

3. Abordagem Experimental

Este capítulo aborda os materiais e bancada experimental utilizada no estudo e visualização do processo de deslocamento de óleo por injeção de emulsões do tipo óleo em água através de um meio poroso. Esta abordagem consistiu basicamente de três procedimentos principais: preparação e caracterização das emulsões, montagem da bancada experimental com seus componentes e visualização do processo de injeção de emulsões através de um micromodelo 2D. A parte experimental desta pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Microhidrodinâmica e Escoamento em Meios Porosos do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio.

3.1 Materiais

Nesta seção, será feita inicialmente uma descrição das propriedades dos componentes e principais características da emulsão utilizada neste estudo.

3.1.1 Fase Contínua

A fase contínua das emulsões foi constituída por uma solução de água destilada colorida com um marcador azul para obter uma melhor visualização das áreas do meio poroso, saturadas e varridas com água. A concentração básica na utilização do corante foi de uma parte para 1000, ou seja; 1 g ou 1 mL do corante para 1.000 g ou 1.000 mL de base a colorir.

Do mesmo modo, foi adicionado um surfactante para manter a estabilidade do sistema e diminuir a tensão interfacial entre as fases da emulsão. A escolha do surfactante é baseada no tipo de emulsão que se quer obter, água em óleo ou óleo em água. Para garantir uma emulsão do tipo óleo em água, foi utilizado o surfactante comercial utilizado foi o STEOL CS-330 (Lauril Éter Sulfato de Sódio) derivado de álcoois graxos e fornecido por Stepan®.

A concentração do surfactante utilizada foi baseada na sua CMC (concentração micelar crítica) e na concentração da fase interna. O objetivo é recobrir todas as gotas da fase interna com moléculas de surfactante e desta forma evitar a coalescência de gotas uma vez formada a emulsão. A concentração do surfactante foi de 2.5 vezes sua concentração micelar crítica (*concentração micelar crítica: 449 mg/L*). Para uma completa dissolução do surfactante na solução, foi empregada uma placa agitadora magnética FISATOM 761, com velocidade constante durante duas horas. As propriedades do STEOL CS-330 são dadas na Tabela 3.1.

Tabela 3. 1 Propriedades do Surfactante STEOL CS-330.

<http://www.stepan.com/pdfs/Bulletins/STEOLCS330.pdf>

Propriedade	Valor
Aparência (25 °C)	Líquido Claro
Densidade (25 °C), g/mL	1.03
Viscosidade (25 °C), cP	62
Concentração micelar Crítica, mg/L	449

3.1.2 Fase Dispersa

O óleo utilizado tanto para preparar as emulsões quanto para saturar o meio poroso foi o óleo do AGEKOM 500PS de base parafínica e de origem mineral. A Tabela 3.2, apresenta algumas propriedades físicas de interesse do óleo utilizado, características estimadas no Laboratório de Caracterização de Fluidos da PUC-Rio.

Tabela 3. 2 Propriedades do óleo mineral AGEKOM 500PS a temperatura de 25 °C

<http://www.agecom.com.br/produtos/quimica/oleos-minerais-basicos>

Propriedade	Valor
Densidade, g/mL	0.882
Viscosidade Dinâmica, cP	192.4

3.1.3 Características da Emulsão

Foram preparadas emulsões do tipo óleo em água a partir das fases anteriormente mencionadas. Nesta análise, a concentração volumétrica da fase dispersa, considerada na formulação das emulsões, foi de 5% (valores acima desta percentagem são considerados não rentáveis economicamente) em volume de óleo. Um agitador do tipo IKA ULTRA TURRAX® T25 foi usado para dispersar a fase oleíca. Através do equipamento MasterSizer 2000 e utilizando um método óptico foi possível medir a distribuição de tamanho de gotas das emulsões. A descrição do processo de preparação e caracterização das emulsões será descrito em mais detalhe na seção 3.2.

3.1.4 Aditivos Utilizados no Processo de Alteração da Molhabilidade no Meio Poroso

Para alterar a molhabilidade em superfícies de vidro cujo caráter é normalmente hidrofílico, são comumente utilizadas diversas técnicas, como por exemplo a oxidação e a alteração da rugosidade de algumas superfícies e o uso de aditivos químicos que se adsorvem na superfície interna do vidro, criando uma camada que repele a água.

Neste trabalho, para o processo de alteração da molhabilidade do meio poroso, foi utilizado um reagente conhecido comercialmente como Dimetildiclorosilano *DMDCS*, preparado em solução com Tolueno a 5% e fornecido pela Sigma Aldrich. Algumas das propriedades fisicoquímicas de dito composto são apresentadas na Tabela 3.3. O procedimento realizado para a mudança na molhabilidade do microchip será descrito em mais detalhe na seção 3.4.2.

Tabela 3. 3 Propriedades físicas e químicas do Diclorodimetilsilano, DMDCS.

<http://www.sigmaaldrich.com/MSDS/MSDS/DMDCS>

Propriedade	Valor
Fórmula Química	$(CH_3)_2SiCl_2$
Solubilidade em água	20 °C (Decomposição violenta)
Densidade (25 °C), g/cm ³	1.07
pH	6.9
Ponto de Ebulição (1013 hPa)	70 °C
Viscosidade cinemática (25 °C), mm ² /s	0.6

3.2

Preparação e Caracterização das Emulsões

A metodologia utilizada durante o processo de preparação das emulsões envolveu as etapas de formulação (seção 3.1.1), técnica de emulsificação e caracterização das emulsões. A metodologia adotada visou garantir a formação de emulsões óleo em água (O/A) estáveis durante o período de estudo desejado.

3.2.1

Preparação e Técnica de Emulsificação

Para o processo de emulsificação foi utilizado um homogeneizador Ultra-Turrax (modelo T-25 Basic da IKA-WERKE com elemento dispersor S25-25G), para cisalhamento e dispersão das fases. Este misturador mecânico usa um dispersor do tipo rotor-estator que dispõe de seis velocidades diferentes de rotação, de 6500 até 24000 RPM. A formação das gotas ocorre no espaço anular entre o rotor e o estator por mecanismo de cisalhamento. A Figura 3.1 ilustra o misturador mecânico utilizado para o cisalhamento das emulsões preparadas neste trabalho.

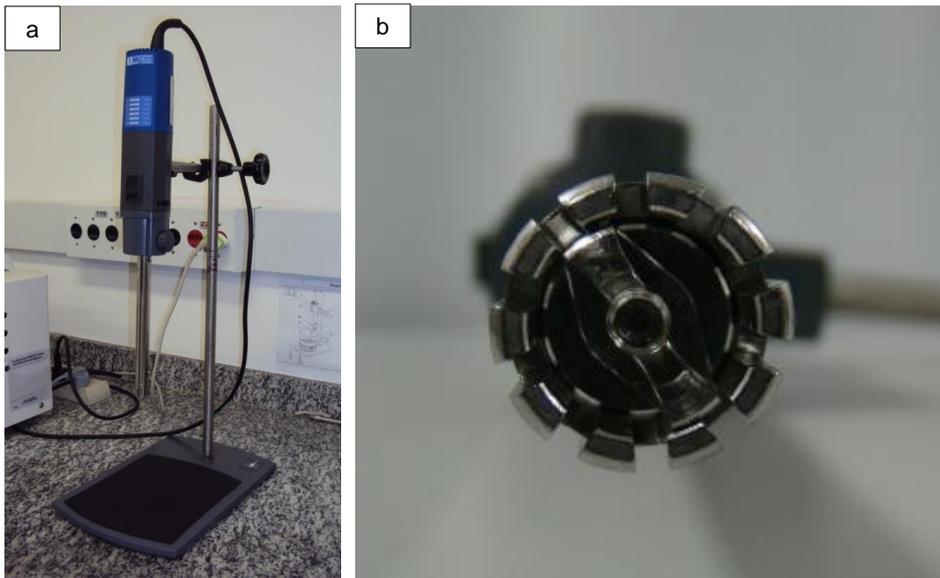


Figura 3. 1 (a) Misturador mecânico rotativo Ultra-Turrax T-25 (b) Dispersor rotor-estator.

Conforme mencionado anteriormente, a concentração volumétrica de fase dispersa foi de 5% em volume de óleo 500PS e os tamanhos de gota desejados foram baseados nos diâmetros de poro e garganta do meio poroso. Como o objetivo principal nesta etapa, era visualizar o processo de deslocamento de óleo através do processo de injeção de emulsões, além de avaliar sua aplicação como agentes de bloqueio, tornou-se necessário a preparação de emulsões com diâmetros menores e maiores que os diâmetros de poro e garganta de poro do micromodelo.

Como mostrado na Figura 3.2, o meio poroso apresenta três diferentes diâmetros de garganta, razão pela qual os tamanhos médios de gota nas emulsões utilizadas se encontravam entre 90 – 100 μm com um desvio padrão de 3.3; desta forma foi possível assegurar uma relação entre o diâmetro médio das gotas e o diâmetro das constrições para o escoamento através do micromodelo próximo de 1.

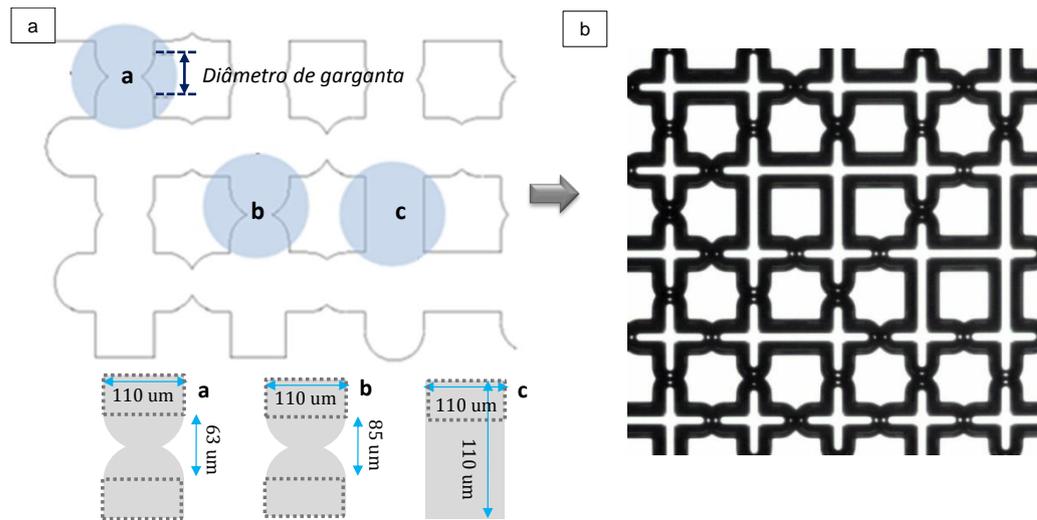


Figura 3. 2 (a) Esquema dos diferentes diâmetros de garganta encontrados no meio poroso, (b) Vista microscópica do meio poroso.

