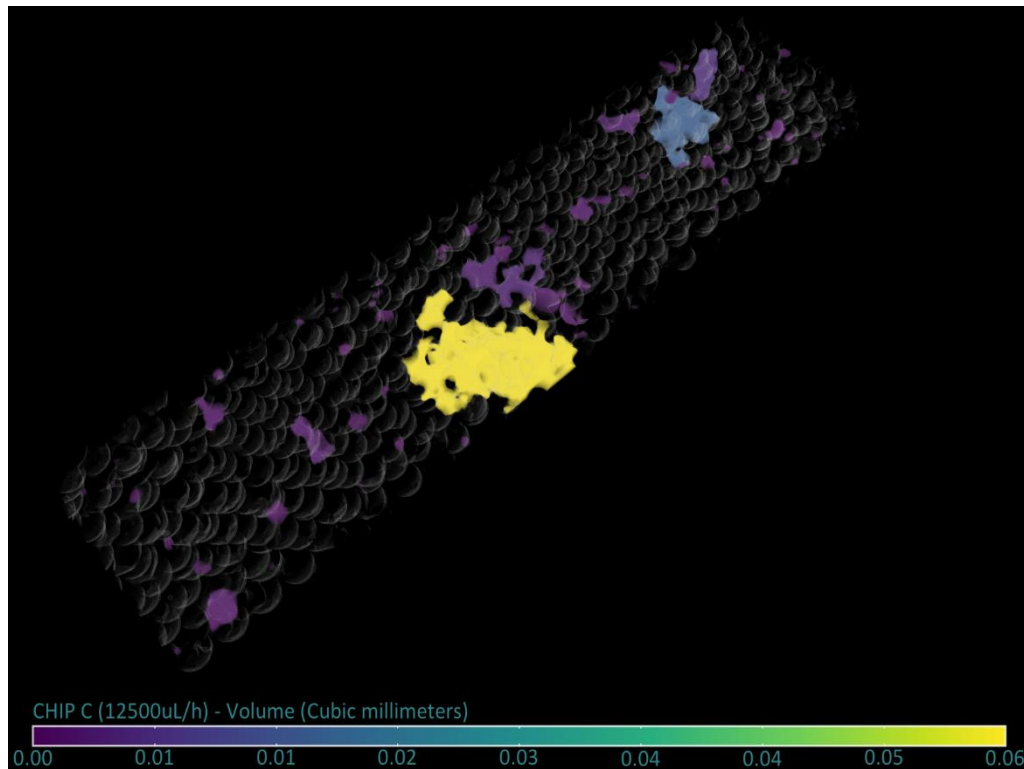
$$Q = 106,755 \mu\text{L/h} \text{ e } SOR = 60,998\%$$



$$Q = 533,775 \mu\text{L}/h \text{ e } SOR = 16,261\%$$



$$Q = 2,67 \text{ mL}/h \text{ e } SOR = 6,156\%$$



$$Q = 13,35 \text{ mL/h e } SOR = 4,669\%$$

Figura 48 - Gânglios de óleo do Teste 3 no CHIP C

O histograma da Figura 49 ilustra a frequência de diferentes classes volumétricas de gânglios de óleo, cada uma delas com sua respectiva faixa de volume, juntando os números de capilaridades análogos de todos os testes de variação gradual da vazão de injeção, realizados nesta dissertação.

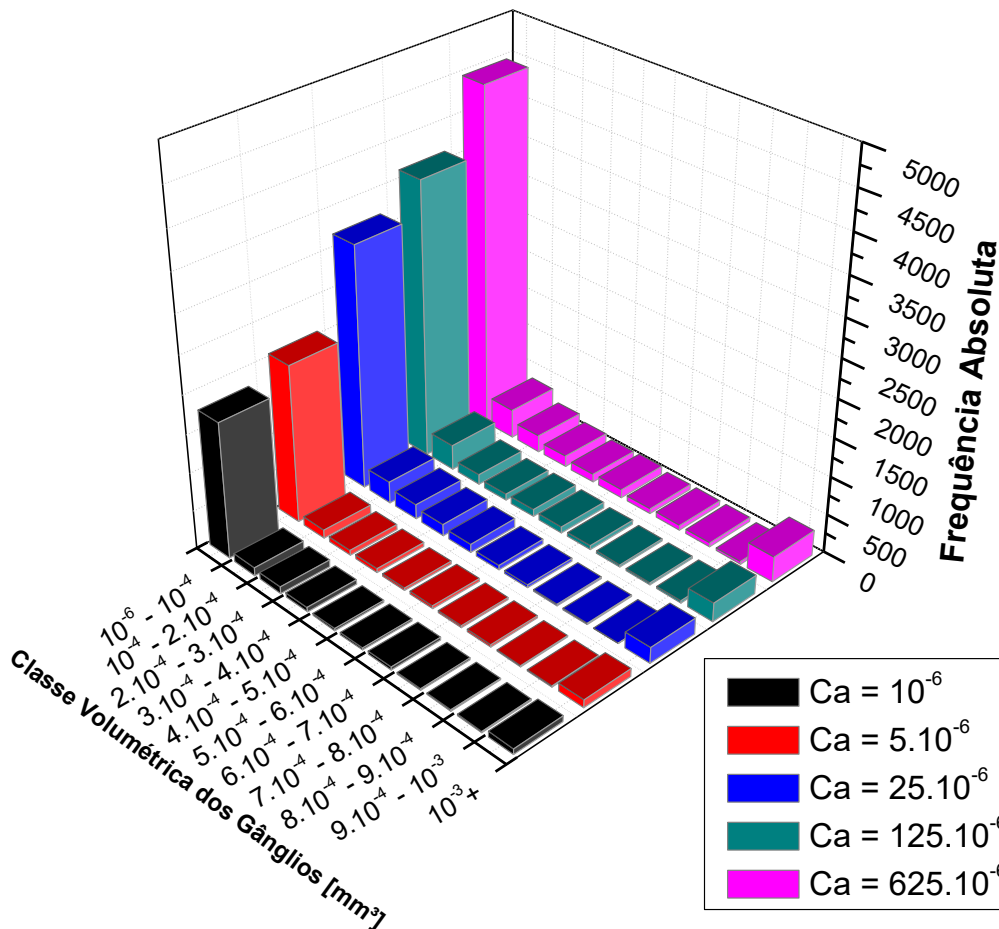


Figura 49 - Histograma da frequência do volume de gânglios

Apesar do maior número de capilaridade apresentar uma frequência absoluta no número de gânglios maior que nos outros testes, é importante ressaltar que é nesta etapa onde se têm a menor quantidade no volume de óleo, ou seja, o número de gânglios é maior, mas esses gânglios possuem volumes muito pequenos, visto que estão situados na classe volumétrica de menor faixa de valor.

O histograma subsequente foi elaborado com intuito de se elucidar a discussão do parágrafo anterior, onde foi dito que à medida que o número de capilaridade aumenta, devido ao aumento da vazão de injeção, o número de gânglios aumenta, comprovando que mesmo com o aumento do número desses elementos, o volume de óleo diminui.

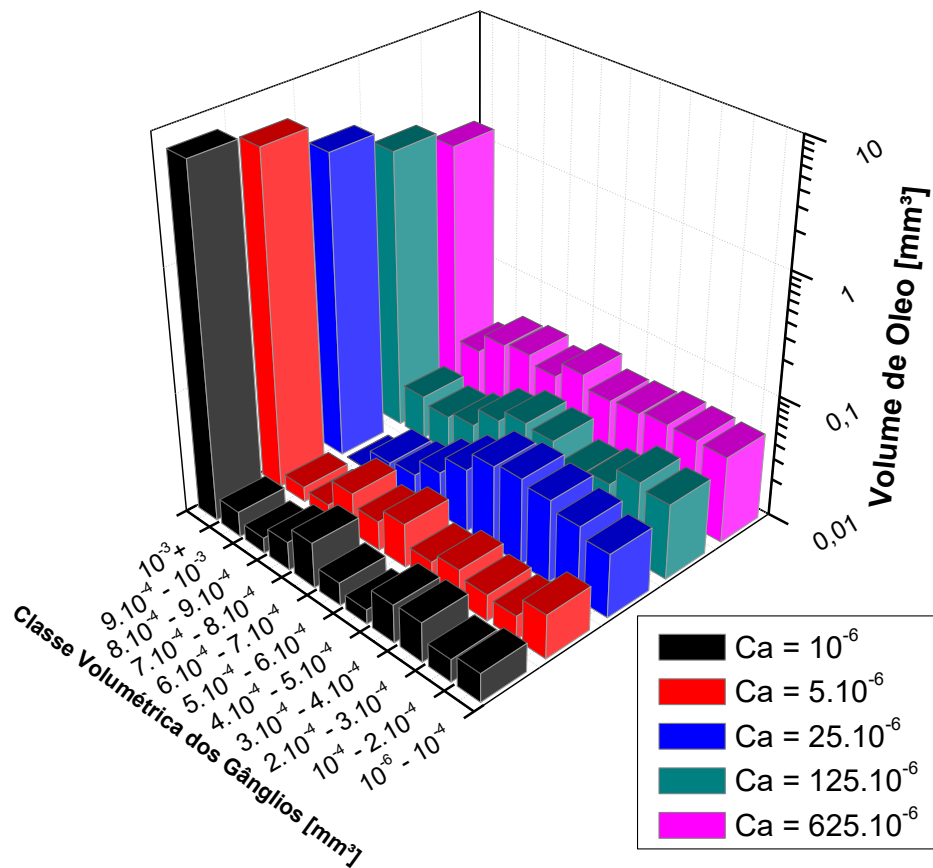


Figura 50 - Histograma do volume de óleo dos gânglios

O gráfico da Figura 51 apresenta o número de gânglios de óleo, ou seja, a quantidade numérica desses elementos em função do número de capilaridade aplicado, referente a todos os testes realizados.

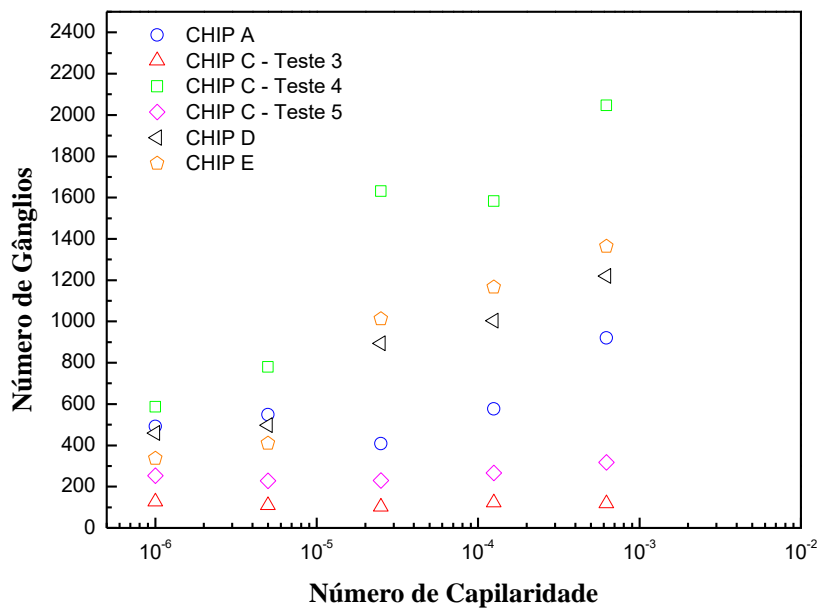


Figura 51 - Número de gânglios presos no micromodelo em função do Ca

Nota-se que a medida que o número de capilaridade aumenta, o número de gânglios de óleo também aumenta, isso confirma o que foi demonstrado qualitativamente na Figura 48 e numericamente no histograma de frequência da Figura 49. Já para números de capilaridade altos, a quantidade de óleo residual diminui, mas têm-se a maior formação de pequenos gânglios de óleo, que ficam aprisionados devido as forças capilares e não são deslocados pelo fluido injetado.

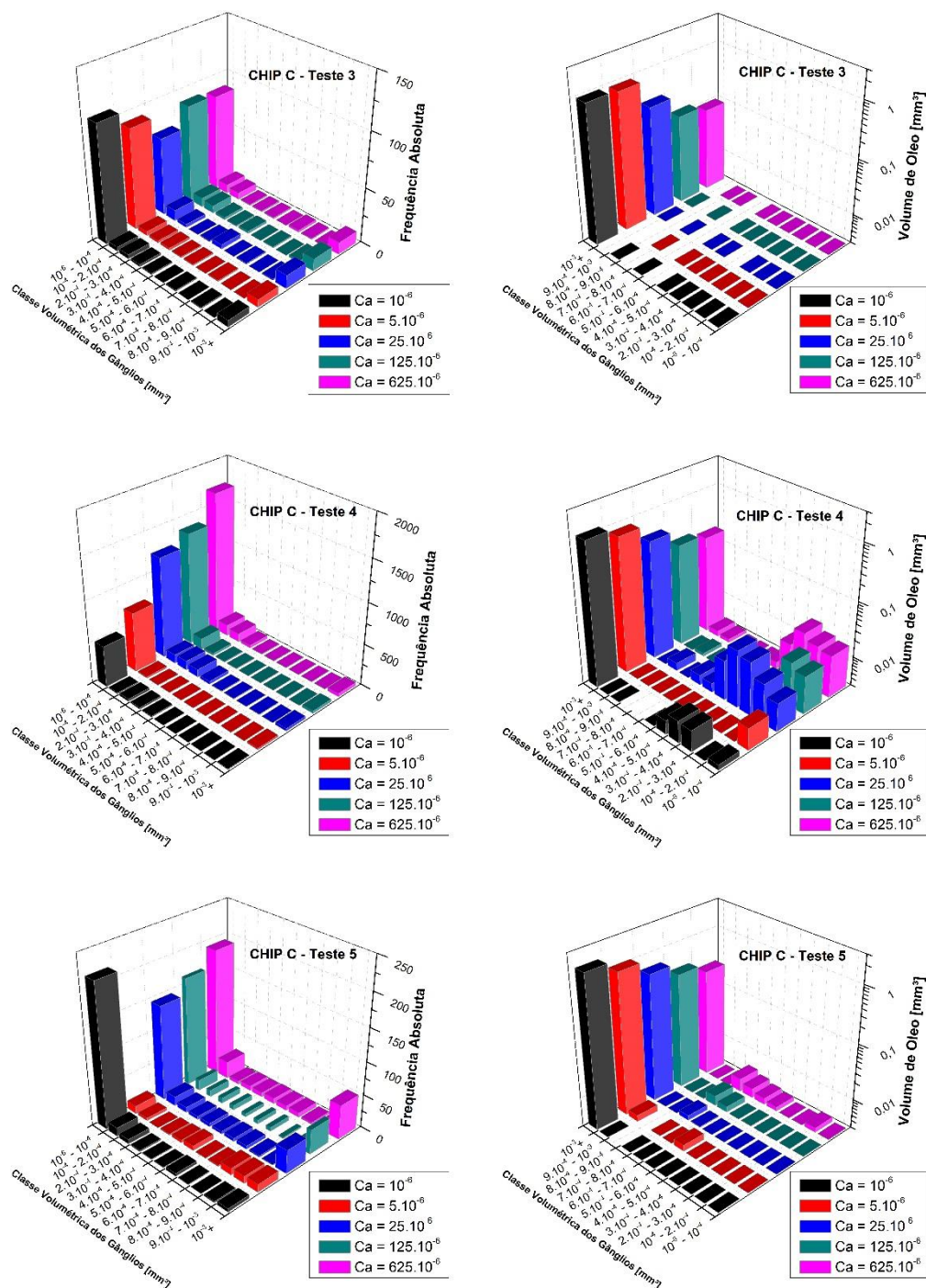


Figura 52 - Histogramas da frequência e do volume dos gânglios de óleo

O gráfico de Figura 51 apresentou uma diferença muito grande no número de gânglios no teste quatro do CHIP C em relação aos outros dois testes realizados no mesmo micromodelo. Portanto, histogramas individuais para cada um desses testes foram desenvolvidos, como ilustra a Figura 52, mostrando a frequência e o volume dos gânglios de óleo.