A velocidade de rotação deve ser escolhida em função do diâmetro médio de gotas desejado. O tempo de mistura a uma determinada rotação determina a distribuição do tamanho de gotas. Um alto tempo de mistura leva a uma dispersão com uma distribuição de tamanho de gotas mais estreita. Assim, a velocidade e tempo de agitação foram definidos de acordo com as propriedades da emulsão procuradas nos experimentos. Inicialmente, estes parâmetros foram variados com o intuito de se determinar as melhores condições de modo a obter emulsões estáveis.

A metodologia consistiu em colocar primeiramente a quantidade definida da fase contínua (solução água-surfactante), em um béquer de 600 mL e, em seguida, adicionar o óleo. É importante mencionar que o tipo de béquer utilizado e a ordem de adição das fases sempre foram os mesmos durante a preparação de todas as emulsões, pois ambos os parâmetros têm forte influência no processo de emulsificação, afetando diretamente o tamanho de gota das emulsões. O volume de emulsão preparada para cada amostra foi fixado em 400 mL.

Com o objetivo de evitar que qualquer impureza impedisse o correto desenvolvimento dos experimentos (constrições do meio poroso variando entre 63- 110 μm), as fases foram filtradas antes de serem misturadas, com uma bomba dupla de vácuo da marca Millipore através de uma membrana de 0.22 μm de malha (NALGENE®). Os filtros e a bomba utilizada são apresentados na Figura 3.3.

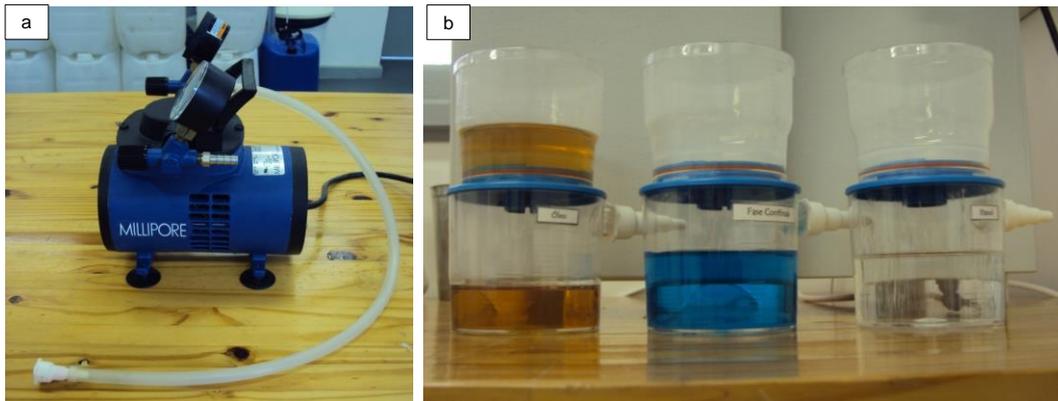


Figura 3. 3 Bomba de vácuo e filtros empregados nos processos de filtração das fases.

Finalmente, para iniciar a mistura das fases o dispersor foi posicionado a uma distância de 12 mm do fundo do béquer, usando uma velocidade de 6500 RPM durante 2 minutos e 10 segundos, garantido desta forma a repetibilidade no processo de preparação da emulsão. Após do tempo de agitação da emulsão, as emulsões eram caracterizadas através da medição da distribuição de tamanho de gota.

No entanto, durante a preparação das emulsões foi observado uma forte segregação das fases, isto devido, a uma diferença nas densidades dos fluidos utilizados. Por tanto, e com o objetivo de diminuir o creaming presente nas emulsões preparadas, após do tempo de agitação das mesmas, as emulsões eram caracterizadas e deixadas em repouso em um funil de separação de 500mL por dois dias, Figura 3.4; para acelerar o processo de separação das fases, obter água livre e finalmente uma emulsão altamente concentrada (~85%).

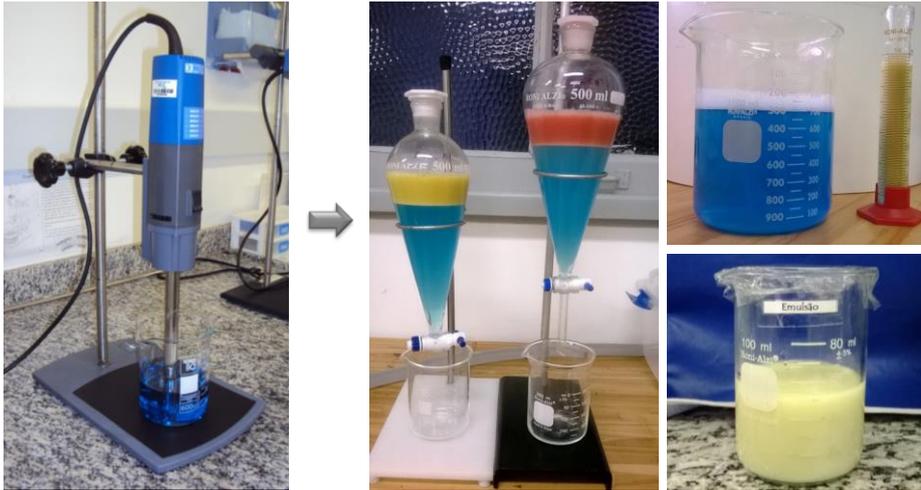


Figura 3. 4 Preparação da emulsão óleo em água (O/A) a injetar no meio poroso.

3.2.2 Caracterização das Emulsões

De acordo com Jilavenkatesa *et al.* (2001), a análise da emulsão necessita de dois parâmetros importantes; diâmetro de gota da fase dispersa e sua concentração. Estes dois parâmetros influenciam fortemente a viscosidade, estabilidade e coalescência. O conhecimento do tamanho de gota pode ser determinado utilizando-se vários equipamentos comerciais disponíveis. Neste caso, foi utilizado o equipamento da Malvern (modelo MasterSizer 2000) para determinar a distribuição do tamanho de gota das emulsões. A descrição do dispositivo, princípio de funcionamento e procedimento experimental será apresentado a seguir.

3.3 Determinação da Distribuição de Tamanho de Gota das Emulsões

O princípio de operação do MasterSizer é baseado no método de espalhamento de luz laser e difração Fraunhofer. Este método consiste em fazer com que as partículas fiquem dispersas num fluido em movimento sobre a qual é incidido um feixe de luz monocromático (laser). Ao atingir uma quantidade de partículas, a luz incidente sofre uma interação segundo quatro diferentes fenômenos (difração, refração, reflexão e absorção) formando um somatório de padrões de espalhamento, produzido por cada partícula que está sendo amostrada (Kippax, 2005). O formato e o tamanho deste padrão são afetados pelo índice de

refração relativo da partícula no meio dispersante, pelo comprimento de onda da luz e pelo tamanho e formato das partículas. Detectores estrategicamente espalhados medem a intensidade e o ângulo da luz espalhada. O sinal é então convertido para distribuição do tamanho de gota através de algoritmos matemáticos que podem ser a teoria de espalhamento Mie ou pela teoria de difração de Fraunhofer.

A recirculação da emulsão através do MasterSizer 2000 é realizada com um equipamento de dispersão e bombeio chamando Hydro 2000MU, que possui como faixa de trabalho diâmetros entre 0.02 μm a 2000 μm e cuja função é assegurar que as partículas cheguem à área de medição da bancada óptica na concentração correta e em estado de dispersão adequado e uniforme. O equipamento é mostrado na Figura 3.5.



Figura 3. 5 Malvern MasterSizer (Modelo 2000).

O equipamento possui uma rotina computacional que determina parâmetros estatísticos, tais como: diâmetro médio volumétrico, diâmetro médio da área superficial, entre outros. Nesta dissertação, foi utilizado o parâmetro d_{50} , para avaliar a distribuição do tamanho de gota da fase dispersa das emulsões. O parâmetro $d(50)$ representa o diâmetro abaixo do qual corresponde a 50% do volume das gotas presentes na amostra.

A Figura 3.6, apresenta a distribuição de tamanho de gota da emulsão preparada e injetada no meio poroso, com concentração de 5% em volume de óleo e com um diâmetro médio de fase dispersa de aproximadamente 100 μm .

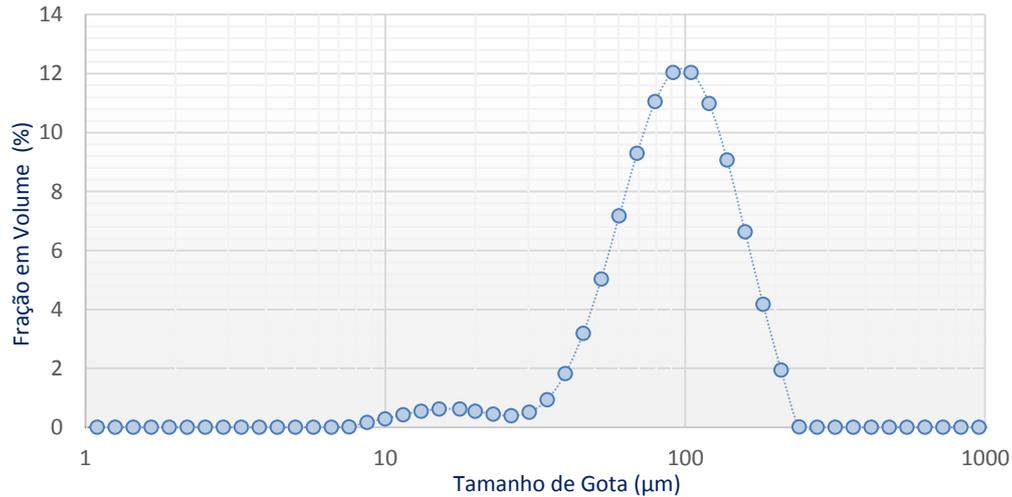


Figura 3. 6 Distribuição de tamanho de gota da emulsão óleo em água.

Uma vez preparada a emulsão, deve-se observar se esta é o suficientemente estável para os experimentos a serem realizados. Uma medida da estabilidade de uma emulsão é a variação do número de gotas em função do tempo, que pode ser obtida experimentalmente determinando-se a variação da distribuição do tamanho de gota com o tempo. Com a objetivo de verificar a estabilidade da emulsão injetada no micromodelo, a distribuição de tamanho de gota da emulsão foi medida após sua preparação em diferentes instantes no tempo (Figura 3.7) e principalmente, antes da sua injeção no meio poroso, garantindo a sua estabilidade durante o período de desenvolvimento dos testes.

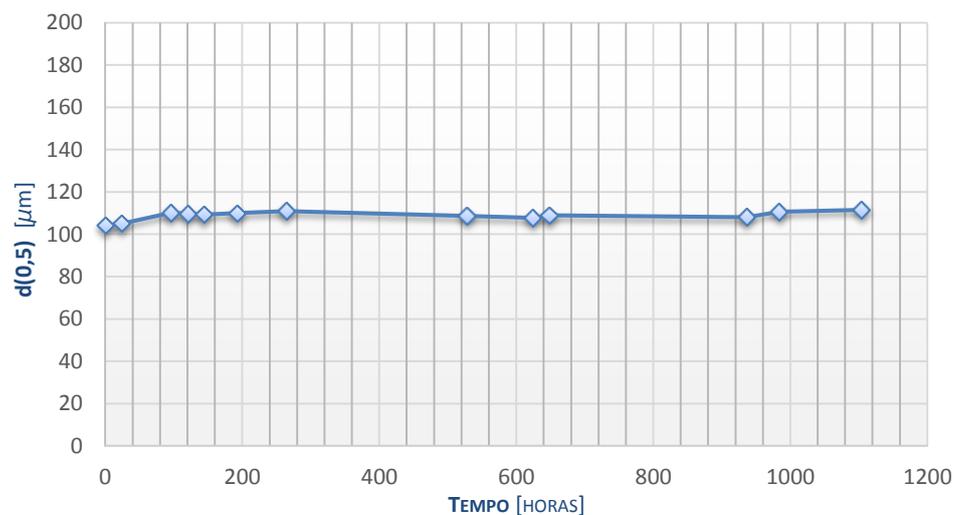


Figura 3. 7 Estabilidade no tempo da emulsão de óleo em água injetada no micromodelo.

3.4 Determinação das Propriedades Interfaciais

As avaliações de tensão interfacial e ângulo de contato (sistema de medidas estáticas e dinâmicas) foram realizadas utilizando um tensiômetro Tracker, modelo S do fabricante TECLIS, em que a tensão das soluções foi determinada pelo método da gota pendente. A seguir, é apresentada uma breve explicação do princípio de funcionamento, técnica e descrição do equipamento usado neste trabalho.

3.4.1 Tensão Interfacial

O método de gota pendente consiste na determinação do perfil de uma gota pendente de um líquido suspenso em outro líquido mais denso. O perfil da gota, quando está em equilíbrio mecânico, é determinado por um balanço entre a força de gravidade e as forças de superfície, como ilustrado na Figura 3.8 e pode ser descrito por uma equação diferencial conhecida como equação de Bashforth e Adams (Equações 3.1, 3.2 e 3.3). Esta equação diferencial é de segunda ordem e não apresenta solução analítica.

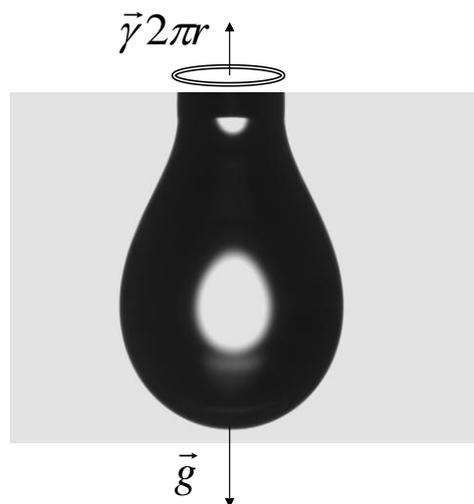


Figura 3. 8 Gota em equilíbrio entre a força gravitacional e a tensão superficial do líquido.

A equação de Bashforth e Adams é obtida relacionando os parâmetros geométricos de uma gota pendente, nesta uma das incógnitas é o fator de forma (B) que relaciona o raio de ápice da gota com a densidade e a tensão superficial. A Figura 3.9, apresenta de forma esquemática uma gota pendente.

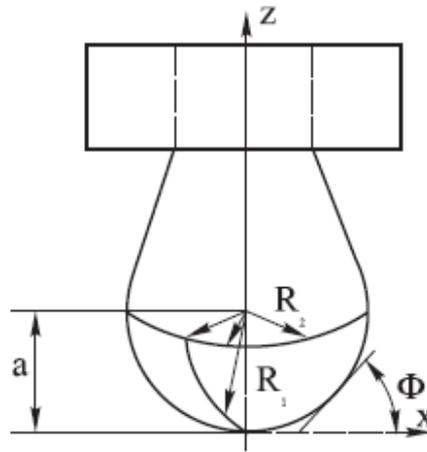


Figura 3. 9 Geometria de uma gota pendente

A partir das relações geométricas da gota pendente apresentada na Figura 3.8 é possível chegar à equação de Bashforth e Adams. As variáveis R_1 e Φ são obtidas por comparações geométricas, através das equações diferenciais (Equações 3.1 e 3.2) abaixo:

$$R_1 = \frac{ds}{d\theta} \frac{\left\{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2\right\}^{\frac{3}{2}}}{\frac{d^2z}{d^2x}} \quad (3.1)$$

$$\sin \theta = \frac{\frac{dz}{dx}}{\left\{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2\right\}^{\frac{1}{2}}} \quad (3.2)$$

A partir das relações geométricas acima, a equação de Bashforth e Adams pode ser escrita da seguinte forma (Equação 3.3):

$$2 - B \frac{z}{a} = \frac{1}{\frac{R_1}{a}} + \frac{\sin \theta}{\frac{x}{a}}$$

(3.3)

Onde B é o fator de forma que pode ser escrito como:

$$B = \frac{a^2 g \Delta\rho}{\sigma}. \quad (3.4)$$

Onde $\Delta\rho$ é a densidade do líquido para a qual a tensão superficial é medida, g é a aceleração da gravidade, σ é a tensão superficial, a é o raio de curvatura no ápice da gota, x , z e θ são coordenadas definidas, R_1 é o raio de curvatura com coordenadas (x, z) .

A determinação da tensão superficial pode ser obtida através da comparação do perfil da gota experimental sobre equilíbrio mecânico e do perfil teórico da gota que mais se aproxima ao resultado experimental. O perfil teórico da gota é gerado através da resolução numérica da equação de Bashforth.

O método da gota pendente apresenta vantagens quando comparado com outros métodos: é um método absoluto, a interface não é perturbada durante o experimento e o arranjo experimental é simples.

A figura 3.10 mostra uma fotografia do aparato experimental utilizado na medida da tensão interfacial entre as fases e/ou fluidos utilizados, este arranjo possui como componentes principais:

- Câmara experimental aquecida, onde a gota é formada;
- Um sistema óptico para iluminar e capturar a imagem da gota (monitoramento da gota);
- Um sistema de aquisição e processamento de imagem para inferir a tensão interfacial a partir da geometria da gota.

A câmara experimental é composta de um vaso de secção quadrada de aço inoxidável, aquecido eletricamente, no qual uma cuba de vidro óptico contendo água e/ou fase contínua é utilizada para conter a evaporação da gota. A imagem da gota é capturada usando uma câmera, que através da captura da imagem analisa o perfil da gota. O dispositivo de inserção da gota consistiu em uma seringa

(Seringa modelo SGE de 250 μl) especialmente projetada para evitar problemas de capilaridade e de separação da gota (alongamento pescoço).



Figura 3. 10 Tensiômetro TRACKER, baseado no método da gota pendente.

Usando o equipamento descrito foi possível determinar as tensões interfaciais entre os fluidos. A Figura 3.11 e 3.12, apresenta os dados obtidos para o sistema fase contínua/óleo 500PS e água destilada/óleo 500PS respectivamente.

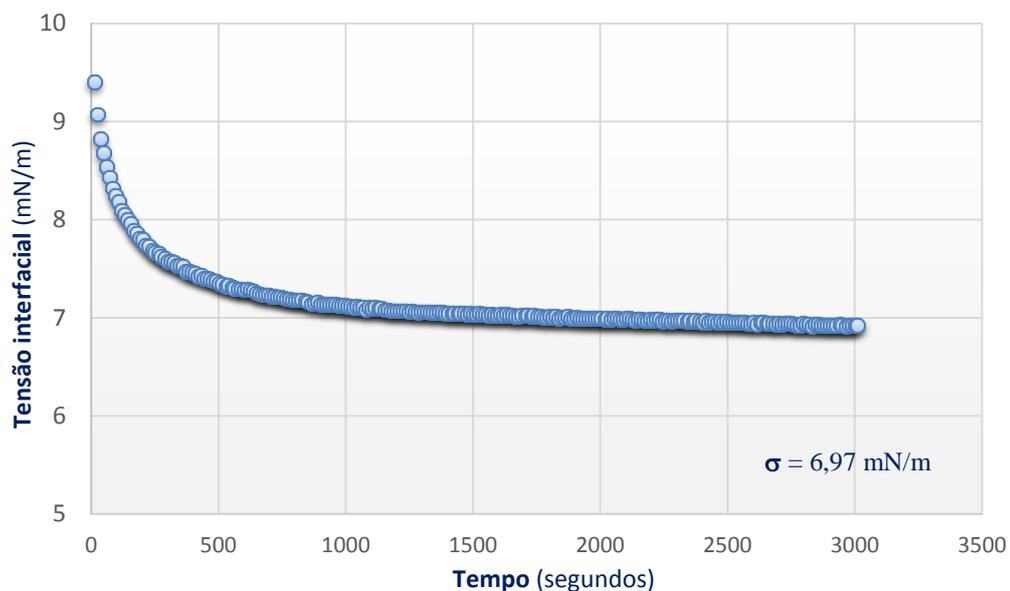


Figura 3. 11 Tensão Interfacial Dinâmica do sistema fase contínua/óleo, $T = 23^{\circ}\text{C}$.

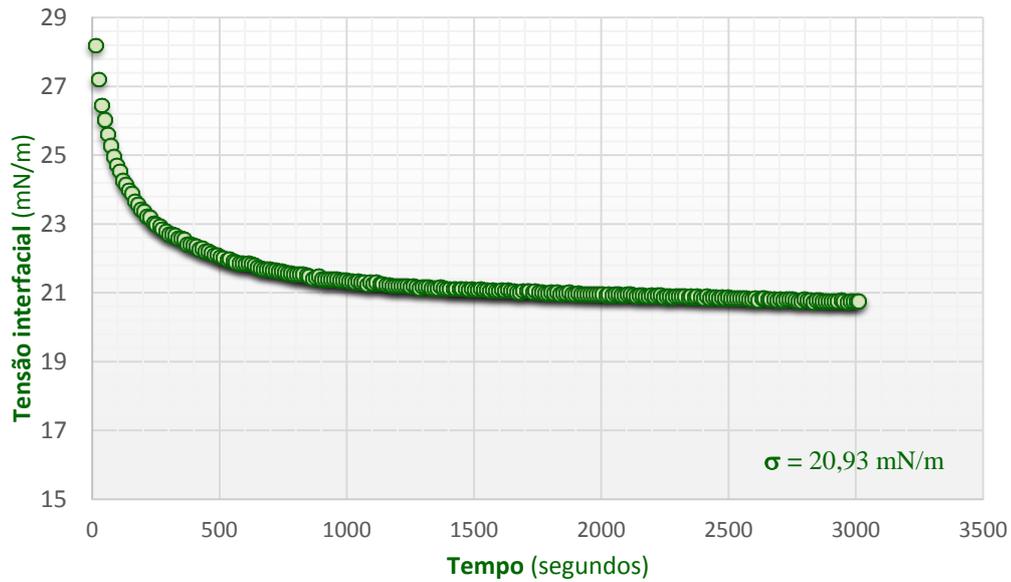


Figura 3. 12 Tensão Interfacial Dinâmica do sistema água destilada/óleo, T = 23°C.