O comportamento em relação ao volume de óleo continua o mesmo, à medida que o número de capilaridade cresce, o volume de óleo diminui. Entretanto o teste quatro apresenta uma quantidade significativa de volume de óleo para as menores classes volumétricas, o qual pode ser justificado pela limitação de visualização do micromodelo. O dispositivo possui 3000 μm e a tecnologia utilizada para mapear esse meio poroso tem o alcance de 400 μm . Portanto óleo que estava na seção não mapeada pelo microscópio pode ter sido deslocado para a seção mapeada, mudando a saturação de óleo nesta seção.

Já em relação a frequência das classes volumétricas dos gânglios de óleo, é possível notar o mesmo comportamento no teste quatro, ou seja, a medida que o número de capilaridade aumenta o número de gânglios também aumenta. Entretanto os testes três e cinco apresentam comportamento diferente do esperado, o qual pode ser justificado pela ineficácia das operações morfológicas de erosão e dilatação, que tinham como objetivo a remoção dos ruídos.

4.2 Injeção da Suspensão de Microcápsulas

Com a validação do procedimento experimental e do fluxograma de processamento de imagens através dos testes executados anteriormente as suspensões de microcápsulas flexíveis são preparadas para que sejam injetadas nos micromodelos.

As microcápsulas podem ser caracterizadas em relação ao seu tamanho e flexibilidade de acordo com o meio poroso em que elas serão utilizadas. Uma vez que o meio poroso utilizado neste trabalho possui microesferas de vidro com diâmetro médio de 214,61 μm , é possível calcular o tamanho aproximado das gargantas desse meio poroso, ou seja, o diâmetro médio dos poros. A literatura apresenta diversas maneiras distintas para se realizar este cálculo, uma delas está detalhada no trabalho experimental de Dias et al. (2007), que é representada pela equação abaixo:

$$D_{poro} = \frac{2D_{particula}}{3} \frac{\phi}{(1 - \phi)}. \quad (13)$$

Portanto, como o diâmetro médio dos poros está relacionado com a porosidade do meio poroso e cada CHIP possui uma porosidade efetiva diferente, o valor utilizado nesta variável será a média aritmética das porosidades efetivas de todos os micromodelos utilizados netes trabalho, visto que, apesar de diferentes, possuem valores bem próximos. Assim, o diâmetro médio de poro calculado é de $D_{poro} = 110,06\mu\text{m}$.

Outra maneira de realizar o cálculo do diâmetro médio dos poros é através da geometria de um cubo, levando em consideração um empacotamento cúbico das esferas de mesmo tamanho, como ilustrado na Figura 53.

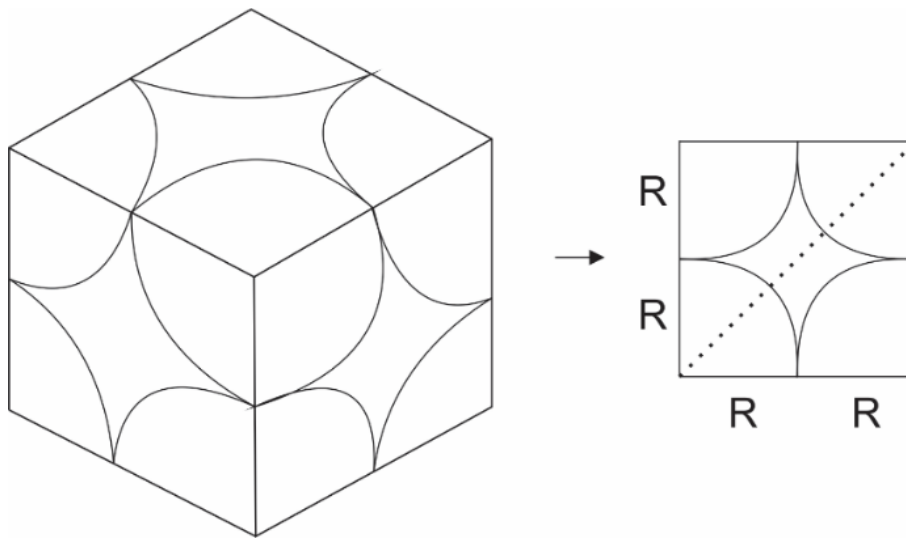


Figura 53 - Geometria de um empacotamento ideal de esferas em um cubo

Analisando uma face individual deste cubo, têm-se que a diagonal é representada como $D = l\sqrt{2}$, então o diâmetro do poro é calculado através da equação $D_{poro} = 2R\sqrt{2} - 2R$, uma vez que o diâmetro médio das microesferas de vidro é $214,61\mu\text{m}$, portanto, o diâmetro do poro, calculado através desta metodologia é de $D_{poro} = 88,89\mu\text{m}$.

Tomando a média aritmética dos valores calculados referentes ao diâmetro médio dos poros, nas duas metodologias apresentadas anteriormente, têm-se como referência o valor aproximado de $100\mu\text{m}$. Como o objetivo das suspensões de microcápsulas é o de bloquear o caminho preferencial feito pelo fluido deslocante durante sua injeção, nota-se que tais microcápsulas precisam ter o diâmetro maior do que $100\mu\text{m}$.

Com o valor do diâmetro médio dos poros como referência, microcápsulas com diâmetro entre 150~250 μm , foram produzidas. Essa faixa de valor foi escolhida para que tais microcápsulas não atravessem os poros do meio com certa facilidade, ou seja, sejam bloqueadas em alguns desses poros, divergindo o fluxo do fluido deslocante, e passem por outros poros maiores por serem flexíveis.

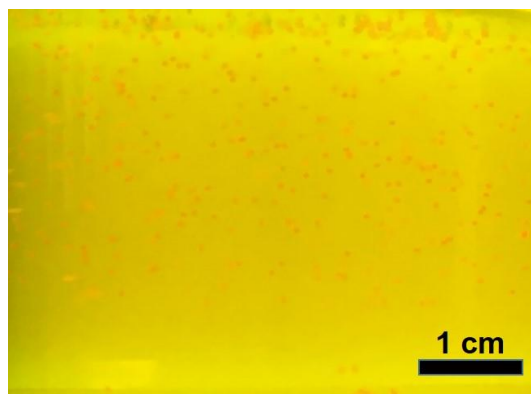


Figura 54 - Suspensão de microcápsulas flexíveis na escala real

Nesta primeira etapa a proporção utilizada do polímero PDMS para o agente reticulante foi de 10:1. Essas partículas possuem um diâmetro médio de 218,3 μm , com desvio padrão de 4,1, e espessura média da membrana polimérica de 16,6 μm , com desvio padrão de 1,7.

As fases interna e externa destas microcápsulas possuem a mesma composição da fase aquosa, por dois motivos: o primeiro é o de fazer com que essas partículas não flambem, o que levaria ao colapso das mesmas, caso a fase interna possuía uma concentração menor que a fase externa e acabe migrando por osmose, visto que o polímero que constitui a casca da microcápsula é uma membrana porosa, semipermeável. O segundo é o de fazer com que elas não se rompam, caso a fase interna possuía uma concentração maior que a fase externa e acabe absorvendo tal fase, também por osmose.

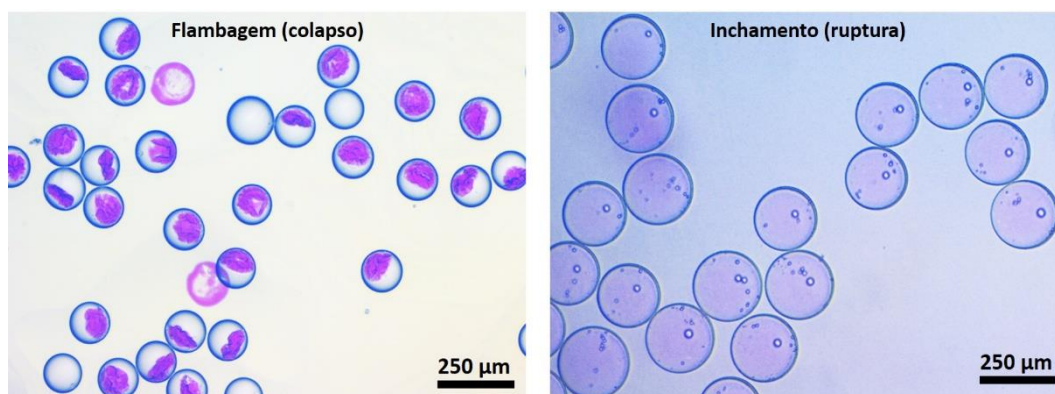


Figura 55 - Efeitos de flambagem e inchamento das microcápsulas

Tal fase interna também possui um fluorocromo, diferente do utilizado no fluido deslocante (fase aquosa), chamado de Sulforodamina B. Seu pico de excitação ocorre no comprimento de onda de 565nm, enquanto que seu pico de emissão acontece em 585nm. Como esse marcador possui comprimento de onda de excitação e emissão diferentes do da fluoresceína, ele foi o escolhido para marcar as microcápsulas, permitindo a visualização e quantificação de ambas substâncias, fase aquosa e microcápsulas.

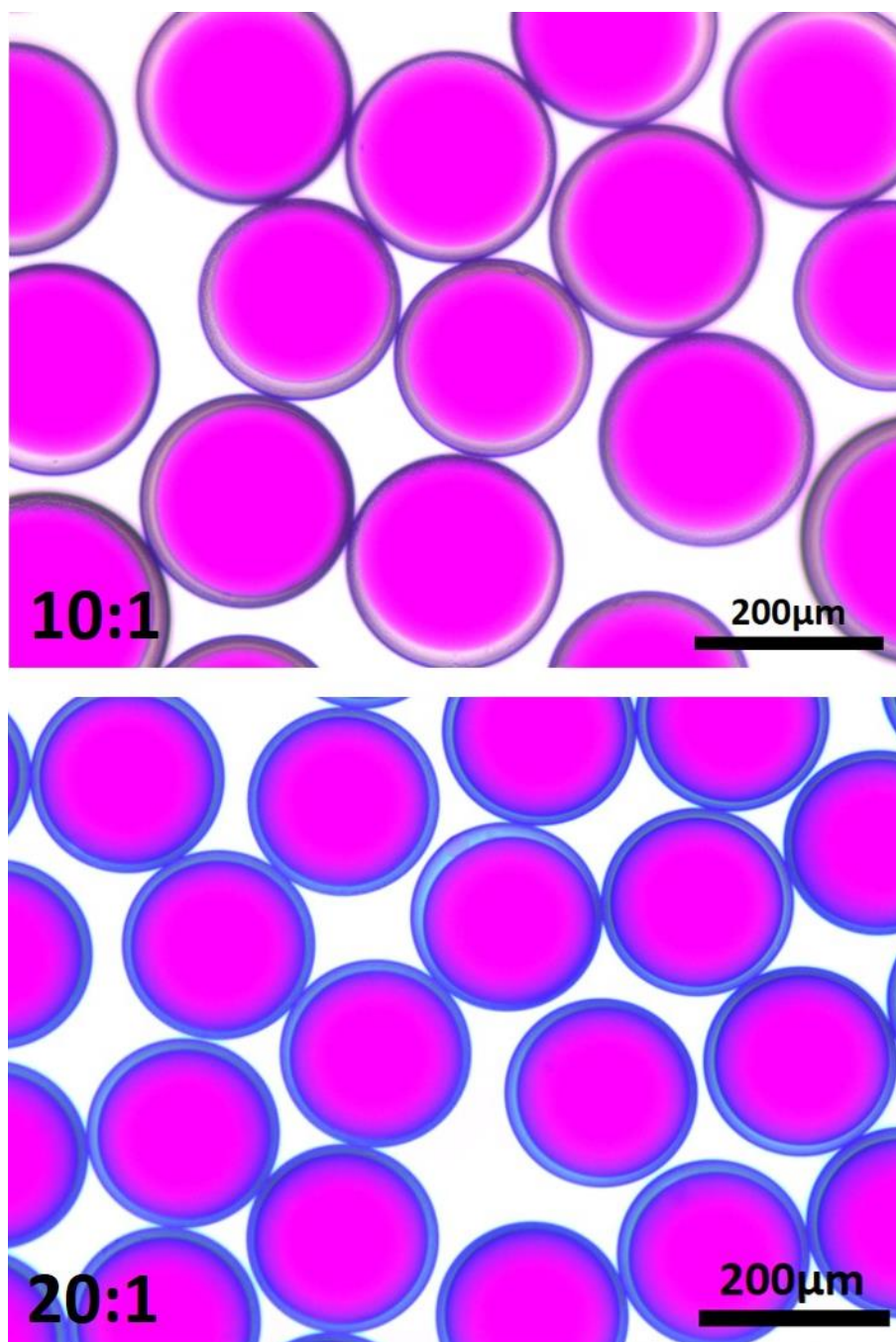


Figura 56 - Suspensões de microcápsulas flexíveis na escala microscópica

Foram realizados três testes utilizando os CHIP's C, D e E. Eles também foram preparados seguindo o passo-a-passo descrito no subcapítulo 3.6. A taxa de injeção da fase aquosa foi a de $Q = 106,755 \mu L/h$, uma vez que o menor valor de vazão utilizada nos testes anteriores, não foi suficiente para deslocar as microcápsulas. Foram realizadas quatro etapas e após a realização de cada etapa o microscópio confocal foi utilizado para fazer a aquisição das imagens, fazendo o mapeamento do CHIP. A primeira imagem é para o CHIP saturado da fase aquosa, a segunda para o CHIP saturado de óleo, a terceira para a injeção da fase aquosa na vazão $Q = 106,755 \mu L/h$ e a última para a injeção das suspensões de microcápsulas na mesma vazão da etapa anterior.

A Figura 57 ilustra as quatro imagens adquiridas do teste realizado no CHIP D. A imagem I representa a estrutura porosa, a II representa o micromodelo saturado de óleo, a III representa a injeção de água na taxa de injeção de $Q = 106,755 \mu L/h$, e por último a IV representa a injeção das microcápsulas na mesma taxa de injeção da etapa anterior $Q = 106,755 \mu L/h$. Todas as imagens são adquiridas depois que o regime permanente é alcançado e o fluido deslocado não é mais produzido, ou seja, a saturação das fases não muda.