3.4.2 Ângulo de Contato

Para todos os experimentos realizados nessa dissertação, medidas de ângulo de contato foram usadas como ferramenta para caracterizar a molhabilidade das superfícies. Por conseguinte, foi utilizado o mesmo equipamento TRACKER do fabricante TECLIS, com a única diferença que a câmara experimental empregada nas medidas de tensão interfacial era substituída por um goniômetro (suporte da amostra com dois parafusos para o nivelamento), conforme mostrado na Figura 3.13.

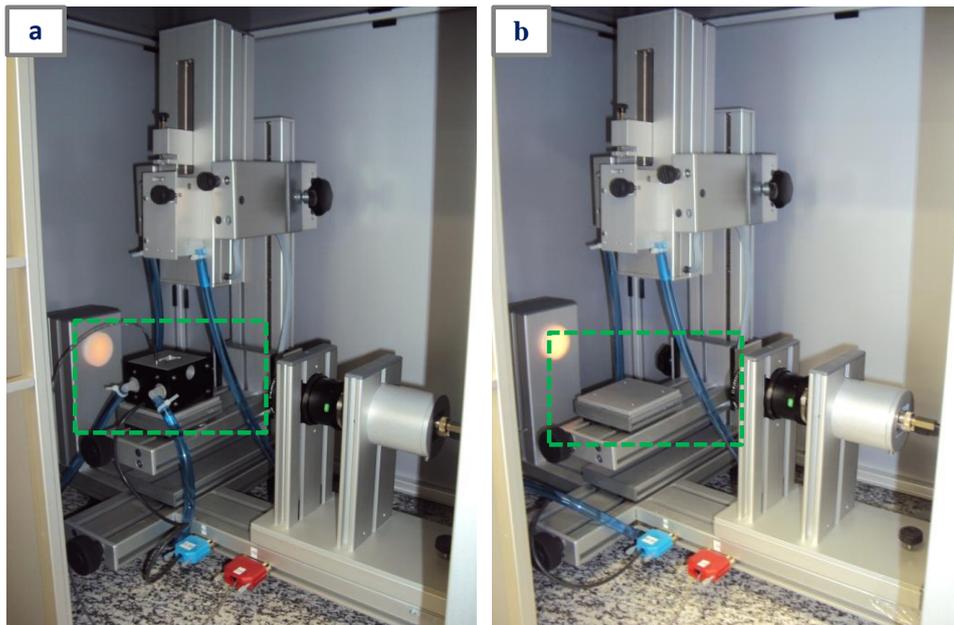


Figura 3. 13 a) Tensiômetro TRACKER usado para medida da tensão interfacial,
b) Goniômetro TRACKER usado para medida do ângulo de contato.

Através deste sistema se obtém o valor de θ pela análise da gota, empregando o método direto mais utilizado para medidas de ângulo de contato conhecido como “gota do sêssil”. Este método envolve depositar uma gota do líquido sobre uma superfície sólida através de uma microseringa, a gota é ampliada com uma lente, e o ângulo de contato é medido através do princípio de goniometria. O valor de ângulo de contato de uma gota líquida depende da energia superficial da amostra e, da tensão superficial do líquido. Com esta medida, o ângulo de contato é definido como o ângulo entre a tangente da interface líquida - ar e a tangente entre a interface do sólido - ar, como mostrado na Figura 3.14.

Se a gota se esparramar por toda superfície do material seu ângulo de contato será de aproximadamente zero, mas se o espalhamento for parcial o ângulo de contato variará de 0 a 180 graus. Ângulos de contato menores de 90 correspondem às superfícies hidrofílicas, e para ângulos maiores corresponde a superfícies hidrófobas.

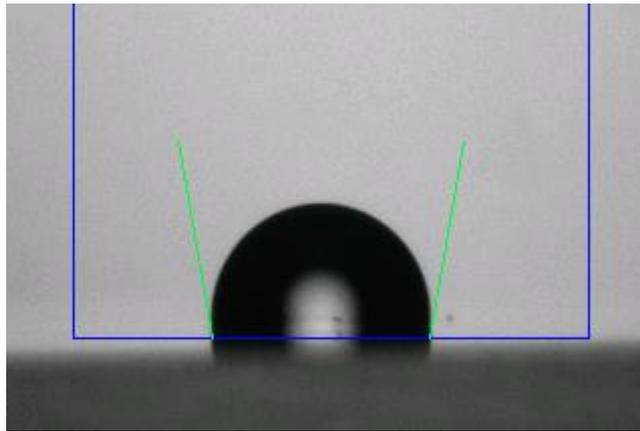


Figura 3. 14 Esquema ilustrativo do ângulo de contato formado entre a superfície de uma lâmina de vidro e uma gota de água.

A metodologia desenvolvida para realizar as medidas de ângulo de contato no goniômetro TRACKER, foi a seguinte:

- Lavagem da placa de aço inoxidável com detergente, por um minuto.
- Secagem da placa de aço inoxidável à temperatura ambiente.
- Preparação do equipamento através do ajuste de especificações.
- Preenchimento da seringa (Seringa *Hamilton Gastight* de 500 μL) com a solução desejada.
- Deposição unitária de 2 μL do fluido sobre a superfície da lâmina de vidro ou em um ponto próximo ao centro da lâmina de vidro.
- A molhabilidade é definida ao final dos experimentos com a média dos ângulos dos lados direito e esquerdo da imagem da gota, o qual foi denominado ângulo de contato de equilíbrio depois de alcançar um valor constante por, pelo menos, cinco minutos.

Anterior à determinação das mudanças na molhabilidade do meio poroso, foi necessário realizar o procedimento de alteração da molhabilidade, utilizando lâminas de vidro para microscopia com dimensões de 26.0 X 76.0 mm e espessura 1.0 a 1.2 mm com o intuito de aplicar este procedimento no meio poroso uma vez testado em superfícies externas. Foram utilizadas este tipo de superfícies pois ele é considerado uma boa representação da rocha reservatório uma vez que a sílica ou

dióxido de silício SiO_2 é o principal componente dos arenitos e é principal matéria prima para o vidro.

O procedimento adotado para a alteração da molhabilidade tanto nas superfícies de vidro quanto no micromodelo, consistiu na utilização do aditivo químico Dimetildiclorosilano *DMDCS*, (propriedades descritas na seção 3.1.4), que é um fluido siliconado que se adsorve na superfície interna do vidro criando uma camada que repele a água. Basicamente, o produto reduz a tensão superficial e a resistividade da superfície do vidro. O procedimento geral aplicado tanto nas superfícies externas quanto no micromodelo ou meio poroso é descrito a seguir:

- Limpar o micromodelo com etanol, para preparar ao micromodelo a reações com o fluido siliconado. Para isso é necessário realizar uma avaliação visual de todo o micromodelo na medida que se injeta álcool até observar uma boa limpeza no meio poroso, conforme pode ser visto na Figura 3.15. É importante destacar que a falta de limpeza e principalmente a falta de hidratação interfere muito nos valores de ângulos das superfícies. Esse comportamento é dado possivelmente pela falta de um filme de água, ou à presença de um filme muito instável, entre o óleo e a superfície sólida. A falta de limpeza também tem uma participação na mudança dos resultados, de acordo com Wang *et al.* (2002), a molhabilidade é influenciada por contaminação orgânica na superfície, como óleos e graxas.

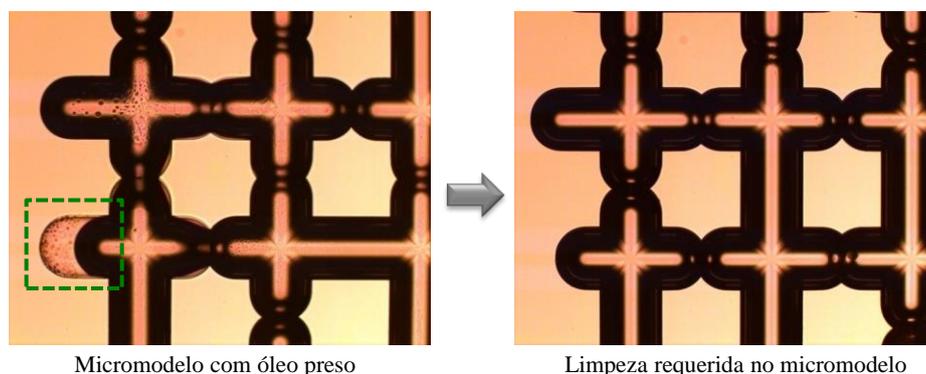


Figura 3. 15 Limpeza requerida no micromodelo.

- Realizar enxague com água destilada para remoção de resíduos e concluir a limpeza, com uma fase de secagem de pelo menos 30 minutos a uma temperatura de 90°C.
- Preparar solução diluída de dimetildiclorosilano em tolueno a 5%. (Neste passo, o tolueno pode ser substituído por outro solvente da mesma natureza, por exemplo; clorofórmio, heptano, ou tetracloreto de carbono).
- Saturar o micromodelo com a solução pelo menos 1 hora com o intuito de garantir uniformidade no processo de mudança da molhabilidade no micromodelo. Assim, uma fina camada imediatamente reveste a superfície interna do micromodelo tornando-se hidrofóbico, ver Figura 3.16.

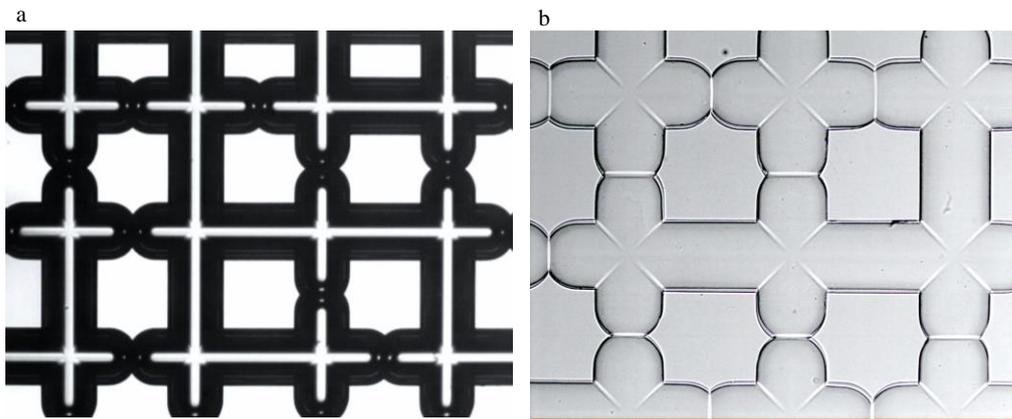


Figura 3. 16 a) Micromodelo saturado com ar antes da saturação com solução diluída de DMDCS. b) Micromodelo saturado com solução diluída de DMDCS.

- Enxaguar o micromodelo com metanol para remover excessos do fluido siliconado.
- Finalizar o processo de alteração da molhabilidade, com uma fase de secagem na estufa 65°C por uma hora, para assegurar o revestimento do fluido siliconado nele.
- Deixar esfriar o micromodelo à temperatura ambiente antes da realização dos testes de deslocamento.

- Se for desejado retornar à molhabilidade inicial do micromodelo (molhável à água) é necessário injetar um ácido mineral forte (por exemplo, ácido sulfúrico), que permita a ruptura das ligações covalentes formadas com o DMDCS.

Segundo Bartell & Zuidema (1936), para realização das medidas de ângulo de contato, a superfície sólida deve ser exposta ao ar ou ao líquido dependendo do que se quer medir. Se o interesse for no ângulo de contato entre sólido -líquido - ar, a superfície sólida deve estar exposta ao ar, se o interesse for no ângulo de contato interfacial entre dois líquidos, a superfície sólida deve estar imersa em um dos líquidos.

No presente trabalho foram feitas as medições nas duas interfaces (óleo 500PS/ fase contínua) e (fase contínua/ar), medidas de forma estática e dinâmica, tanto em laminas de vidro após tratamento quanto em placas sem nenhum tipo de tratamento prévio. Para obter o valor estático do ângulo era necessário alcançar o equilíbrio mecânico da gota (fase contínua) e posteriormente era capturada a imagem da gota para análise. Já na forma dinâmica, acompanhava-se o desenvolvimento da dinâmica do movimento da gota com a câmera formando um filme com as imagens capturadas, permitindo através do software do equipamento traçar o perfil da gota e obter as quantidades desejadas.

Os resultados revelaram que por meio da utilização do aditivo dimetildiclorosilano, as lâminas de vidro possuem ângulos de contato maiores que os observados nas lâminas sem tratamento, indicando um aumento na hidrofobicidade nas superfícies. As Figuras 3.17 e 3.18 apresentam os dados obtidos de forma dinâmica para o sistema fase contínua/ar e fase contínua/óleo500PS, respectivamente. Na Tabela 3.4 se apresenta o valor médio e desvio padrão obtido para cada interface avaliada.

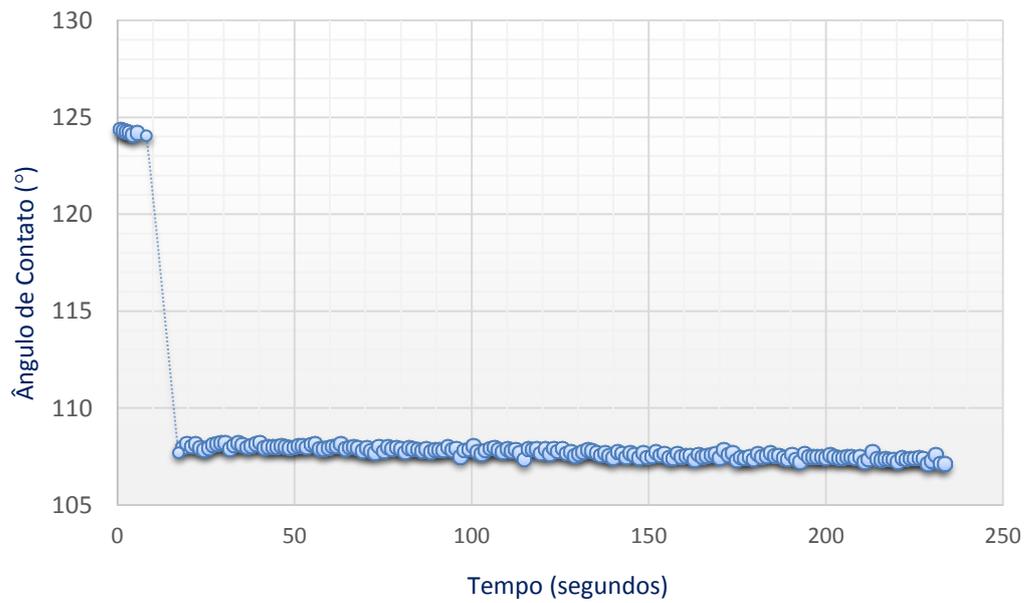


Figura 3. 17 Ângulo de Contato Dinâmico da Interface ar/fase contínua, T = 23°C.

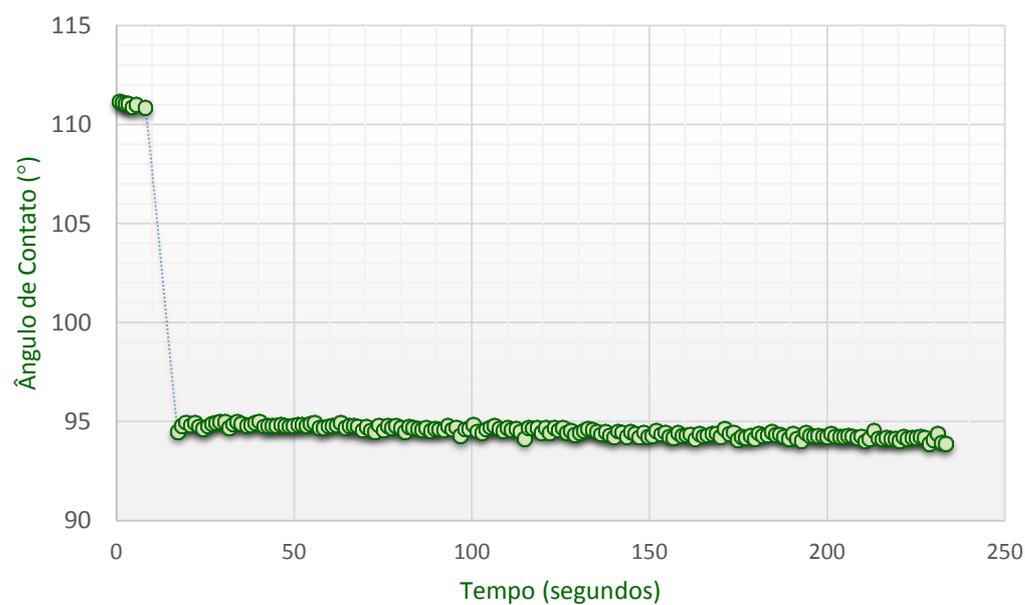


Figura 3. 18 Ângulo de Contato Dinâmico da Interface óleo/ fase contínua, T = 23°C.

Tabela 3. 4 Valor médio e desvio padrão das medições dinâmicas.

Interface	Valor médio	Desvio padrão
Ar / Fase Contínua	107.6	0.23
Óleo / Fase Contínua	94.43	0.23

3.5 Bancada Experimental

A bancada experimental utilizada neste trabalho foi montada durante o desenvolvimento desta dissertação com a finalidade de satisfazer dois objetivos principais: estudar o escoamento de emulsões óleo em água através da sua visualização em um meio poroso de vidro avaliando o comportamento da queda de pressão ao longo dos testes, e estimar seu efeito no fator de recuperação e na saturação de óleo residual por meio do processamento de imagens. Uma fotografia da montagem é apresentada na Figura 3.19.

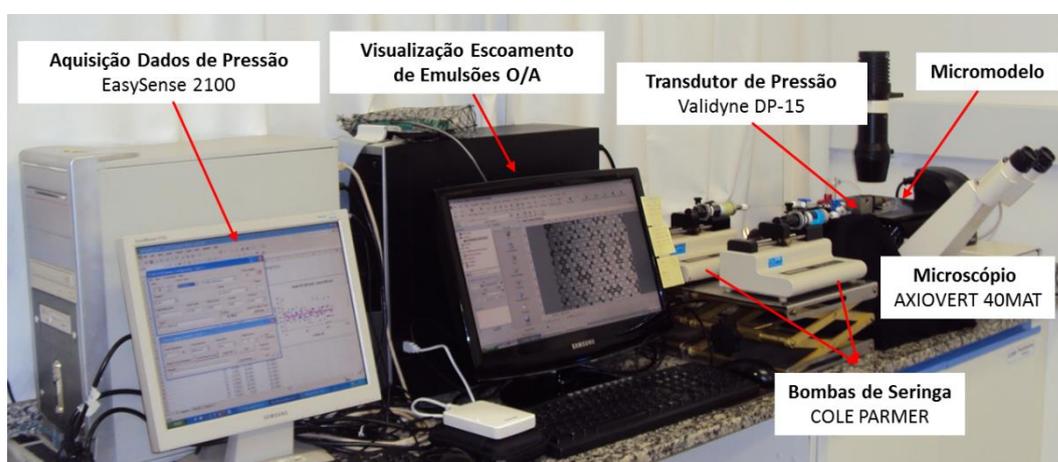


Figura 3. 19 Bancada experimental montada para os experimentos realizados.

A bancada é constituída basicamente de quatro componentes principais:

1. *Micromodelo de vidro*, como uma representação artificial de um meio poroso na escala de poro, composto por poros e gargantas de poro interconectados entre si,
2. *Sistema de injeção de fluidos*, composto por dois bombas injetoras a vazão volumétrica constante, e duas seringas contendo os fluidos a serem injetados.
3. *Sistema de medição da queda de pressão*, composto por um transdutor de pressão validyne DP-15 (faixa de trabalho do transdutor: 0 – 5 psi), usado para avaliar o comportamento da pressão ao longo dos testes experimentais, e;

4. *Sistema de visualização do escoamento através do meio poroso*, composto por um microscópio, um sistema de iluminação LED e aquisição de imagens (câmara), para registrar os experimentos realizados. A descrição detalhada de cada sistema, é apresentada a seguir:

3.5.1 Meio Poroso

Para estudar o processo de escoamento de emulsões óleo em água através de meios porosos, procurou-se representar um meio poroso na escala do poro através de uma rede de poros e gargantas de poro ligados entre si. Uma vez que os poros de um reservatório são compostos por canais interconectados com tortuosidades que resultam em gargantas e cantos ao longo da estrutura porosa, optou-se então por utilizar um meio poroso fabricado pela Dolomite, conforme indicado na Figura 3.20; constituído por três tipos de canais com diferentes diâmetros de garganta.



Figura 3. 20 Meio poroso utilizado na visualização do processo de deslocamento de óleo por injeção de emulsões.

Trata-se de um meio poroso construído totalmente em vidro com uma configuração padrão de 92.5 mm x 15 mm e 4 mm de espessura (Figura 3.21). Na sua parte superior possui dois furos, dispostos simetricamente, por onde será injetado o fluido. Nestes furos, estão fixados as conexões, apresentadas na Figura 3.22 que servirão para o engate das mangueiras de diâmetro externo 1/16” condutoras de fluidos ao micromodelo, Figura 3.23.