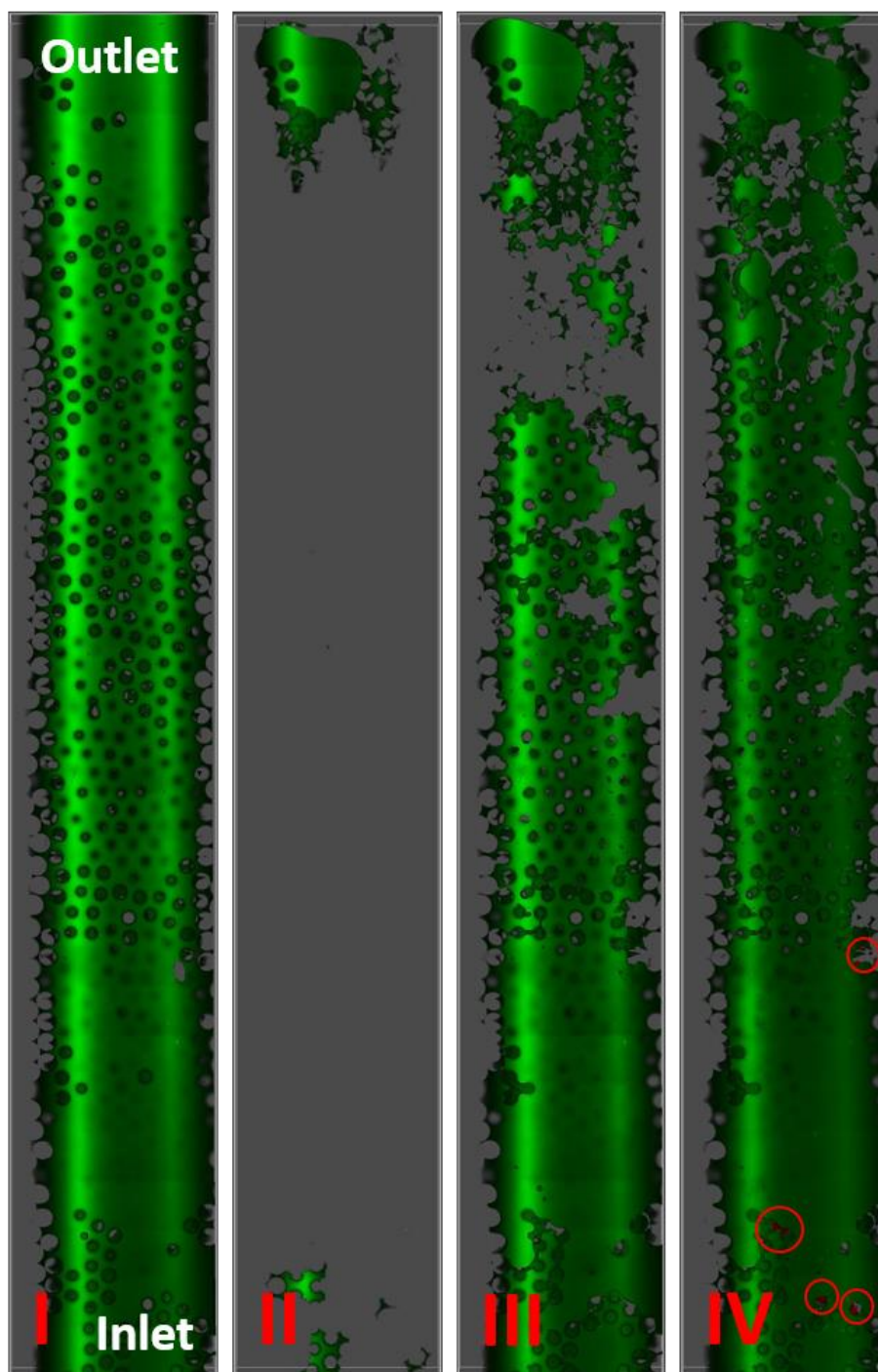


Figura 57 - Etapas do teste de injeção de microcápsulas no CHIP D

Os círculos vermelhos na imagem IV sinalizam o local onde as microcápsulas ficaram aprisionadas, bloqueando o caminho do fluido deslocante, e forçando este a percorrer um outro caminho, deslocando o óleo que estava preso ao longo deste novo percurso, diminuindo assim a saturação de óleo residual, se comparado com a etapa anterior. Esse comportamento é comprovado através de dados numéricos, que são extraídos da segmentação das imagens de todos os testes, e tais valores são retratados na Tabela 8.

Tabela 8 - Resultado dos testes de injeção de microcápsulas 10:1

CHIP C – Microcápsulas	Etapas do Teste	Volume Total (mm³)	Volume Fase Aquosa (mm³)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	5,93	2,53	42,72	0
	Saturação de Óleo		0,005	0,09	99,789
	Fase Aquosa		2,14	36,07	15,566
	Microcápsulas 10:1		2,21	37,33	12,617
CHIP D – Microcápsulas	Etapas do Teste	Volume Total (mm³)	Volume Fase Aquosa (mm³)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	4,60	1,93	42,07	0
	Saturação de Óleo		0,02	0,48	98,859
	Fase Aquosa		1,28	27,82	33,872
	Microcápsulas 10:1		1,65	35,88	14,713
CHIP E – Microcápsulas	Etapas do Teste	Volume Total (mm³)	Volume Fase Aquosa (mm³)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	8,84	3,65	41,35	0
	Saturação de Óleo		0,19	2,12	94,873
	Fase Aquosa		3,05	34,53	16,493
	Microcápsulas 10:1		3,20	36,23	12,382

O mesmo teste foi realizado nos CHIP's C e E, como demonstra os valores da tabela acima. A Figura 58 apresenta a saturação final dos CHIP's depois da injeção das suspensões de microcápsulas.

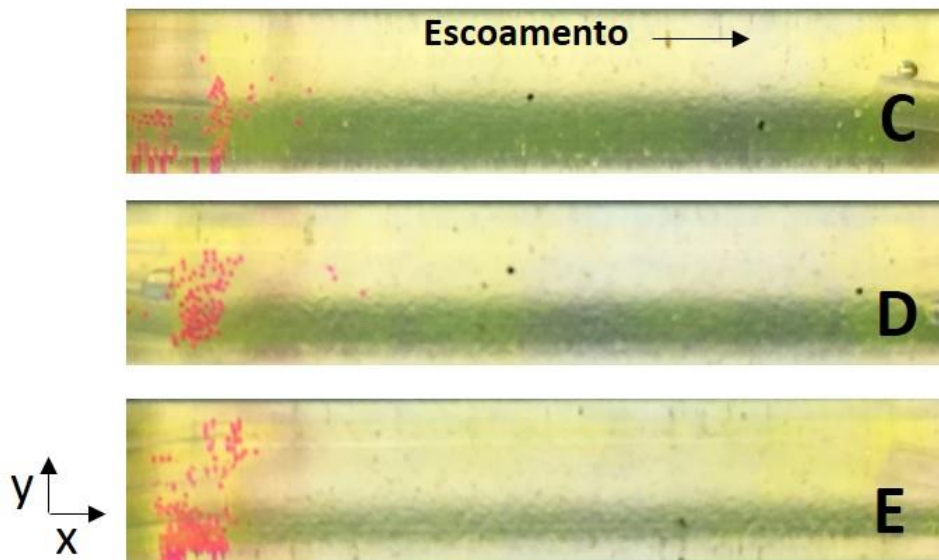
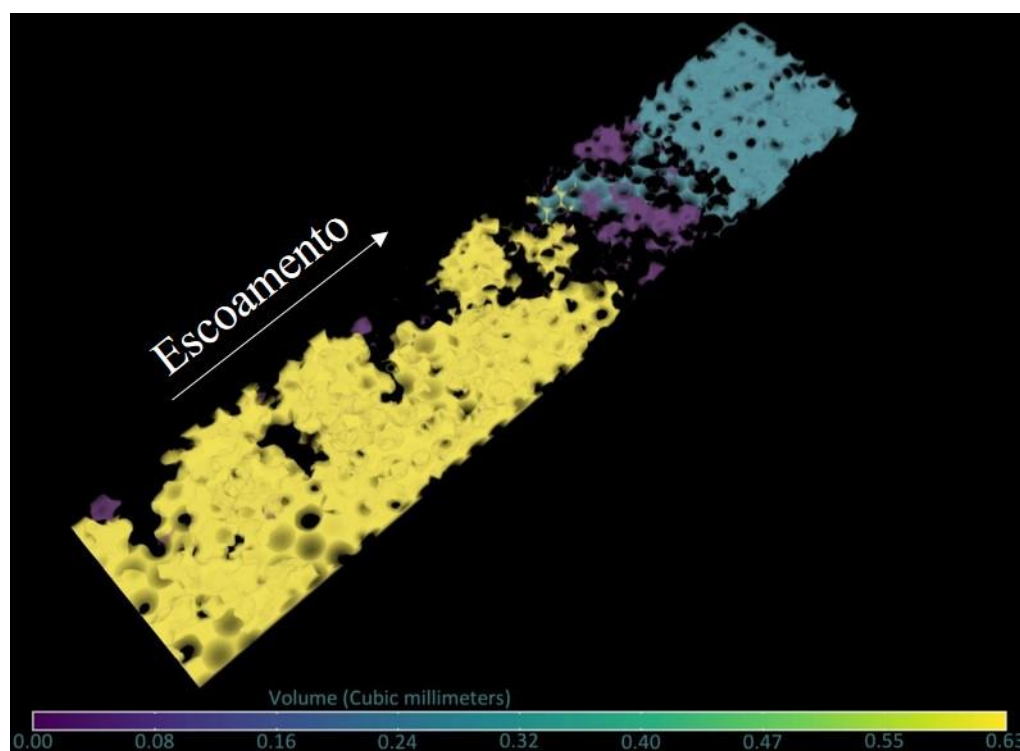


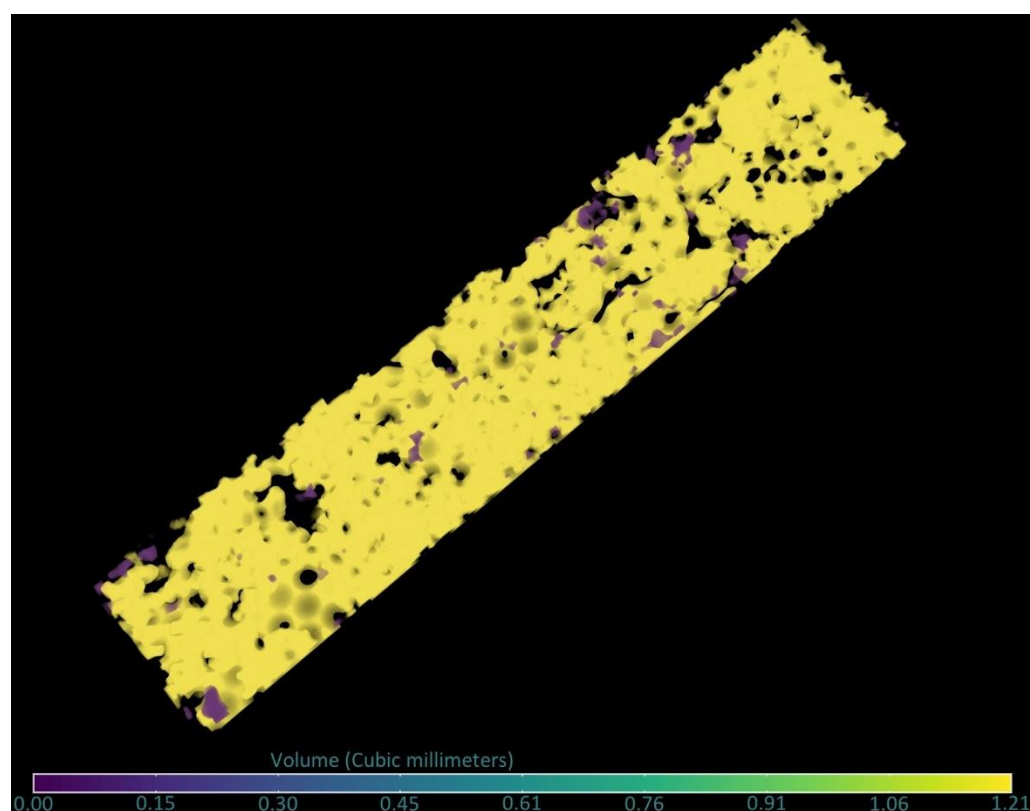
Figura 58 - Imagem da saturação final dos CHIP's

Com intuito de viabilizar a comparação entre os ensaios, o procedimento para coleta e injeção das microcápsulas foi mantido padrão. Foram coletadas aproximadamente 150 microcápsulas para o CHIP C, das quais, 106 efetivamente penetraram. Para o CHIP D, foram coletadas 160 microcápsulas, das quais 139 efetivamente penetraram o micromodelo. Já para o CHIP E, foram coletadas 150 microcápsulas, das quais 123 penetraram efetivamente o micromodelo. As microcápsulas que não entraram no micromodelo ficaram aprisionadas no tubo de injeção, uma vez que o fluido deslocante injetado no micromodelo não foi capaz de mobiliza-las.

Com objetivo de ilustrar de forma intuitiva que a injeção das microcápsulas divergiu o fluxo do fluido deslocante, no caso a fase aquosa, fazendo com que ele percorresse novos caminhos e assim, deslocasse ao longo deste novo caminho o óleo que estava aprisionado nos poros, imagens tridimensionais da saturação da fase aquosa foram feitas por meio de processamento. Essas imagens, ilustradas na Figura 59, são referentes ao CHIP D, e apresentam a saturação final da água após o término das duas últimas etapas deste teste: a primeira ao final da injeção da fase aquosa, e a segunda após a injeção das microcápsulas.



Injeção da Fase Aquosa (Saturação de Água 24,5%)



Injeção das Microcápsulas 10:1 (Saturação de Água 34,4%)

Figura 59 - Saturação final da fase aquosa no CHIP D

Por meio da análise visual das imagens da Figura 59, é possível confirmar de forma qualitativa que as microcápsulas cumpriram o seu papel de agente de controle de mobilidade, ao bloquear os caminhos preferenciais que a fase aquosa percorreu na primeira etapa do teste, e por divergir o escoamento desse fluido para novos caminhos, melhorando assim a eficiência do varrido.

Portanto, foi possível comprovar com os testes realizados que a injeção da suspensão de microcápsulas diminuiu a saturação de óleo residual nos CHIP's. Porém, também foi possível notar que com a proporção 10:1, as microcápsulas ficam aprisionadas logo no início do meio poroso, apenas algumas delas penetraram em direção ao interior do micromodelo. Desse modo, com intuito de analisar a utilização dessas microcápsulas no controle da mobilidade do fluido deslocante, quando essas partículas penetram mais para o interior do meio poroso, uma segunda bateria de testes foi realizada, utilizando-se microcápsulas mais flexíveis.

Assim, em uma segunda etapa, para a realização dos novos testes, diferentes microcápsulas foram produzidas com propriedades mecânicas distintas das utilizadas anteriormente. Foi-se empregada a proporção de polímero PDMS para o agente reticulante de 20:1, tornando tais microcápsulas teoricamente mais flexíveis. Essas partículas possuem um diâmetro médio de $197\mu\text{m}$, com desvio padrão de 5,2, e espessura média da membrana polimérica de $12,4\mu\text{m}$, com desvio padrão de 1,3.

Foi realizado um teste utilizando os CHIP F, seguindo os mesmos passos de preparação dos testes com as microcápsulas 10:1, utilizando a mesma vazão de injeção, $Q = 106,755 \mu\text{L}/\text{h}$, a Tabela 9 ilustra os resultados obtidos.