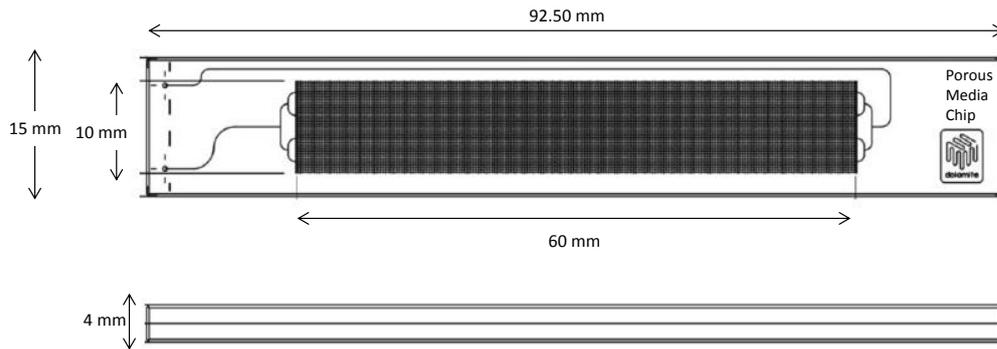


Figura 3. 21 Dimensões externas do meio poroso de vidro.

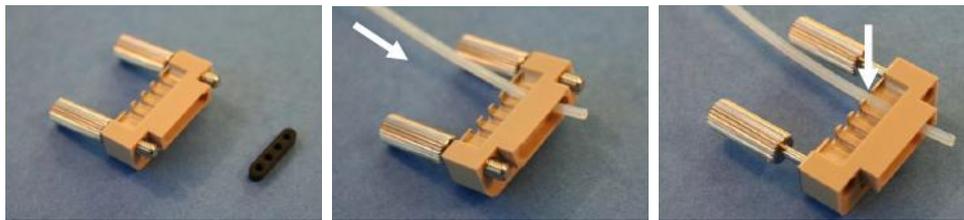


Figura 3. 22 Conexões para a montagem do meio poroso de vidro.

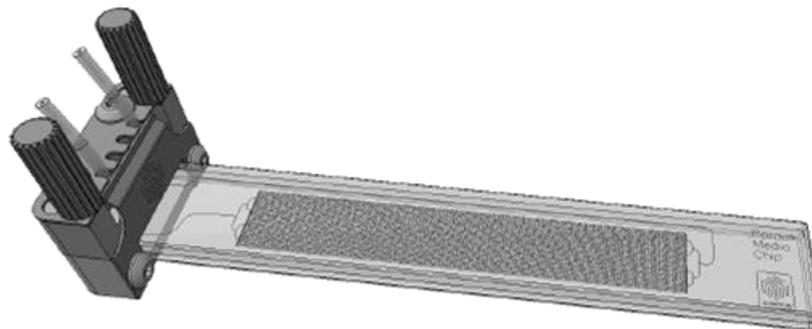


Figura 3. 23 Meio poroso fixado às conexões.

A área porosa do micromodelo tem um desenho padrão de 10 x 60 mm. A área é formada por repetições (150 vezes) de quadros de 2 x 2 mm, conforme mostrado na Figura 3.24. O arranjo dos canais nos quadros é constituído de uma malha (8 x 8) de canais que possuem uma seção reta quase circular, Figura 3.25 (profundidade do canal = 100 μ m, largura do canal = 110 μ m).

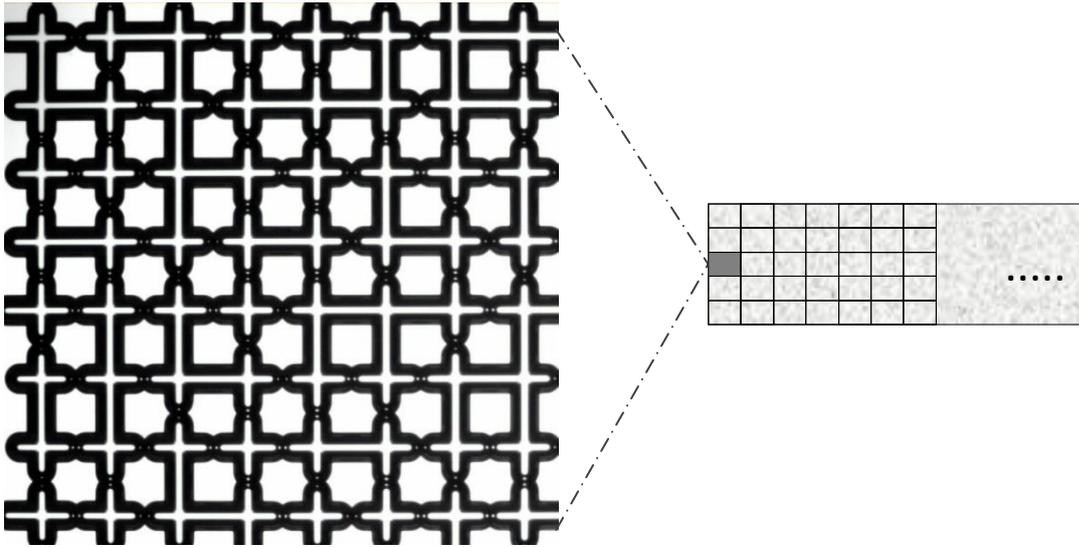


Figura 3. 24 Vista microscópica da estrutura interna do meio poroso.

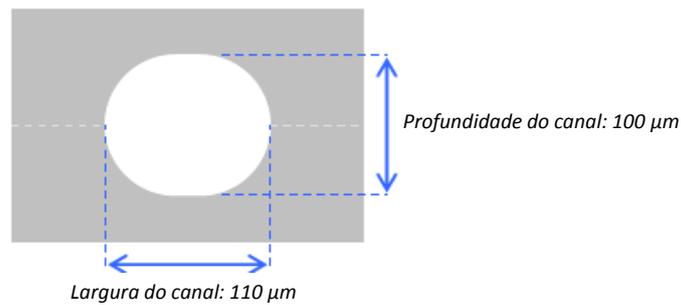


Figura 3. 25 Profundidade e largura dos canais no micromodelo.

Os canais na malha tem constrições as quais se encontram distribuídas aleatoriamente com a finalidade de simular as complexidades de um meio poroso natural. A malha possui 38 gargantas do tipo “A” de 63 μm , 40 gargantas do tipo “B” de 85 μm e 50 canais retos tipo “C” de 110 μm . A Figura 3.26 mostra a geometria dos três tipos de garganta.

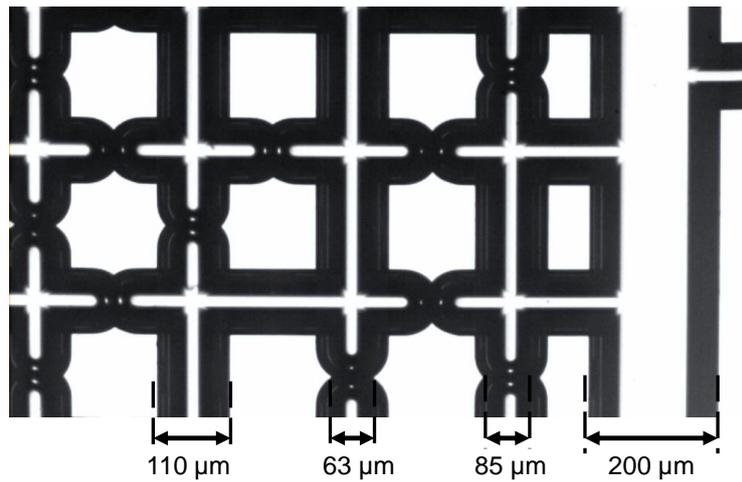


Figura 3. 26 Tipos de canais formando a estrutura porosa do micromodelo.

Durante sua fabricação e para assegurar uma distribuição uniforme de fluidos, os canais de entrada e saída foram bifurcados duas vezes formando quatro pontos de entrada e saída respectivamente. Em resumo, a seguir na tabela 3.4 apresentam-se as principais características do micromodelo de vidro utilizado neste trabalho.

Tabela 3. 5 Características gerais do meio poroso de vidro.

Parâmetro	Característica
Número de entradas	1
Número de saídas	1
Comprimento do canal de entrada	27.7 mm
Comprimento do canal de saída	99.2 mm
Volume do canal de entrada	0.9 μ l
Volume do canal de saída	3.2 μ l
Rugosidade dos canais (Ra)	5 nm
Espessura do meio poroso	4.0 mm
Dimensão do meio poroso	92.5 mm x 15 mm
Pressão de operação	30 bar

3.5.2 Sistema de Injeção de Fluidos

O sistema de injeção de fluidos é composto por duas bombas de infusão de seringa única modelo COLE PALMER 780100C, mostrada na Figura 3.27, utilizadas para injetar os diferentes líquidos no meio poroso. Este modelo de bomba apresenta um sistema de engrenagem de controle e precisão do motor do microprocessador. Assim mesmo, oferece vazões de fluxo precisas a partir de 0,2 $\mu\text{L/h}$ com um índice de precisão de até $\pm 0,5\%$. A taxa de deslocamento da seringa é de $9,5 \times 10^{-6}$ mm/min.

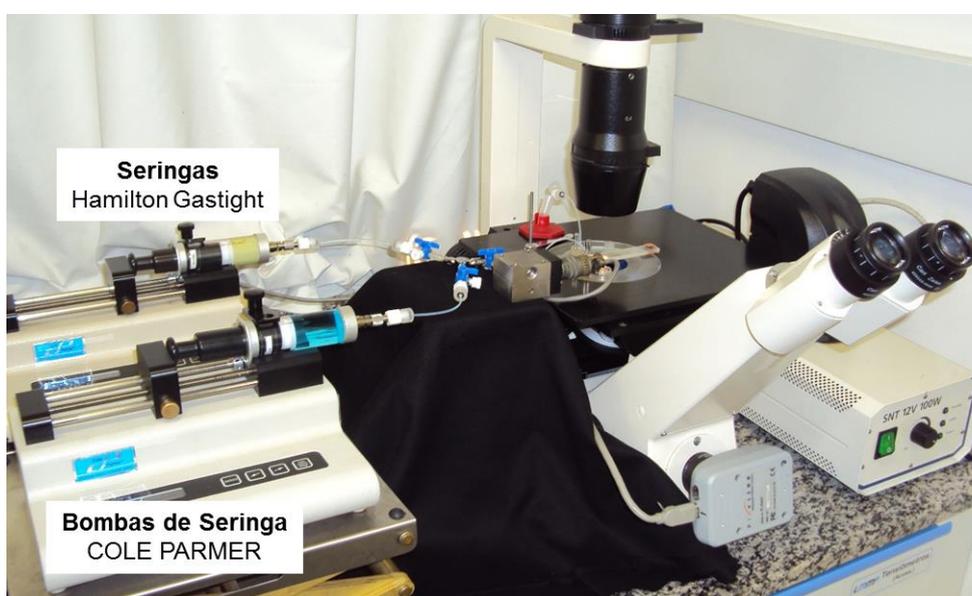


Figura 3. 27 Sistema de injeção de fluidos.

Todos os experimentos foram realizados, empregando seringas de vidro *Hamilton Gastight* da série 1052. A sua terminação em ponta de teflon com acoplamento metálico *Luer Lock*, proporcionou facilidade de conexão com os acessórios utilizados para a montagem do circuito de injeção. Para estabelecer a conexão entre a seringa e o meio poroso, foram utilizadas torneirinhas de plástico três vias, modelo *SOLIDOR* e mangueiras flexíveis com 1/32" de diâmetro interno. Estas mangueiras foram acopladas ao meio poroso através de conectores especiais para microfluídica, Figura 3.28.