Tabela 9 - Resultado do teste no CHIP F com as microcápsulas 20:1

CHIP F – Microcápsulas	Etapas do Teste	Volume Total (mm^3)	Volume Fase Aquosa (mm^3)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	5,25	2,12	40,39	0
	Saturação de Óleo		0,01	0,24	99,406
	Fase Aquosa		1,27	24,21	40,059
	Microcápsulas 20:1		1,35	25,78	36,172

Através dos dados numéricos apresentados é possível confirmar que a utilização das microcápsulas 20:1 também foi efetiva no controle da mobilidade do fluido deslocante, pois a saturação de óleo residual diminuiu ao final do experimento, se comparada com a etapa anterior. Entretanto, o objetivo principal foi o de analisar se elas penetrariam mais em direção ao interior do meio poroso, por serem mais flexíveis que as microcápsulas 10:1 utilizadas no teste anterior. A Figura 60 demonstra a saturação final dos fluidos ao final do experimento, bem como a distribuição das microcápsulas.



Figura 60 - Saturação final do CHIP F e distribuição das microcápsulas 20:1

Fica constatado por meio da Figura 60 que essas microcápsulas não foram flexíveis o suficiente para tal penetração. Portanto, de forma a comprovar se a flexibilidade das microcápsulas 20:1 são suficientes para penetrar o meio poroso, um novo teste foi realizado, no CHIP G, aumentando-se a vazão de injeção tanto da fase aquosa, quanto da suspensão de microcápsulas, para um valor relativamente alto, e o valor escolhido foi o de $Q = 2,67 \text{ mL/h}$. A Tabela 10 apresenta os valores alcançados com esse teste.

Tabela 10 - Resultado do teste no CHIP G com as microcápsulas 20:1

CHIP G – Microcápsulas	Etapas do Teste	Volume Total (mm ³)	Volume Fase Aquosa (mm ³)	Fase Aquosa (%)	Saturação de Óleo Residual (%)
	Espaço Poroso	4,17	1,78	42,66	0
	Saturação de Óleo		0,26	6,12	85,654
	Fase Aquosa		1,62	38,86	8,907
	Microcápsulas 20:1		1,54	36,93	13,432

Por meio dos resultados apresentados na Tabela 10, é possível notar que a saturação de óleo residual não diminuiu com a injeção das microcápsulas. Isso se deve pelo fato de que o micromodelo possui 3000 μ m de profundidade, e a tecnologia utilizada para mapear esse meio poroso, com todos os ajustes feitos, tem o alcance de 400 μ m. Portanto óleo que estava na seção não mapeada pelo microscópio pode ter sido deslocado, devido à alta vazão de injeção do fluido deslocante, para a seção mapeada, o que pode ter aumentado a saturação de óleo residual na última etapa do teste, se comparada com a etapa anterior.

A Figura 61 ilustra a saturação final dos fluidos ao final do experimento, bem como a distribuição das microcápsulas.



Figura 61 - Saturação final do CHIP G e distribuição das microcápsulas 20:1

Com este último teste fica comprovado que as microcápsulas 20:1 não possuem flexibilidade suficiente para penetrar em direção ao interior do meio poroso, mesmo com o aumento significativo da vazão de injeção. Outra possível justificativa para a não penetração das microcápsulas seria o exagerado tamanho dessas partículas em relação ao tamanho das gargantas dos poros desse meio.

5 Considerações Finais

5.1 Conclusões

Este trabalho tratou da análise do deslocamento de óleo por meio da injeção de água e de suspensões de microcápsulas flexíveis, cujos principais objetivos foram embasados na investigação da dinâmica do escoamento desses fluidos de forma tridimensional, visto que a literatura só apresentava análises bidimensionais destes fenômenos. Também tinha como objetivo analisar e quantificar a saturação de óleo residual para diferentes condições de escoamento, e avaliar a utilização de suspensões de microcápsulas flexíveis como método de recuperação avançada, no controle da mobilidade do fluido deslocante. De fato, o entendimento fundamental que diz respeito à física deste problema, que está relacionada com a melhora do desempenho na produção do óleo é bastante importante na atual conjuntura da indústria energética mundial. Uma vez que a demanda global por energia está cada dia maior e atualmente os hidrocarbonetos são os recursos responsáveis por suprir a maior parte da entrega desta energia.

Neste contexto, foi desenvolvido um arranjo experimental para o problema sob consideração. Primeiro foi apresentado uma revisão dos fundamentos teóricos relacionados a física do problema. Logo depois, foi apresentado uma metodologia experimental de forma a elucidar qual seria o passo-a-passo dos experimentos, que consistiu na descrição da preparação e caracterização do micromodelo utilizado para representar o meio poroso. Desenvolvimento das fases aquosa e oleosas, seguindo como referência o valor do índice de refração das microesferas de vidro do micromodelo, visto que, esse valor era fixo e que todos os componentes do experimento deveriam possuir o mesmo índice de refração, para evitar o espalhamento da luz fluorescente, o que acarretaria em perda de sinal. Também é importante ressaltar que esses fluidos deveriam ser imiscíveis, pois caso se misturassem, uma quantificação individual de cada fase ficaria comprometida. Foram retratados a produção e o funcionamento das suspensões de microcápsulas flexíveis, dispersas em um fluido Newtoniano, que no caso era a própria fase aquosa utilizada como fluido deslocante. As propriedades mecânicas dessas suspensões foram ajustadas de acordo com a

análise que se desejava fazer, ou seja, microcápsulas com flexibilidade distintas foram fabricadas e utilizadas.

Da mesma forma foi apresentado uma breve descrição da microscopia confocal, técnica que foi utilizada para a aquisição tridimensional das imagens, e, portanto, visualização do escoamento. Por último foi demonstrado uma metodologia de processamento de imagens digitais, uma vez que as imagens adquiridas com o microscópio confocal não forneciam atributos numéricos.

Os resultados desta dissertação foram organizados em duas seções distintas. A primeira seção apresentou os testes que variavam gradualmente a vazão de injeção em um mesmo micromodelo e em micromodelos distintos, de forma a avaliar a saturação de óleo residual em cada uma dessas vazões aplicadas. Os resultados obtidos com esta etapa do experimento demonstram que com o aumento do número de capilaridade a saturação residual de óleo diminui e o número de gânglios de óleo aumenta. Esses resultados também foram observados em outros trabalhos experimentais disponíveis na literatura, tais como os apresentados por Payatakes (1982), Melrose & Brandner (1974) e Guillen et al (2012).

A segunda seção apresentou os testes em que foram injetadas as suspensões de microcápsulas flexíveis no meio poroso, com intuito de avaliar a utilização de tais microcápsulas no controle de mobilidade do fluido deslocante. Foi observado que para as microcápsulas de proporção 10:1, a flexibilidade dessas partículas não foi suficiente para que elas penetrassem todo o corpo do meio poroso, ficando assim, aprisionadas logo no início do micromodelo. Então foram produzidas microcápsulas de proporção 20:1, ou seja, teoricamente o dobro da flexibilidade da anterior, mas também foi observado que essas microcápsulas não possuem flexibilidade suficiente para penetrar em direção ao interior do meio poroso, mesmo com o aumento drástico da vazão de injeção. Entretanto, é importante ressaltar que para ambos os casos a saturação de óleo residual diminuiu com a aplicação deste método de recuperação avançada, comprovando a efetividade dessas partículas e mostrando que sua eficiência é comparável a outros métodos de recuperação bastante utilizados e consagrados no mercado petrolífero.

Por último, os resultados desta segunda seção estão de bom acordo com as previsões descritas na literatura, que fazem a utilização de outros métodos químicos de recuperação avançada, tais como injeção de polímeros, surfactantes e emulsões, e que estão ilustrados em trabalhos como o de Meybodi et al. (2011a), Adrianov et al. (2012), Armstrong & Wildenschild (2012), Farajzadeh et al. (2012), Felix et al. (2015) e Lima (2015).

5.2 Trabalhos Futuros

Diversas linhas de pesquisa podem ser exploradas a partir dos estudos apresentados nesta dissertação. Os resultados apresentados demonstraram que a utilização da suspensão de microcápsulas como agente de controle da mobilidade do fluido deslocante é efetiva. Entretanto, uma série de fatores e decisões foram feitas ao longo do procedimento experimental, onde outras opções também poderiam ter sido escolhidas, de modo a comprovar a efetividade de tais microcápsulas.

A utilização de lentes de imersão no microscópio confocal é um exemplo, pois fazendo uso de tal lente, a lacuna entre a amostra e a lente deixaria de existir, fazendo com que todo o setup tivesse o mesmo índice de refração, tendo assim, uma menor refração da luz fluorescente, possibilitando a visualização mais profunda do micromodelo. Seguindo nesta mesma linha, realização de pesquisas sobre microesferas de vidro com menor índice de refração, o que também possibilitaria uma visualização mais profunda do micromodelo.

Outro exemplo da possibilidade de melhora no projeto é a utilização de um pigmento fluorescente para a fase oleosa, para melhor distinção das fases, evitando o uso de processamento de imagens (operações morfológicas aritméticas) para visualizar a distribuição dos gânglios de óleo.

Por último, realizar os testes com procedimentos experimentais diferentes, tais como: outras vazões de injeção do fluido deslocante, tanto para o teste de variação gradual, quanto para a injeção das microcápsulas; diferentes razões de polímeros e agentes reticulantes, de modo a variar a flexibilidade das microcápsulas, fazendo com que elas possam penetrar mais em direção ao interior do micromodelo; e alteração nas concentrações da suspensão de microcápsulas.

6 Referências Bibliográficas

- Al-Futaisi, A. & Patzek, T. W. (2003). **Impact of wettability alteration on two-phase flow characteristics of sandstones: A quase-static description.** Water Resources Research, v.39, n.2. DOI: [10.1029/2002WR001366](https://doi.org/10.1029/2002WR001366).
- Anderson, G. W., Harrison, T. F. & Hutchison, S. O. (1966). **The use of stable as a low-pressure completion and sand-cleanout fluid.** American Petroleum Institute.
- Anderson, W. (1986). **Wettability literature survey-part 1: Rock/oil/brine interactions and the effects of core handling on wettability.** Journal of Petroleum Technology, v.38, n.10, p.1125-1144. DOI: [10.2118/13932-PA](https://doi.org/10.2118/13932-PA).
- Anderson, W. (1986a). **Wettability literature survey-part 2: Wettability measurement.** Journal of Petroleum Technology, v.38, n.11, p.1246-1262. DOI: [10.2118/13933-PA](https://doi.org/10.2118/13933-PA).
- Anderson, W. (1986b). **Wettability literature survey-part 3: The effects of wettability on the electrical properties of porous media.** Journal of Petroleum Technology, v.38, n.12, p.1371-1378. DOI: [10.2118/13934-PA](https://doi.org/10.2118/13934-PA).
- Anderson, W. (1987). **Wettability literature survey-part 4: Effects of wettability on capillary pressure.** Journal of Petroleum Technology, v.39, n.10, p.1283-1300. DOI: [10.2118/15271-PA](https://doi.org/10.2118/15271-PA).
- Anderson, W. (1987a). **Wettability literature survey-part 5: The effects of wettability on relative permeability.** Journal of Petroleum Technology, v.39, n.11, p.1453-1468. DOI: [10.2118/16323-PA](https://doi.org/10.2118/16323-PA).
- Anderson, W. (1987b). **Wettability literature survey-part 5: The effects of wettability on waterflooding.** Journal of Petroleum Technology, v.39, n.12, p.1605-1622. DOI: [10.2118/16471-PA](https://doi.org/10.2118/16471-PA).
- Andrianov, A. *et al.* (2012). **Immiscible foam for enhancing oil recovery: Bulk and porous media experiments.** Industrial & Engineering Chemistry Research, v.51, n.5, p.2214-2226. DOI: [10.1021/ie201872v](https://doi.org/10.1021/ie201872v).
- Armstrong, R. T. & Wildenschild, D. (2012). **Microbial enhanced oil recovery in fractional-wet systems: A pore-scale investigation.** Transport in Porous Media, v.92, n.3, p.819-835. DOI: [10.1007/s11242-011-9934-3](https://doi.org/10.1007/s11242-011-9934-3).

- Avraam, D. G. & Payatakes, A. C. (1999). **Flow mechanisms, relative permeabilities, and coupling effects in steady-state two-phase flow through porous media. The case of strong wettability.** Industrial & Engineering Chemistry Research, v.38, n.3, p.778-786. DOI: [10.1021/ie980404o](https://doi.org/10.1021/ie980404o).
- Bear, J. & Braester C. (1972). **On the flow of two immiscible fluids in fractured porous media.** Developments in Soil Science, v.2, p.177-202. DOI: [10.1016/S0166-2481\(08\)70538-5](https://doi.org/10.1016/S0166-2481(08)70538-5).
- Bento, H. L. I. & Moreno, R. B. Z. L. (2016). **Evaluation of heavy oil recovery factor by water flooding and polymer flooding at different temperatures.** SPE Latin America and Caribbean Heavy and Extra Heavy Oil Conference. 19-20 October, Lima, Peru. DOI: [10.2118/181193-MS](https://doi.org/10.2118/181193-MS).
- BP (2016). **Annual Report 2015.**
- Brown, G. O. (2002). **Henry Darcy and the making of a law.** Water Resources Research, v.38, n.7. DOI: [10.1029/2001WR000727](https://doi.org/10.1029/2001WR000727).
- Buchgraber, M. *et al.* (2011). **A microvisual study of the displacement of viscous oil by polymer solutions.** SPE Reservoir Evaluation & Engineering, v.14, n.3, p.269-280. DOI: [10.2118/122400-PA](https://doi.org/10.2118/122400-PA).
- Buckley, J. S. & Fan, T. (2007). **Crude oil/brine interfacial tension.** Petrophysics, v.48, n.3, p.175-185.
- Budwig, R. (1994). **Refractive index matching methods for liquid flow investigations.** Experiments in Fluids, v.17, n.5, p.350-355. DOI: [10.1007/BF01874416](https://doi.org/10.1007/BF01874416).
- Burganos, V. N., Paraskeva, C. A. & Payatakes, A. C. (1995). **Monte Carlo network simulation of horizontal, upflow and downflow depth filtration.** AIChE Journal, v.41, n.2, p.272-285. DOI: [10.1002/aic.690410210](https://doi.org/10.1002/aic.690410210).
- Chatzis, I. & Morrow, N. R. (1984). **Correlation of capillary number relationships for sandstone.** Society of Petroleum Engineers Journal, v.24, n.5, p.555-562. DOI: [10.2118/10114-PA](https://doi.org/10.2118/10114-PA).
- Chinta, R. & Wasser, M. (2012). **Three-dimensional segmentation of nuclei and mitotic chromosomes for the study of cell divisions in live drosophila embryos.** Cytometry Part A, v.81A, n.1, p.52-64. DOI: [10.1002/cyto.a.21164](https://doi.org/10.1002/cyto.a.21164).