Figura 3. 28 Conexões entre a seringa e o micromodelo.

3.5.3 Sistema de Medição da Queda de Pressão

Para a aquisição de dados de pressão, foi utilizado um transdutor de pressão diferencial Validyne modelo DP – 15 (0-5 psi), montado com uma membrana nº 36 (35.0 KPa) e conectado ao computador através da placa de aquisição de dados de terminais externa P/N 12871-1 e uma placa de interface UPC2100 (Figura 3.29). O monitoramento dos dados foi feito utilizando o programa *Easy Sense 2100*.

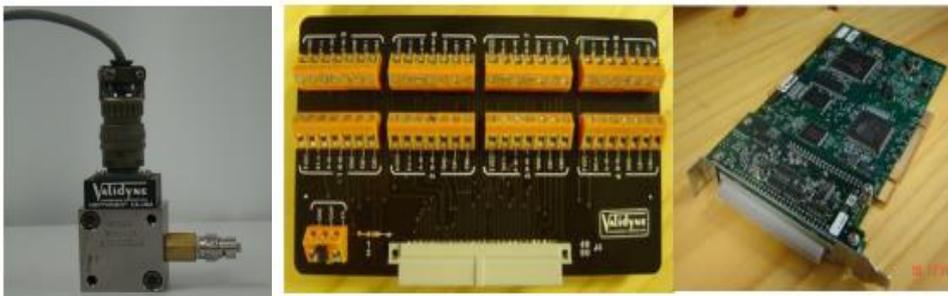


Figura 3. 29 Transdutor de pressão Validyne modelo DP – 15, placa de terminais 12871-1 e placa de interface UPC2100.

A instalação do ponto de tomada de pressão no meio poroso se apresenta na Figura 3.30. O desenho e a estrutura do Validyne DP -15 torna-o um sensor robusto e versátil, apresentando diversas vantagens sobre outros transdutores. As principais vantagens apresentadas por este sensor são a compatibilidade com gases e líquidos corrosivos, uma boa resposta dinâmica, alta capacidade de

sobrecarga (danificando apenas a membrana na ocorrência da sobrecarga) e a capacidade de operar em diversas faixas de medida com a troca da membrana (elemento sensível a pressão). A possibilidade de troca da membrana permitiu que no presente trabalho fossem feitas medições mais precisas de pressão ao longo dos testes.

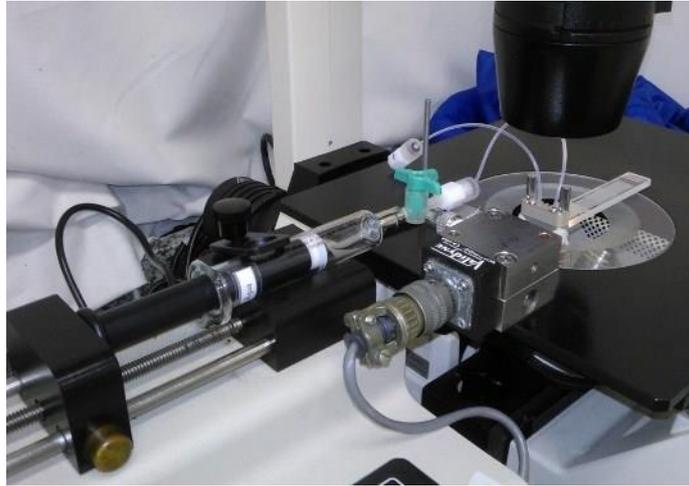


Figura 3. 30 Instalação do ponto de tomada de pressão no micromodelo.

3.5.4 Sistema de Visualização do Escoamento

Para a visualização do escoamento de emulsões no meio poroso, foi utilizado um microscópio óptico invertido Axiovert 40MAT da Carl Zeiss com opções de luz refletida ou transmitida. O microscópio possui um revólver de objetivas com cinco posições 2.5x, 5x, 10x, 20x e 50x, as quais oferecem uma rápida realização de ampliações padrão, oculares de campo W-PL de ampliação 10x/23 e platina em cruz giratória 30x30/90° R, conforme mostrado na Figura 3.31.

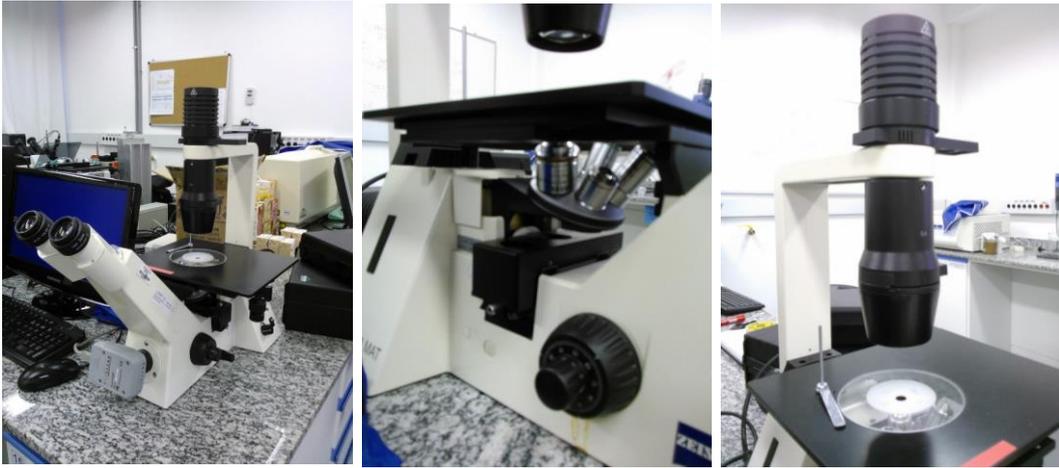


Figura 3. 31 Microscópio Carl Zeiss Axiovert 40 MAT.

O microscópio está acoplado diretamente com uma câmera PixeLINK modelo PL-A662 (Figura 3.32) com 1.3 megapixels de resolução (1280 x 1024) e software AxioVision 4.7, permitindo a aquisição, visualização e posterior processamento de imagens.



Figura 3. 32 Câmera PixeLink PL-A662.

Para dar início com os experimentos de visualização foram coletados cinco amostras da emulsão antes da entrada no meio poroso (em relação a cada número de capilaridade a trabalhar: $C_a = 2 \times 10^{-5}, 4 \times 10^{-5}, 5 \times 10^{-5}, 7 \times 10^{-5}, 1 \times 10^{-4}$), com o intuito de avaliar e constatar a distribuição de tamanho de gota adequado nos experimentos. Uma vez alcançado o regime permanente era iniciada a coleta de amostras para análise. As amostras a serem observadas no microscópio foram coletadas diretamente em uma das entradas da válvula, deixando cair uma gota de emulsão sobre lâminas de vidro para microscopia.

Posteriormente, colocou-se a lâmina no microscópio o mais rapidamente possível, isto para conseguir capturar nas fotos todos os diâmetros de gota existentes na emulsão. Assim, se esperarmos muito tempo antes de tirar as fotos não seria possível obter imagens contendo todos os tamanhos de gota na mesma fotografia, já que algumas gotas sairiam do foco. De cada amostra foram tiradas várias fotos e a análise foi feita utilizando a foto mais representativa de cada amostra. Através do software da Carl Zeiss as imagens foram processadas (Figura 3.33) determinando o diâmetro de cada gota e armazenando a informação em uma base de dados para finalmente ser comparadas com a distribuição original obtida na caracterização da emulsão com o MasterSizer 2000.

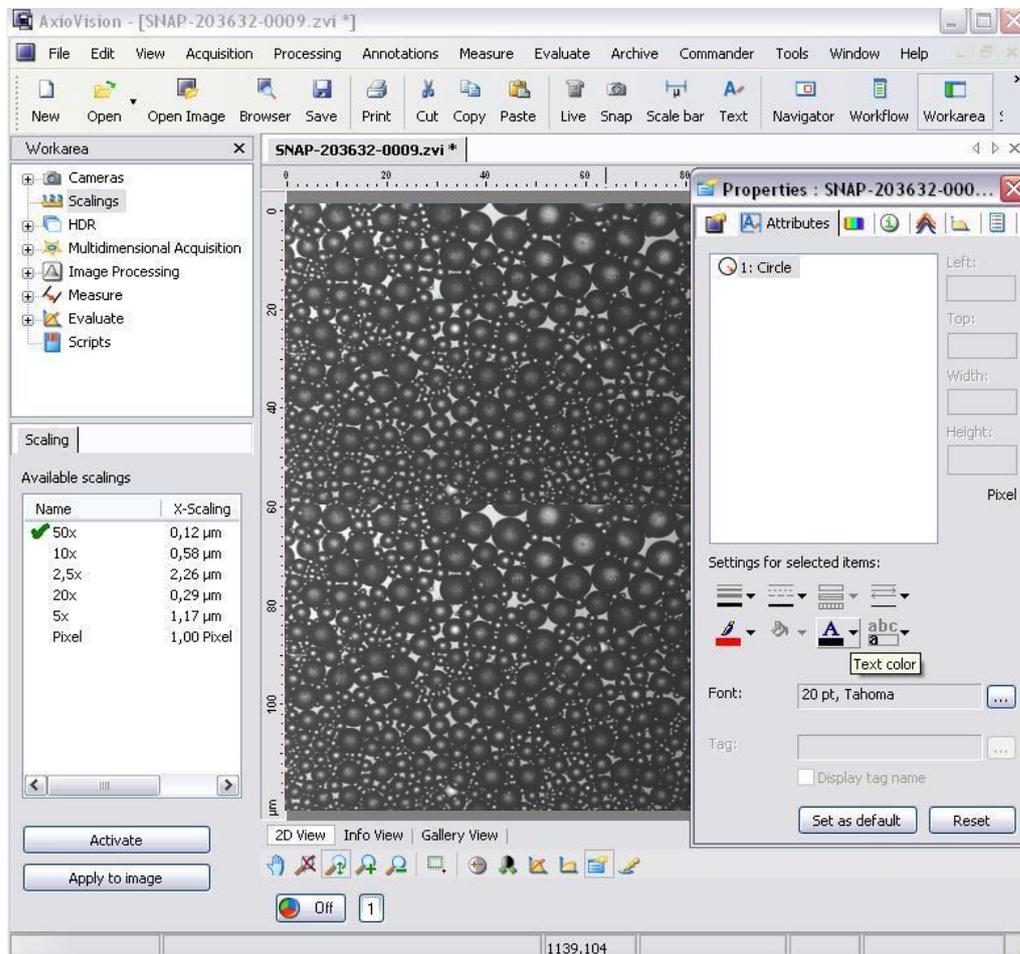


Figura 3. 33 Software para medição da distribuição de gota das emulsões.