- Claxton, N. S., Fellers, T. J. & Davidson, M. W. (2006). **Microscopy, Confocal**. In: Encyclopedia of Medical Devices and Instrumentation. 2ed. Wiley-Interscience. IBSN-13: 978-04-717-3287-7.
- Cobos, S., Carvalho, M. S. & Alvarado, V. (2009). **Flow of oil-water emulsions through a constricted capillary**. International Journal of Multiphase Flow, v.35, n.6, p.507-515. DOI: [10.1016/j.ijmultiphaseflow.2009.02.018](https://doi.org/10.1016/j.ijmultiphaseflow.2009.02.018).
- Corapcioglu, Y. M., Chowdhury, S. & Roosevelt, S. E. (1997). **Micromodel visualization and quantification of solute transport in porous media**. Water Resources Research, v.33, n.11, p.2547-2558. DOI: [10.1029/97WR02115](https://doi.org/10.1029/97WR02115).
- Corey, A. T. (1986). **Mechanics of immiscible fluids in porous media**. 2ed. Water Resources Publications. 255p. IBSN-13: 978-09-183-3458-9.
- Cottin, C. *et al.* (2014). **Secondary and tertiary polymer flooding on highly permeable reservoir cores: Experimental results**. SPE EOR Conference at Oil and Gas West Asia. 1-2 April, Muscat, Oman. DOI: [10.2118/169692-MS](https://doi.org/10.2118/169692-MS).
- Dake, L. P. (1983). **Fundamentals of Reservoir Engineering**. 1ed. Elsevier Science. 462p. IBSN-13: 978-04-444-1830-2.
- Danielsson, P. (1980). **Euclidean distance mapping**. Computer Graphics and Image Processing, v.14, n.3, p.227-248. DOI: [10.1016/0146-664X\(80\)90054-4](https://doi.org/10.1016/0146-664X(80)90054-4).
- Datta, S. S. (2013). **Getting out of a tight spot: Physics of flow through porous materials**. 178p. Doctoral Dissertation. Department of Physics, Harvard University.
- Datta, S. S., Ramakrishnan, T. S. & Weitz, D. A. (2014). **Mobilization of a trapped non-wetting fluid from a three-dimensional porous medium**. Physics of Fluids, v.26, n.2, p. 022002. DOI: [10.1063/1.4866641](https://doi.org/10.1063/1.4866641).
- David, A. & Marsden, S. S. (1969). **The rheology of foam**. Fall Meeting of the Society of Petroleum Engineers of AIME. 28-30 September, Denver, USA. DOI: [10.2118/2544-MS](https://doi.org/10.2118/2544-MS).
- Davis, J. A. *et al.* (1968). **Oil recovery using micellar solutions**. American Petroleum Institute. 1 January, New York, USA.
- Davis, J. A. & Jones, S. C. (1968). **Displacement mechanisms of micellar solutions**. Journal of Petroleum Technology, v.20, n.12, p.1415-1428. DOI: [10.2118/1847-2-PA](https://doi.org/10.2118/1847-2-PA).

- Dias, R. P. *et al.* (2007). **Permeability and effective thermal conductivity of bisized porous media**. International Journal of Heat and Mass Transfer, v.50, n.7-8, p.1295-1301. DOI: [10.1016/j.ijheatmasstransfer.2006.09.039](https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2006.09.039).
- Duncanson, W. J. *et al.* (2014). **Microfluidic fabrication of perfluorohexane-shelled double emulsions for controlled loading and acoustic-triggered release of hydrophilic agents**. Langmuir, v.30, n.46, p.13765-13770. DOI: [10.1021/la502473w](https://doi.org/10.1021/la502473w).
- Engelke, B, Carvalho, M. S. & Alvarado, V. (2013). **Conceptual Darcy-scale model of oil displacement with macroemulsion**. Energy & Fuels, v.27, n.4, p.1967-1973. DOI: [10.1021/ef301429v](https://doi.org/10.1021/ef301429v).
- Farajzadeh, R. *et al.* (2012). **Foam-oil interaction in porous media: Implications for foam assisted enhanced oil recovery**. SPE EOR Conference at Oil and Gas West Asia. 16-18 April, Muscat, Oman. DOI: [10.2118/154197-MS](https://doi.org/10.2118/154197-MS).
- Felix, U., Ayodele, T. O. & Olalekan, O. (2015). **Surfactant-polymer flooding schemes (A comparative analysis)**. SPE Nigeria Annual International Conference and Exhibition. 4-6 August, Lagos, Nigeria. DOI: [10.2118/178367-MS](https://doi.org/10.2118/178367-MS).
- Foster, W. R. (1973). **A low-tension waterflooding process**. Journal of Petroleum Technology, v.25, n.2, p.205-210. DOI: [10.2118/3803-PA](https://doi.org/10.2118/3803-PA).
- Freeze, R. A. (1994). **Henry Darcy and the fountains of Dijon**. Ground Water, v.32, n.1, p.23-30. DOI: [10.1111/j.1745-6584.tb00606.x](https://doi.org/10.1111/j.1745-6584.tb00606.x).
- Friedman, M. (1976). **Porosity, permeability, and rock mechanics – A review**. The 17th U.S. Symposium on Rock Mechanics. 25-27 August, Snow Bird, USA.
- Galindo-Rosales, F. J. *et al.* (2012). **Microfluidic systems for analysis of viscoelastic fluid flow phenomena in porous media**. Microfluidics and Nanofluidics, v.12, n.1-4, p.485-498. DOI: [10.1007/s10404-011-0890-6](https://doi.org/10.1007/s10404-011-0890-6).
- Gogarty, W. B. (1976). **Status of surfactant or micellar methods**. Journal of Petroleum Technology, v.28, n.1, p.23-102. DOI: [10.2118/5559-PA](https://doi.org/10.2118/5559-PA).
- Gray, M. R. *et al.* (2008). **Potential microbial enhanced oil recovery processes: A critical analysis**. SPE Annual Technical Conference and Exhibition. 21-24 September, Denver, USA. DOI: [10.2118/114676-MS](https://doi.org/10.2118/114676-MS).

- Guilbault, G. G. (1990). **General aspects of luminescence spectroscopy**. In: Practical Fluorescence. 2ed. p.1-40, c.1. CRC Press Inc. IBSN-13: 978-08-247-8350-1.
- Guillen, V. R., Carvalho, M. S. & Alvarado, V. (2012). **Pore scale and macroscopic displacement mechanisms in emulsion flooding**. Transport in Porous Media, v.94, n.1, p.197-206. DOI: [10.1007/s11242-012-9997-9](https://doi.org/10.1007/s11242-012-9997-9).
- Guillen, V. R. *et al.* (2012a). **Capillary-driven mobility control in macro emulsion flow in porous media**. International Journal of Multiphase Flow, v.43, p.62-65. DOI: [10.1016/j.ijmultiphaseflow.2012.03.001](https://doi.org/10.1016/j.ijmultiphaseflow.2012.03.001).
- Guo, H. *et al.* (2015). **Review of capillary number in chemical enhanced oil recovery**. SPE Kuwait Oil and Gas Show and Conference. 11-14 October, Mishref, Kuwait. DOI: [10.2118/175172-MS](https://doi.org/10.2118/175172-MS).
- Honarpour, M. M, Koederitz, L. F. & Harvey, A. H. (1986). **Relative Permeability of Petroleum Reservoirs**. 1ed. CRC Press. 152p. IBSN-13: 978-0849357398.
- Hornbrook, J. W., Castanier, L. M. & Pettit, P. A. (1991). **Observation of foam/oil interactions in a new, high-resolution micromodel**. SPE Annual Technical Conference and Exhibition. 6-9 October, Dallas, USA. DOI: [10.2118/22631-MS](https://doi.org/10.2118/22631-MS).
- Howe, A. M., Clarke, A. & Giernalczyk, D. (2015). **Flow of concentrated viscoelastic polymer solutions in porous media: effect of M_w and concentration on elastic turbulence onset in various geometries**. Soft Matter, v.11, n.32, p.6419-6431. DOI: [10.1039/C5SM01042J](https://doi.org/10.1039/C5SM01042J).
- Johannesen, E. B. & Graue, A. (2007). **Mobilization of remaining oil – Emphasis on capillary number and wettability**. International Oil Conference and Exhibition. 27-30 June, Veracruz, Mexico. DOI: [10.2118/108724-MS](https://doi.org/10.2118/108724-MS).
- Jones, K. H. & Senft, J. A. (1985). **An improved method to determine cell viability by simultaneous staining with fluorescein diacetate-propidium iodide**. Journal of Histochemistry & Cytochemistry, v.33, n.1, p.77-79. DOI: [10.1177/33.1.2578146](https://doi.org/10.1177/33.1.2578146).
- Kalpakci, B. *et al.* (1981). **Flow Characteristics of surfactant solutions in porous media and their role in permeability modification**. Society of Petroleum Engineers Journal, v.21, n.6, p.709-720. DOI: [10.2118/9930-PA](https://doi.org/10.2118/9930-PA).

- Karadimitriou, N. K. & Hassanizadeh, S. M. (2012). **A review of micromodels and their use in two-phase flow studies**. *Vadoze Zone Journal*, v.11, n.3. DOI: [10.2136/vzj2011.0072](https://doi.org/10.2136/vzj2011.0072).
- Kokal, S. L. (2005). **Crude-oil emulsions: A state-of-art review**. *SPE Production & Facilities*, v.20, n.1, p.5-13. DOI: [10.2118/77497-PA](https://doi.org/10.2118/77497-PA).
- Krummel, A. T. *et al.* (2013). **Visualizing multiphase flow and trapped fluid configurations in a model three-dimensional porous medium**. *AIChE Journal*, v.59, n.3, p.1022-1029. DOI: [10.1002/aic.14005](https://doi.org/10.1002/aic.14005).
- Lake, L. W. (1996). **Enhanced Oil Recovery**. 1ed. Prentice Hall. 600p. ISBN-13: 978-0132816014.
- Lakowicz, J. R. (2006). **Introduction to Fluorescence**. In: *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. 2ed, p.1-26. Springer. ISBN-13: 978-0-387-46312-4.
- Lakowicz, J. R. (2006a). **Fluorophores**. In: *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. 2ed, p.63-95. Springer. ISBN-13: 978-0-387-46312-4.
- Larson, R. G. (1998). **The Structure and Rheology of Complex Fluids (Topics in Chemical Engineering)**. 1ed. Oxford University Press. 688p. ISBN-13: 978-0195121971.
- Lenormand, R. (1986). **Pattern growth and fluid displacements through porous media**. *Physica A: Statistical Mechanics and its Application*, v.140, n.1-2, p.114-123. DOI: [10.1016/0378-4371\(86\)90211-6](https://doi.org/10.1016/0378-4371(86)90211-6).
- Li, C. H. & Lee, C. K. (1993). **Minimum cross entropy thresholding**. *Pattern Recognition*, v.26, n.4, p.617-625. DOI: [10.1016/0031-3203\(93\)90115-D](https://doi.org/10.1016/0031-3203(93)90115-D).
- Li, C. H. & Tam, P. K. S. (1998). **An iterative algorithm for minimum cross entropy thresholding**. *Pattern Recognition Letters*, v.19, n.8, p.771-776. DOI: [10.1016/S0167-8655\(98\)00057-9](https://doi.org/10.1016/S0167-8655(98)00057-9).
- Lichtman, J. W. & Conchello, J. (2005). **Fluorescence microscopy**. *Nature Methods*, v.2, n.12, p.910-919. DOI: [10.1038/nmeth817](https://doi.org/10.1038/nmeth817).
- Lima, N. M. (2015). **Análise do deslocamento de óleo por soluções poliméricas em microescala**. 80p. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Mecânica. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.
- Macosko, C. W. (1994). **Rheology: Principles, Measurements, and Applications**. 1ed. Wiley-VCH. 568p. ISBN-13: 978-0471185758.

- Marr, D. & Hildreth, E. (1980). **Theory of edge detection**. Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences, v.207, n.1167, p.187-207. DOI: [10.1098/rspb.1980.0020](https://doi.org/10.1098/rspb.1980.0020).
- Melrose, J. C. & Brandner, C. F. (1974). **Role of capillary forces in determining microscopic displacement efficiency for oil recovery by waterflooding**. Journal of Canadian Petroleum Technology, v.13, n.4. DOI: [10.2118/74-04-05](https://doi.org/10.2118/74-04-05).
- Mercer, J. W. & Cohen, R. M. (1990). **A review of immiscible fluids in the subsurface: properties, models, characterization and remediation**. Journal of Contaminant Hydrology, v.6, n.2, p.107-163. DOI: [10.1016/0169-7722\(90\)90043-G](https://doi.org/10.1016/0169-7722(90)90043-G).
- Meybodi, H. E., Kharrat, R. & Araghi, M. N. (2011). **Experimental studying of pore morphology and wettability effects on microscopic and macroscopic displacement efficiency of polymer flooding**. Journal of Petroleum Science and Engineering, v.78, n.2, p.347-363. DOI: [10.1016/j.petrol.2011.07.004](https://doi.org/10.1016/j.petrol.2011.07.004).
- Meybodi, H. E., Kharrat, R. & Wang, X. (2011a). **Study of microscopic and macroscopic displacement behaviors of polymer solution in water-wet and oil-wet media**. Transport in Porous Media, v.89, n.1, p.97-120. DOI: [10.1007/s11242-011-9754-5](https://doi.org/10.1007/s11242-011-9754-5).
- Minsky, M. (1988). **Memoir on inventing the confocal scanning microscope**. Scanning, v.10, n.4, p.128-138. DOI: [10.1002/sca.4950100403](https://doi.org/10.1002/sca.4950100403).
- Mohanty, K. K., Davis, H. T. & Scriven, L. E. (1987). **Physics of oil entrapment in water-wet rock**. SPE Reservoir Engineering, v.2, n.1, p.113-128. DOI: [10.2118/9406-PA](https://doi.org/10.2118/9406-PA).
- Montemagno, C. D. & Gray, W. G. (1995). **Photoluminescent volumetric imaging: A technique for the exploration of multiphase flow and transport in porous media**. Geophysical Research Letters, v.22, n.4, p.425-428. DOI: [10.1029/94GL02697](https://doi.org/10.1029/94GL02697).
- Morrow, N. R. (1979). **Interplay of capillary, viscous and buoyancy forces in the mobilization of residual oil**. Journal of Canadian Petroleum Technology, v.18, n.3, p.35-46. DOI: [10.2118/79-03-03](https://doi.org/10.2118/79-03-03).
- Morrow, N. R. (1990). **Wettability and its effect on oil recovery**. Journal of Petroleum Technology, v.42, n.12, p.1476-1484. DOI: [10.2118/21621-PA](https://doi.org/10.2118/21621-PA).
- Nascimento, D. F. *et al.* (2017). **Flow of tunable elastic microcapsules through constrictions**. Scientific Reports, submitted.

- Needham, R. B. & Doe, P. H. (1987). **Polymer Flooding Review**. Journal of Petroleum Technology, v.39, n.12, p.1503-1507. DOI: [10.2118/17140-PA](https://doi.org/10.2118/17140-PA).
- Nilsson, M. A. *et al.* (2013). **Effect of fluid rheology on enhanced oil recovery in a microfluidic sandstone device**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v.202, p.112-119. DOI: [10.1016/j.jnnfm.2013.09.011](https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2013.09.011).
- Oren, P. E., Billiotte, J. & Pinczewski, W. V. (1992). **Mobilization of waterflood residual oil by gas injection for water-wet conditions**. SPE Formation Evaluation, v.7, n.1, p.70-78. DOI: [10.2118/20185-PA](https://doi.org/10.2118/20185-PA).
- Otsu, N. (1979). **A threshold selection method from gray-level histograms**. IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics, v.9, n.1, p.62-66. DOI: [10.1109/TSMC.1979.4310076](https://doi.org/10.1109/TSMC.1979.4310076).
- Ou, B., Hampsch-Woodill, M. & Prior, R. L. (2001). **Development and validation of an improved oxygen radical absorbance capacity assay using fluorescein as the fluorescent probe**. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v.49, n.10, p.4619-4626. DOI: [10.1021/jf010586o](https://doi.org/10.1021/jf010586o).
- Pankow, J. F. (1988). **Dense Chlorinated Solvents in Porous and Fractured Media**. 1ed. CRC Press. 176p. IBSN-13: 978-0873711210.
- Payatakes, A. C. (1982). **Dynamics of oil ganglia during immiscible displacement in water-wet porous media**. Annual Review of Fluid Mechanics, v.14, n.1, p.365-393. DOI: [10.1146/annurev.fl.14.010182.002053](https://doi.org/10.1146/annurev.fl.14.010182.002053).
- Pun, T. (1981). **Entropic thresholding, a new approach**. Computer Graphics and Image Processing, v.16, n.3, p.210-239. DOI: [10.1016/0146-664X\(81\)90038-1](https://doi.org/10.1016/0146-664X(81)90038-1).
- Rachik, M. *et al.* (2006). **Identification of the elastic properties of an artificial capsule membrane with the compression test: Effect of thickness**. Journal of Colloid and Interface Science, v.301, n.1, p.217-226. DOI: [10.1016/j.jcis.2006.04.062](https://doi.org/10.1016/j.jcis.2006.04.062).
- Rajasekaran, B. *et al.* (2016). **Object segmentation and ground truth in 3D embryonic imaging**. PLOS ONE, v.11, n.6. DOI: [10.1371/journal.pone.0150853](https://doi.org/10.1371/journal.pone.0150853).
- Romero, M. I. & Carvalho, M. S. (2011). **Experiments and network model of flow of oil-water emulsion in porous media**. Physical Review E, v.84, n.4. DOI: [10.1103/PhysRevE.84.046305](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.84.046305).
- Roof, J. G. (1970). **Snap-off of oil droplets in water-wet pores**. Society of Petroleum Engineers Journal, v.10, n.1, p.85-90. DOI: [10.2118/2504-PA](https://doi.org/10.2118/2504-PA).

- Rosa, A. J. *et al.* (2006). **Engenharia de Reservatórios de Petróleo**. 1ed. Interciência. 808p. IBSN-13: 978-8571931350.
- Russ, J. C. (2016). **The Image Processing Handbook**. 7ed. CRC Press. 1053p. IBSN-13: 978-1498740265.
- Salathiel, R. A. (1973). **Oil recovery by surface film drainage in mixed-wettability rocks**. Journal of Petroleum Technology, v.25, n.10, p.1216-1224. DOI: [10.2118/4104-PA](https://doi.org/10.2118/4104-PA).
- Sandiford, B. B. (1964). **Laboratory and field studies of water floods using polymer solutions to increase oil recoveries**. Journal of Petroleum Technology, v.16, n.8, p.917-922. DOI: [10.2118/844-PA](https://doi.org/10.2118/844-PA).
- Schowalter, T. T. (1979). **Mechanics of secondary hydrocarbon migration and entrapment**. AAPG Bulletin, v.63, n.5, p.723-760. DOI: [10.1306/2F9182CA-16CE-11D7-8645000102C1865D](https://doi.org/10.1306/2F9182CA-16CE-11D7-8645000102C1865D).
- Semwogerere, D. & Weeks, E. R. (2005). **Confocal Microscopy**. Encyclopedia of Biomaterials and Biomedical Engineering, p.1-10. DOI: [10.1081/E-EBBE-120024153](https://doi.org/10.1081/E-EBBE-120024153).
- Sheng, J. J. (2013). **A comprehensive review of alkaline-surfactant-polymer (ASP) flooding**. SPE Western Regional & AAPG Pacific Section Meeting 2013 Joint Technical Conference. 19-25 April, Monterey, USA. DOI: [10.2118/165358-MS](https://doi.org/10.2118/165358-MS).
- Sheng, J. J., Leonhardt, B., & Azri, N. (2015). **Status of polymer-flooding technology**. Journal of Canadian Petroleum Technology, v.54, n.2, p.116-126. DOI: [10.2118/174541-PA](https://doi.org/10.2118/174541-PA).
- Silva, J. D. F. *et al.* (2015). **Microemulsões: Componentes, características, potencialidades em química de alimentos e outras aplicações**. Química Nova, v.37, n.8, p.1318-1323. DOI: [10.5935/0100-4042.20150135](https://doi.org/10.5935/0100-4042.20150135).
- Siqueira, I. R. (2016). **Slot coating flows of elliptical particle suspension**. 128p. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Mecânica. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.
- Sjöback, R., Nygren, J. & Kubista, M. (1995). **Absorption and fluorescence properties of fluorescein**. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, v.51, n.6, p.7-21. DOI: [10.1016/0584-8539\(95\)01421-P](https://doi.org/10.1016/0584-8539(95)01421-P).
- Soffian, R. M. & Niven, T. L. (1993). **Emulsion treatment program**. SPE Asia Pacific Oil and Gas Conference. 8-10 February, Singapore. DOI: [10.2118/25346-MS](https://doi.org/10.2118/25346-MS).

- Sorbie, K. S. (1991). **Polymer-Improved Oil Recovery**. 1ed. Springer. 359p. IBSN-13: 978-0216926936.
- Spring, K. R. (2001). **Detectors for Fluorescence Microscopy**. In: Methods in Cellular Imaging. 1ed. p.40-52. Springer. IBSN-13: 978-1-4614-7513-2.
- Stöhr, M., Roth, K. & Jähne, B. (2003). **Measurement of 3D pore-scale flow in index-matched porous media**. Experiments in Fluids, v.35, n.2, p.159-166. DOI: [10.1007/s00348-003-0641-x](https://doi.org/10.1007/s00348-003-0641-x).
- Stroock, A. D. *et al.* (2002). **Chaotic mixer for microchannels**. Science, v.295, n.5555. DOI: [10.1126/science.1066238](https://doi.org/10.1126/science.1066238).
- Sun, B (2016). **Multiphase Flow in Oil and Gas Well Drilling**. 1ed. Wiley. 250p. IBSN-13: 978-1118720257.
- Sunmonu, R. M. & Onyekonwu, M. (2013). **Enhanced oil recovery using foam injection; a mechanistic approach**. SPE Nigeria Annual International Conference and Exhibition. 5-7 August, Lagos, Nigeria. DOI: [10.2118/167589-MS](https://doi.org/10.2118/167589-MS).
- Thomas, J. E. *et al.* (2004). **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2ed. Interciência. 272p. IBSN-13: 978-8571930995.
- Thomas, S. (2008). **Enhanced oil recovery- an overview**. Oil & Gas Science and Technology, v.63, n.1, p.9-19. DOI: [10.2516/ogst:2007060](https://doi.org/10.2516/ogst:2007060).
- Toyoshima, Y. *et al.* (2016). **Accurate automatic detection of densely distributed cell nuclei in 3D space**. PLOS Computational Biology, v.12, n.6. DOI: [10.1371/journal.pcbi.1004970](https://doi.org/10.1371/journal.pcbi.1004970).
- Treiber, L. E. & Owens, W. W. (1972). **A laboratory evaluation of the wettability of fifty oil-production reservoirs**. Society of Petroleum Engineers Journal, v.12, n.6, p.531-540. DOI: [10.2118/3526-PA](https://doi.org/10.2118/3526-PA).
- Vieira, P. R. M. & Paciornik, S. (2001). **Uncertainty evaluation of metallographic measurements by image analysis and thermodynamic modeling**. Materials Characterization, v.47, n.3-4, p.219-226. DOI: [10.1016/S1044-5803\(01\)00171-1](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(01)00171-1).
- Vilanova, N. *et al.* (2013). **Fabrication of novel silicone capsules with tunable mechanical properties by microfluidic techniques**. ACS Applied Materials & Interfaces, v.5, n.11, p.5247-5252. DOI: [10.1021/am4010896](https://doi.org/10.1021/am4010896).

- Villaume, J. F. (1985). **Investigations at sites contaminated with dense, non-aqueous phase liquids (NAPLs)**. Ground Water Monitoring & Remediation, v.5, n.2, p.60-74. DOI: [10.1111/j.1745-6592.1985.tb00925.x](https://doi.org/10.1111/j.1745-6592.1985.tb00925.x).
- Wang, D. *et al.* (2000). **Viscous-elastic polymer can increase microscale displacement efficiency in cores**. SPE Annual Technical Conference and Exhibition. 1-4 October, Dallas, USA. DOI: [10.2118/63227-MS](https://doi.org/10.2118/63227-MS).
- Wang, D. *et al.* (2001). **Viscous-elastic fluids can mobilize oil remaining after water-flood by force parallel to the oil-water interface**. SPE Asia Pacific Improved Oil Recovery Conference. 6-9 October, Kuala Lumpur, Malaysia. DOI: [10.2118/72123-MS](https://doi.org/10.2118/72123-MS).
- Wang, D. *et al.* (2008). **Sweep-improvement options for the daqing oil field**. SPE Reservoir Evaluation & Engineering, v.11, n.1, p.18-26. DOI: [10.2118/99441-PA](https://doi.org/10.2118/99441-PA).
- Wang, J., Dong, M. & Asghari, K. (2006). **Effect of oil viscosity on heavy oil-water relative permeability curves**. SPE/DOE Symposium on Improved Oil Recovery. 22-26 April, Tulsa, USA. DOI: [10.2118/99763-MS](https://doi.org/10.2118/99763-MS).
- Wardlaw, N. C. (1980). **The effects of pore structure on displacement efficiency in reservoir rocks and in glass micromodels**. SPE Enhanced Oil Recovery Symposium. 20-23 April, Tulsa, USA. DOI: [10.2118/8843-MS](https://doi.org/10.2118/8843-MS).
- Weeks, A. R. (1996). **Fundamentals of Electronic Image Processing**. 1ed. Wiley-IEEE Press. 576p. IBSB-13: 978-0780334106.
- Wertheim, D. *et al.* (2017). **High resolution 3D confocal microscope imaging of volcanic ash particles**. Science of The Total Environment, v.590, p. 838-842. DOI: [10.1016/j.scitotenv.2017.02.230](https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.02.230).
- Widholm, J. M. (1972). **The use of fluorescein diacetate and phenosafranine for determining viability of cultured plant cells**. Stain Technology, v.47, n.4, p.189-194. DOI: [10.3109/10520297209116483](https://doi.org/10.3109/10520297209116483).
- Young, I. T., Gerbrands, J. J. & van Viliet, L. J. (2009). **Fundamentals of image processing**. In: The Digital Signal Processing Handbook. 1ed. p. 1-85. c.13. CRC Press. IBSN-13: 978-1-4200-4608-3.
- Zang, W. (1998). **Application of photo-luminescent volumetric imaging in multiphase dynamics in porous media**. 173p. Master Dissertation. Cornell University.

APÊNDICE A

Macro utilizada no IMAGEJ para realizar o processamento das imagens

```
run ("Enhance Contrast...", "saturated=0.3 normalize process_all");  
run ("Sigma Filter Plus", "radius=2 use=2 minimum=0.2 outlier stack");  
setAutoThreshold ("Li");  
setOption ("BlackBackground", true);  
run ("Convert to Mask", "method=Li background=Dark calculate black");
```

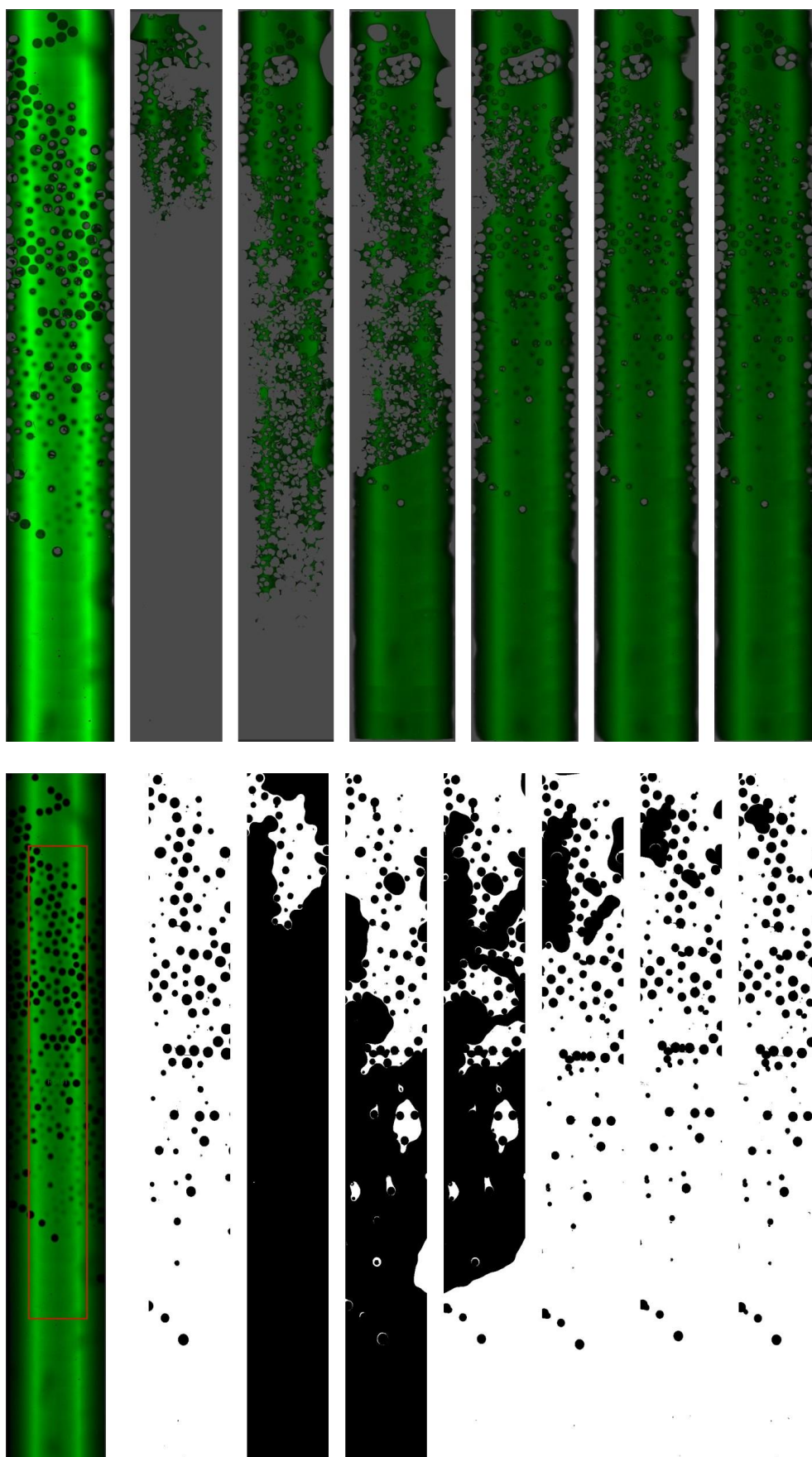

APÊNDICE B

Esse apêndice apresenta as imagens tridimensionais de cada uma das etapas dos testes de variação gradual da vazão de injeção e dos testes de injeção da suspensão de microcápsulas, tanto das microcápsulas 10:1, quanto das microcápsulas 20:1, de todos os CHIP's utilizados neste trabalho.