Com a lista dos diâmetros das gotas foi feita a determinação do diâmetro característico da emulsão, o $d_{0.5}$ que foi um dos parâmetros utilizados para caracterizar a morfologia das emulsões. A partir desse procedimento foi possível

confirmar que os dados de ambas as análises foram comparáveis, ou seja; não se apresentou diferenças significativas ao realizar a injeção com cada vazão estabelecida garantindo que a emulsão não sofreu nenhuma alteração na sua distribuição de tamanho de gota característica.

3.6

Descrição do Procedimento Experimental para Visualização do Deslocamento de Óleo por Injeção de Emulsões O/A

Os experimentos consistiram basicamente na visualização do processo de deslocamento de óleo por injeção de emulsões, processo dividido em duas partes. Na primeira parte, o deslocamento do óleo seria feita pela injeção de água (fase contínua) enquanto na segunda parte, pela injeção de um volume poroso de emulsão. Os diferentes processos (em ordem cronológica) são descritos resumidamente a seguir:

1. Antes de proceder com os testes foi necessário observar o correto funcionamento da bancada e seus componentes, incluindo uma verificação de conexões e vazamentos.
2. *Limpeza do micromodelo:* Antes de iniciar cada experimento, foi realizada a limpeza do meio poroso com o auxílio de água destilada e álcool etílico. Isso foi feito de maneira a minimizar a presença de qualquer substância e/ou fluido remanescente que pudesse prejudicar o experimento a ser realizado em seguida. Para isso, foi realizada uma avaliação visual de todo o micromodelo na medida que realizava-se a injeção com etanol até observar uma boa limpeza no meio poroso, conforme pode ser visto na Figura 3.34.

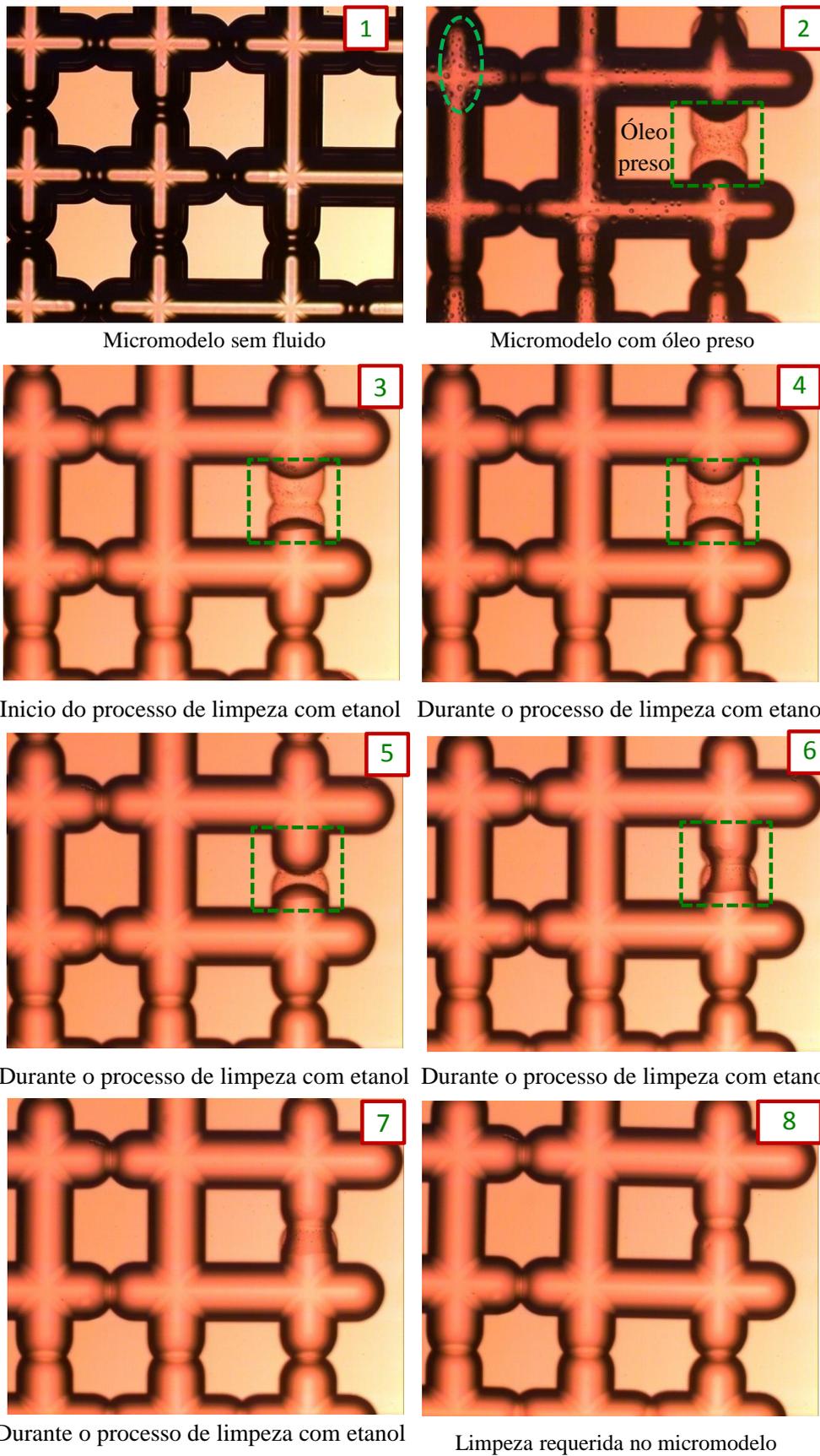


Figura 3. 34 Etapas do processo de limpeza com álcool etílico no micromodelo.

3. *Nivelção do micromodelo na horizontal:* Foi necessário nivelar o conjunto com a platina do microscópio, para evitar possíveis efeitos gravitacionais ou que deslocamentos da bomba de seringa alterassem o processo de injeção.
4. *Saturação do meio poroso com água:* Durante esta etapa foi determinado o volume poroso do micromodelo, e com isto a porosidade do mesmo. Posteriormente, foi determinada a permeabilidade do meio poroso aplicando a lei de Darcy, equação 2.3, através da medição do diferencial de pressão para diferentes vazões. Os resultados destes experimentos serão apresentados no seguinte capítulo, nas seções 4.1 e 4.2 respectivamente. Do mesmo modo e para garantir uma saturação do 100% foi necessário injetar ao redor de 10 volumes porosos (VP), para cada vazão utilizada.
5. *Saturação do meio poroso com óleo 500PS (Drenagem):* Este processo consistiu em saturar o meio poroso com óleo mineral até atingir a saturação de água irreduzível (saturação mínima de água a partir da qual ela se torna móvel).
6. *Deslocamento de óleo por injeção de fase contínua (Embebição):* Nesta etapa se inicia o experimento até atingir a saturação de óleo residual. A duração do teste é determinada em função da vazão utilizada, uma vez que vazões mais altas envolvem experimentos de duração mais curta. O fluido deslocado era coletado num tubo de PCR de Propileno de 1.5 mL.
7. *Determinação da saturação de óleo residual:* Um dos grandes problemas nos estudos com sistemas microfluídicos, são os pequenos volumes que envolvem os experimentos. Por conseguinte, para a determinação de volumes, saturações e cálculos de fatores de recuperação optou-se por utilizar um software desenvolvido pela Sigma, *Sigma Scan Pro 5.0* para o tratamento das imagens obtidas nos

diferentes testes. Deste modo, foi necessário procurar o melhor ajuste do microscópio para visualizar o que estava ocorrendo a nível de poros, e ter uma amplificação mostrando diversos poros em uma mesma imagem.

8. Conforme mencionado na seção 3.2.1, como consequência da forte diferença de densidades entre as fases da emulsão, foi necessário concentrar as emulsões para diminuir a segregação gravitacional das fases durante a sua preparação. Após do tempo de repouso no funil de separação, as emulsões eram caracterizadas para garantir a sua estabilidade antes da injeção no micromodelo. Uma vez garantido que a emulsão não sofreu nenhuma alteração na sua distribuição de tamanho de gota, era colocado o volume desejado no cilindro da seringa, verificando cuidadosamente a presença de bolhas de ar (a presença de pequenas bolhas de ar pode alterar o tempo necessário para atingir o regime permanente), conforme mostrado na Figura 3.35.



Figura 3. 35 Montagem das seringas nas bombas COLE PARMER.

No caso afirmativo deve-se purgar o fluido colocando a saída da seringa para acima e eliminar qualquer bolha de ar presente. Do mesmo modo, o manejo de cada uma das conexões do sistema e os fluidos envolvidos deve ser cuidadoso para evitar a introdução de corpos estranhos ou ar ao experimento.

9. *Deslocamento de óleo por injeção contínua de emulsão*: Nesta etapa é injetado um determinado volume de emulsão no micromodelo. Para sua injeção foi necessário construir um circuito que permitira sua posterior diluição com fase contínua, onde através de um balanço de massa obtiveram-se as vazões requeridas para atingir a concentração do 5% em volume de óleo, conforme mostrado na Figura 3.36.

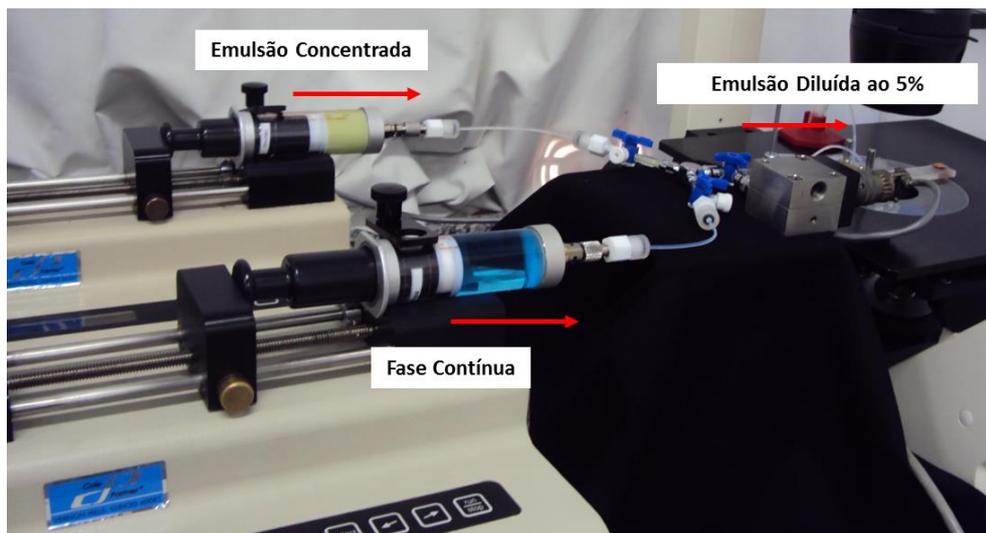


Figura 3. 36 Circuito de Injeção das emulsões O/A.

10. *Determinação da saturação de óleo remanente* (após do processo de injeção de emulsão) por processamento de imagens.
11. Finalmente, é necessário acompanhar o processo de injeção através da visualização do fluxo de fluidos. Uma vez finalizada a experiência, imagens são adquiridas para sua posterior análise.