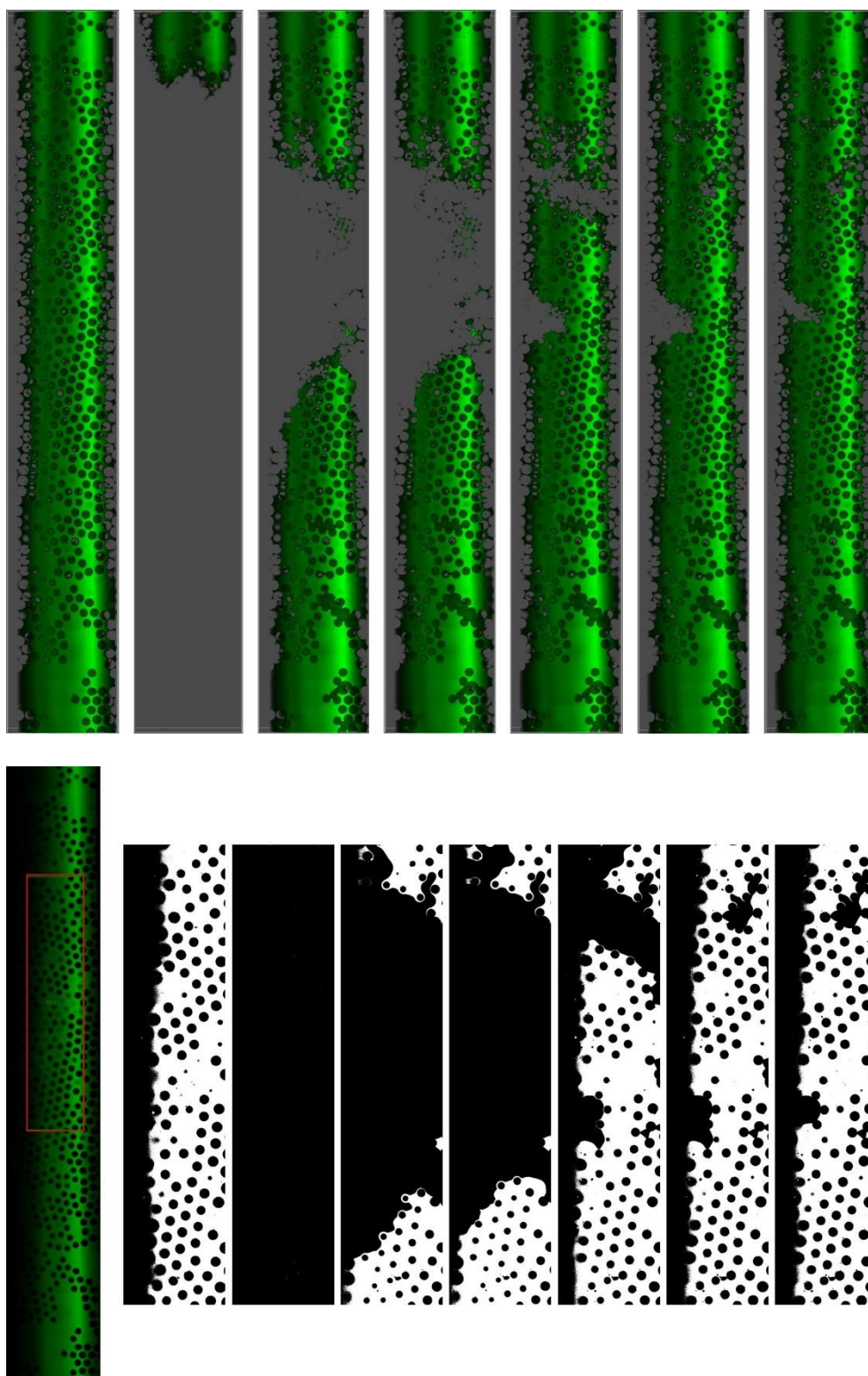
Nos testes de variação gradual da vazão de injeção a primeira imagem demonstra o meio poroso saturado com a fase aquosa de modo a mapear a estrutura porosa do micromodelo, a segunda ilustra tal micromodelo saturado com a fase oleosa, ficando esse CHIP pronto para o início do teste. Seguindo o procedimento experimental descrito neste trabalho, as imagens seguintes demonstram o micromodelo com sua saturação final da fase aquosa, após a injeção do fluido deslocante, logo após alcançar o regime permanente, onde a saturação das fases não muda. A segunda imagem mostra o volume de análise adotado em relação ao volume total mapeado do micromodelo, bem como a imagem processada da primeira camada desse volume de análise, de cada uma das etapas do teste.

As imagens referentes aos testes de injeção da suspensão de microcápsulas seguem o mesmo princípio da descrição do teste anterior. Algumas delas possuem círculos vermelhos, que indicam onde ficaram aprisionadas as microcápsulas injetadas durante a realização dos testes

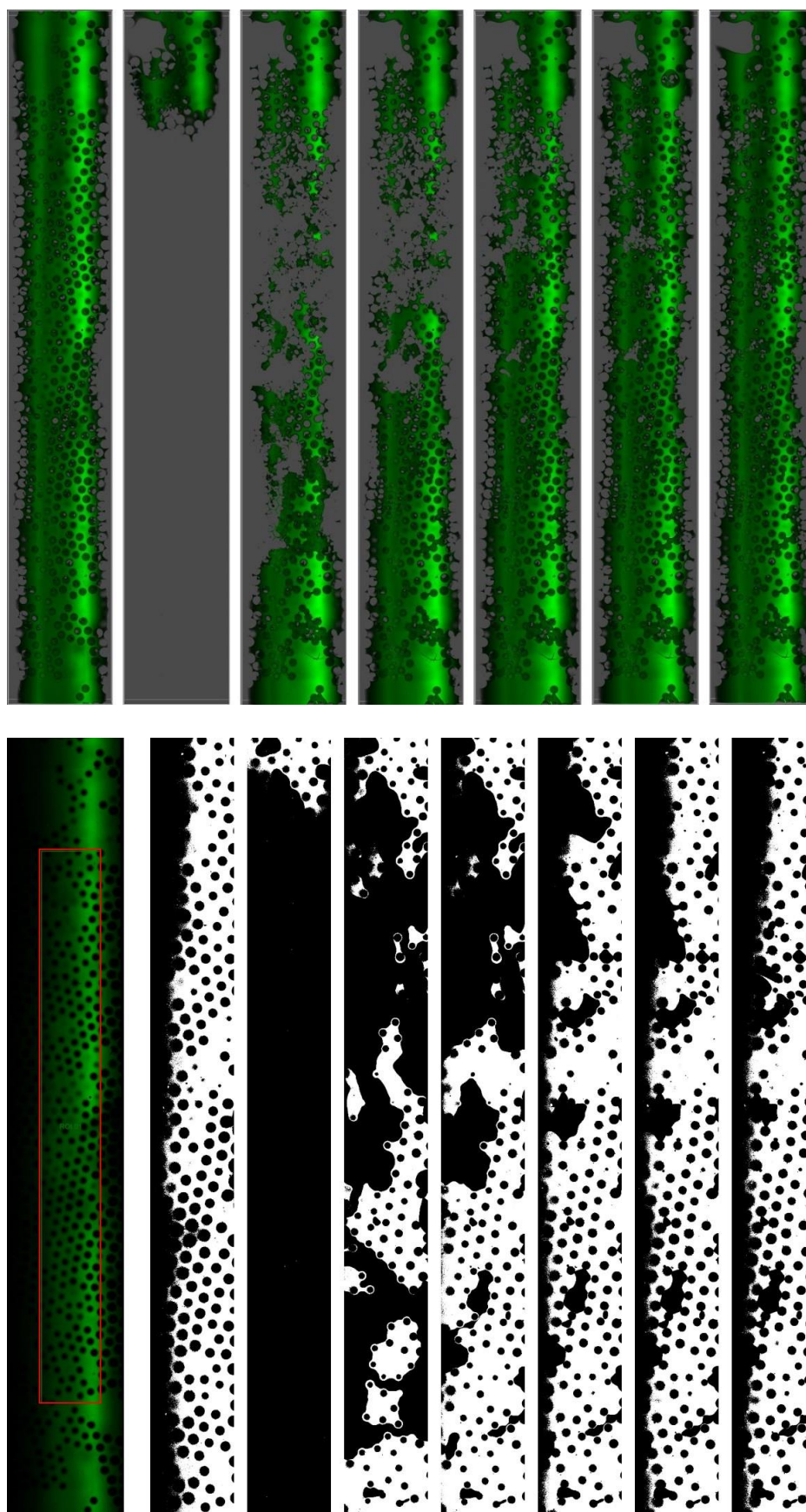
CHIP A – Teste de vazão variável



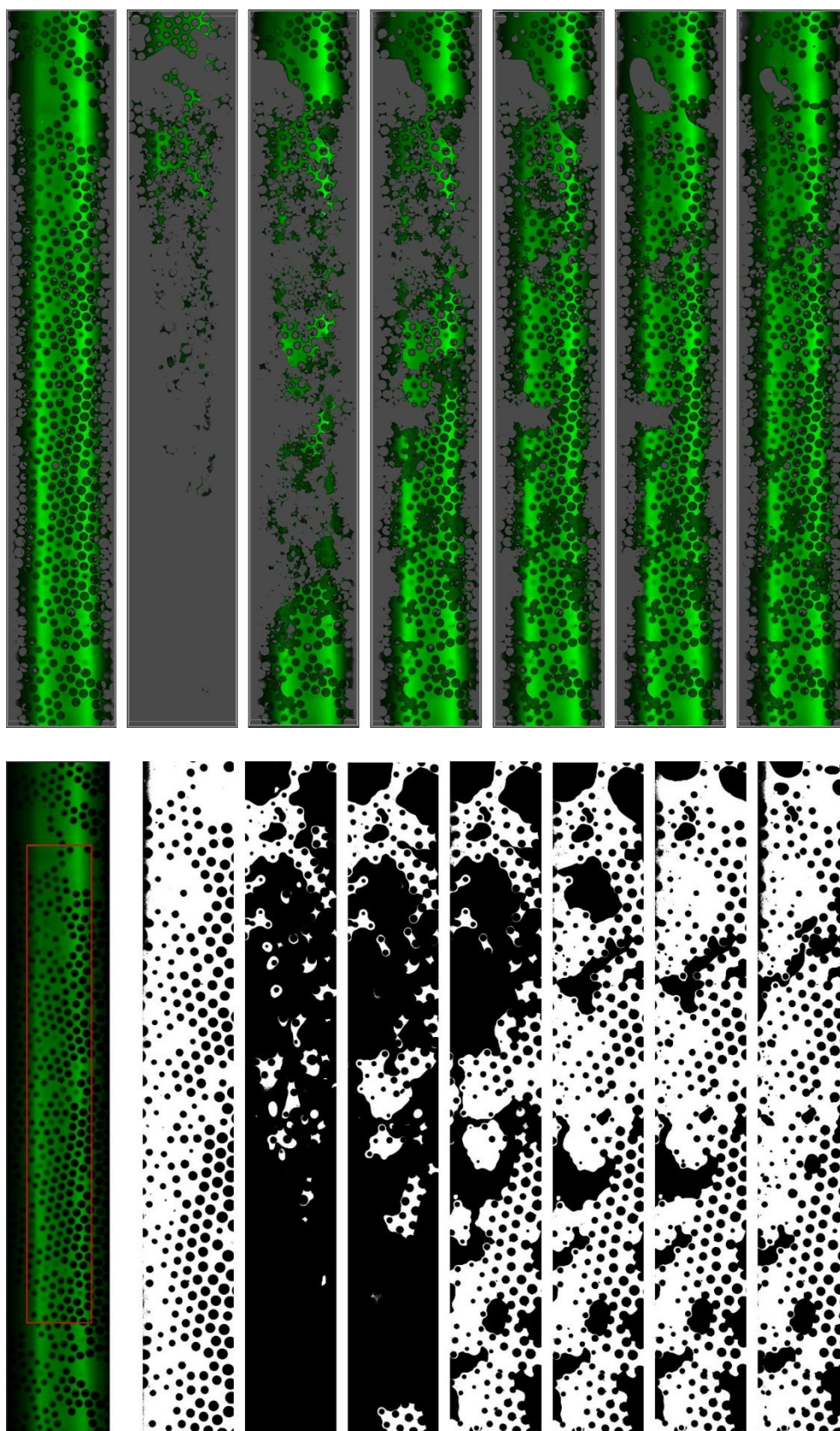
CHIP C – Teste de vazão variável (TESTE 3)



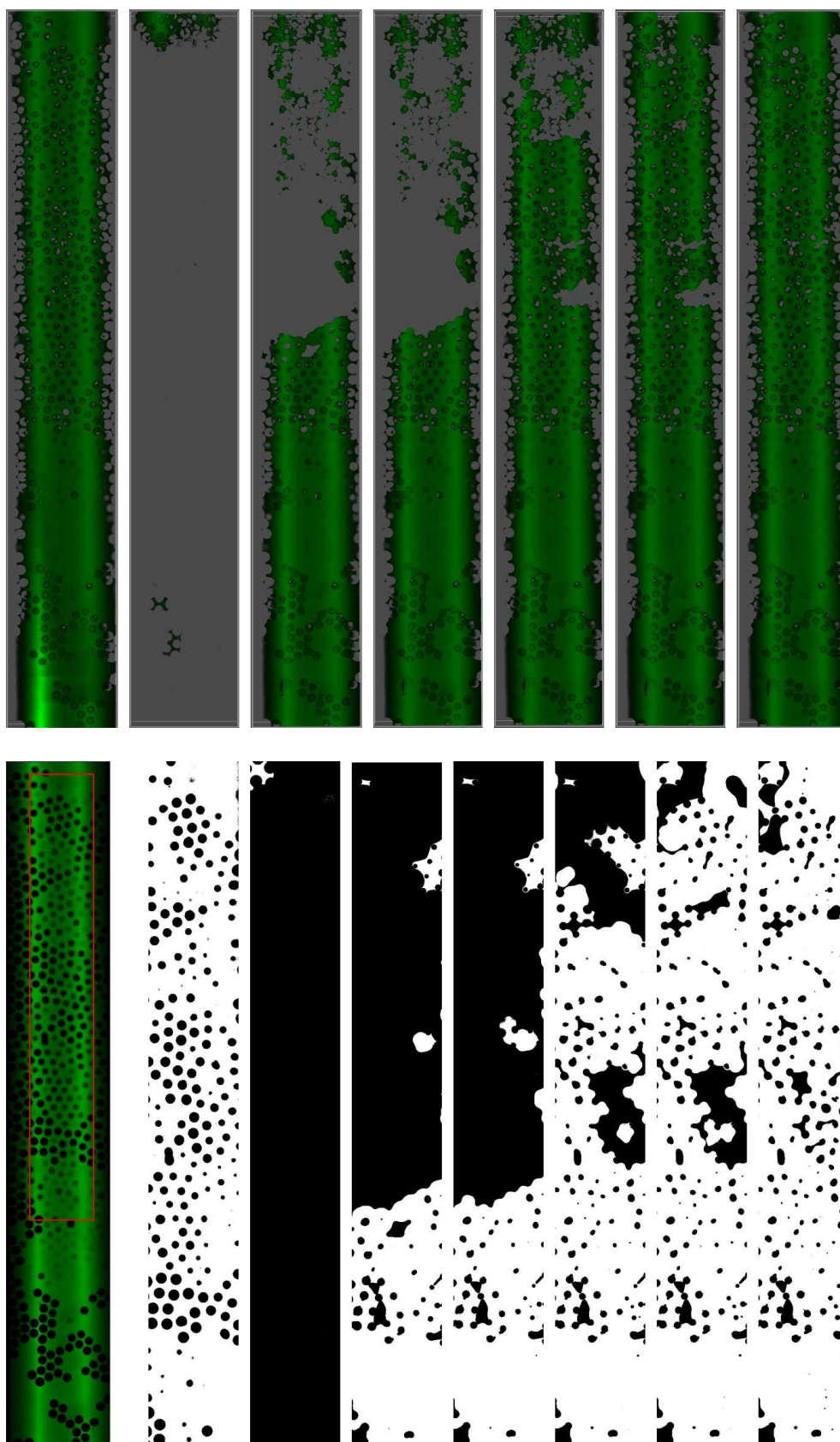
CHIP C – Teste de vazão variável (TESTE 4)



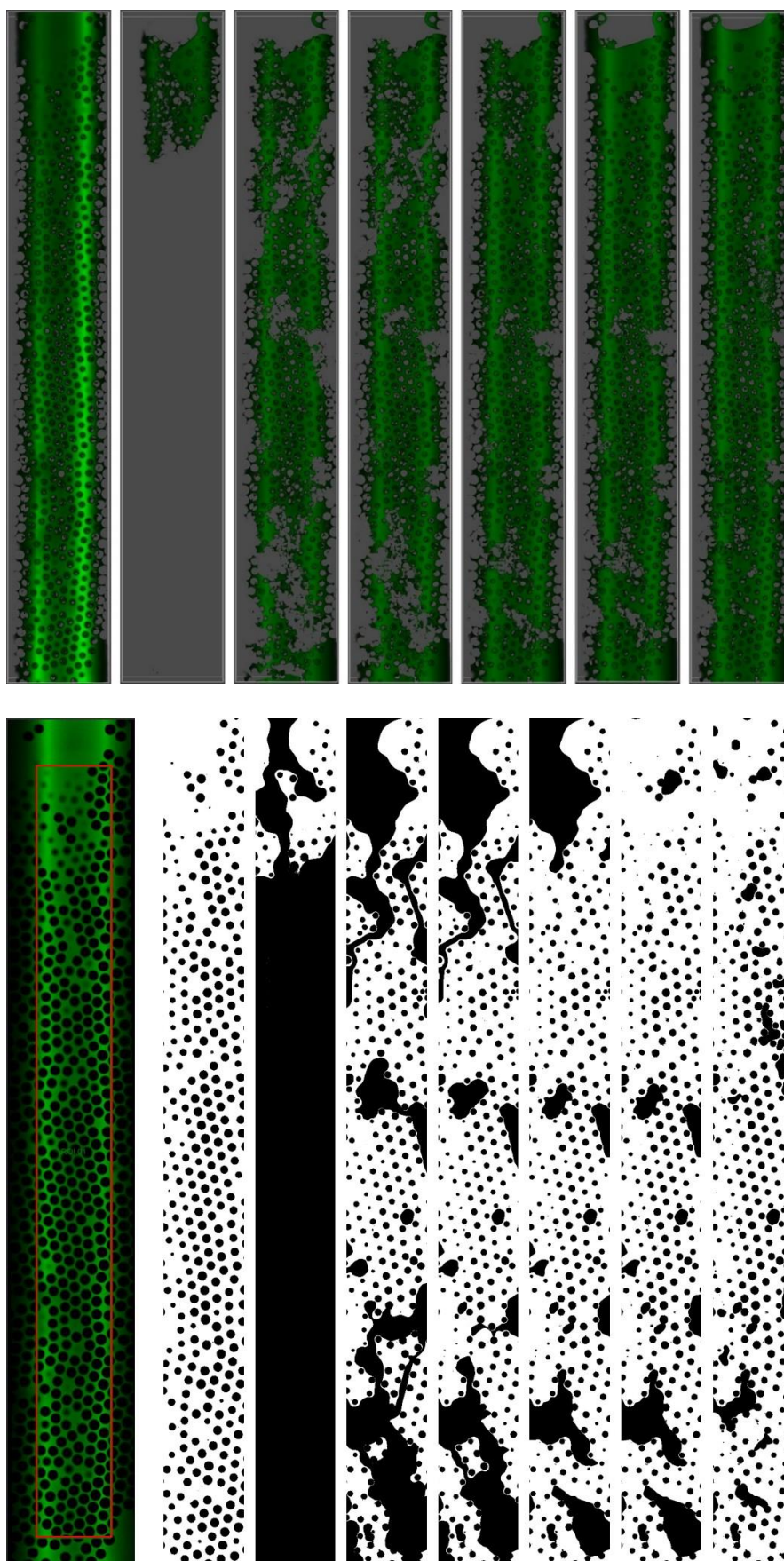
CHIP C – Teste de vazão variável (TESTE 5)



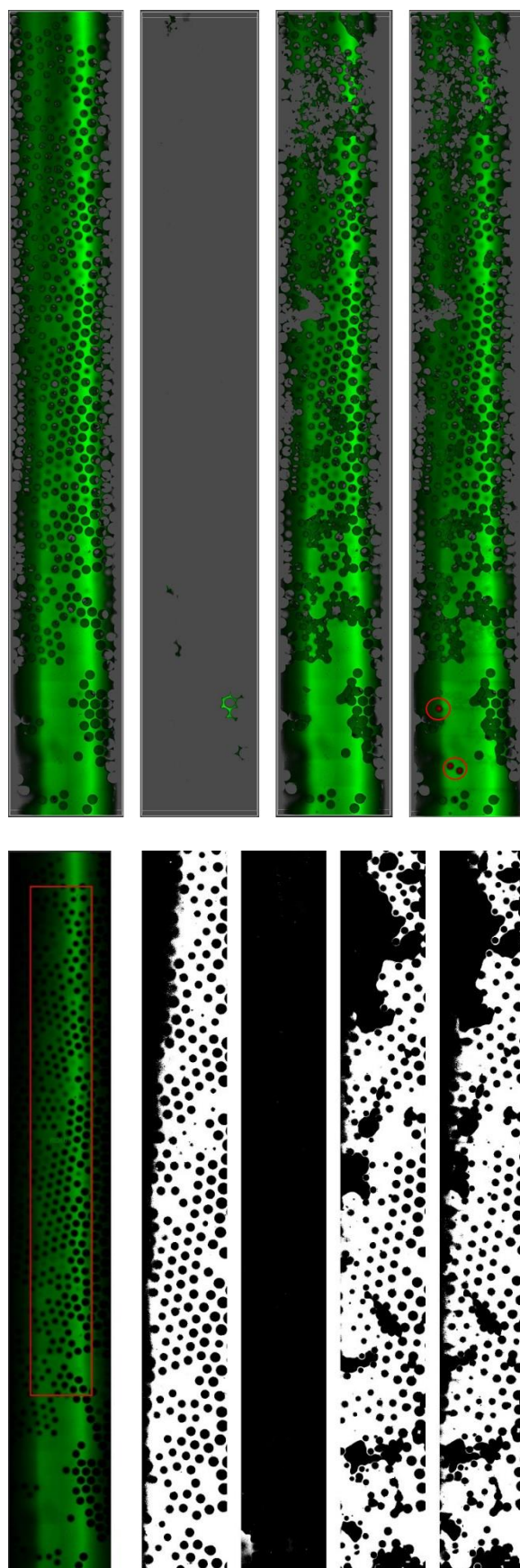
CHIP D – Teste de vazão variável



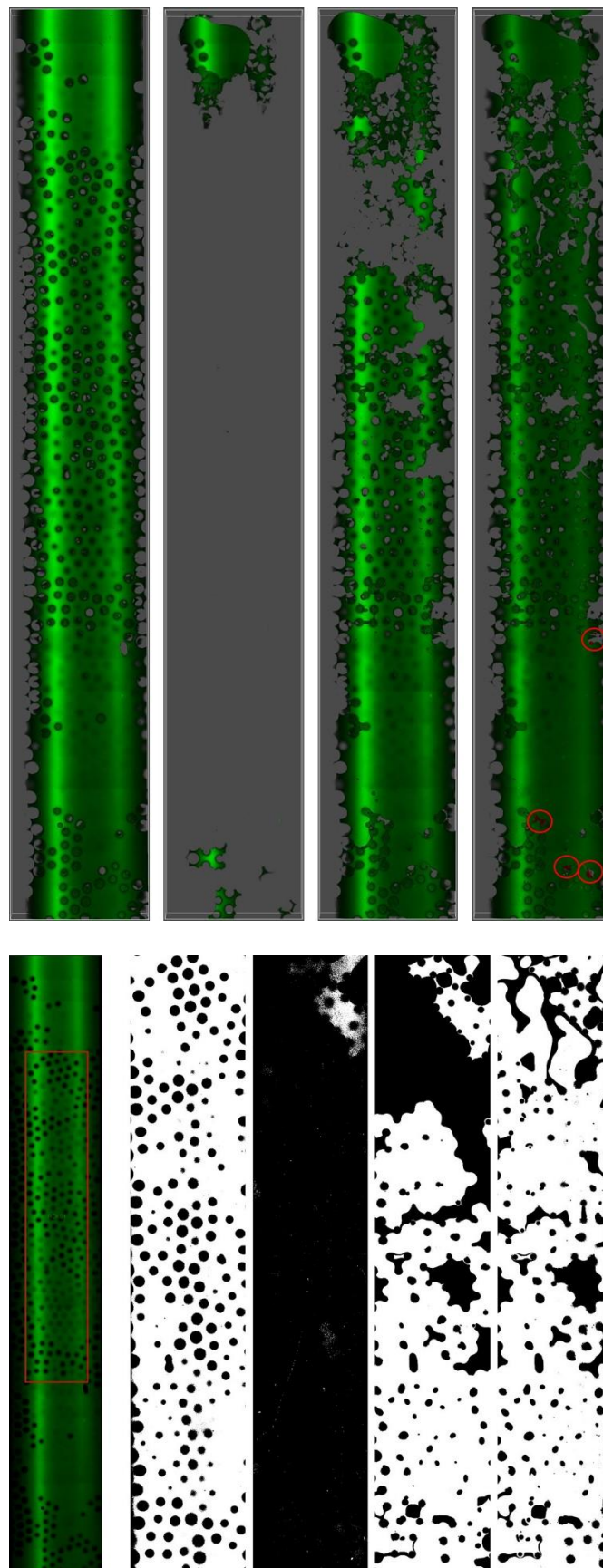
CHIP E – Teste de vazão variável



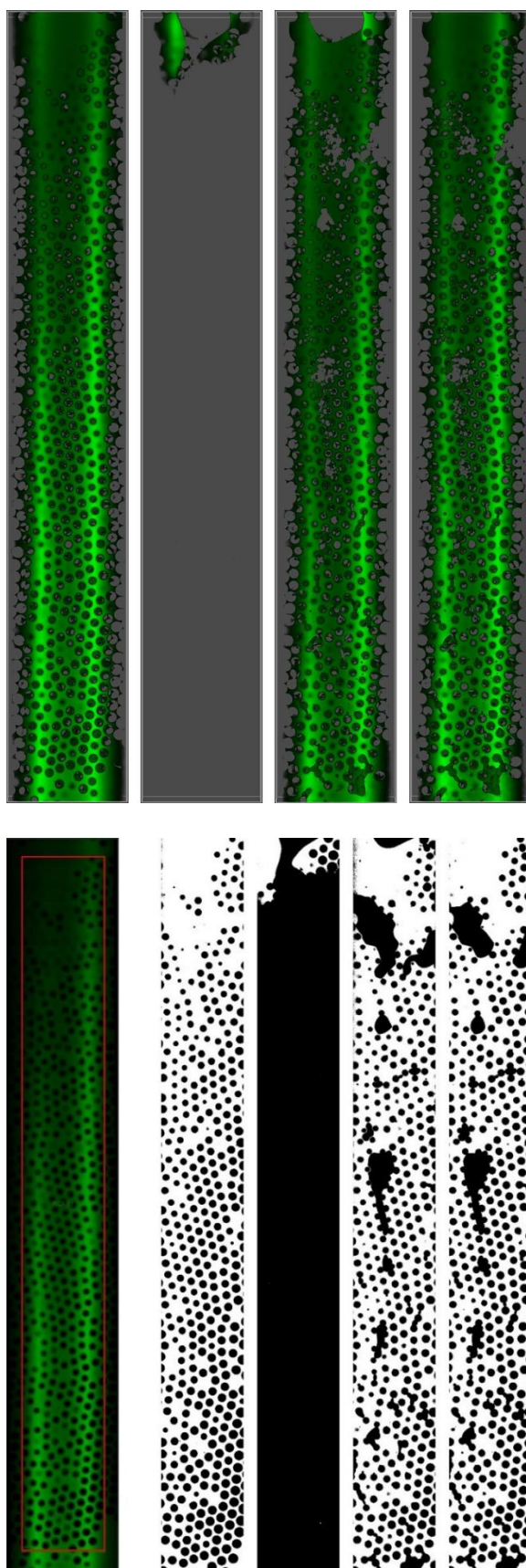
CHIP C – Teste de injeção das microcápsulas 10:1



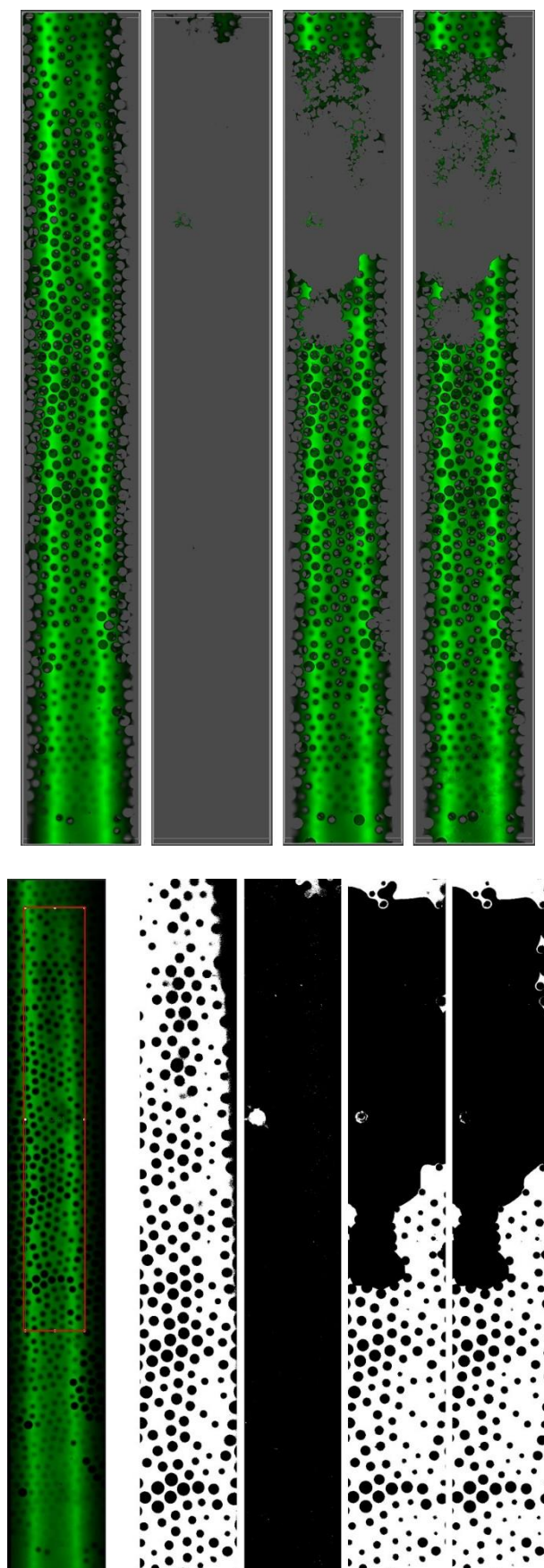
CHIP D – Teste de injeção das microcápsulas 10:1



CHIP E – Teste de injeção das microcápsulas 10:1



CHIP F – Teste de injeção das microcápsulas 20:1



CHIP G – Teste de injeção das microcápsulas 20:1

