3 **Procedimento Experimental**

Os experimentos feitos para o desenvolvimento desta dissertação foram realizados no Laboratório de Microfluidodinâmica e Meios Porosos do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio. A temperatura no laboratório é mantida em 23°C pelo sistema de ar condicionado, todos os experimentos foram realizados nesta temperatura.

3.1 Descrição da bancada experimental

Com o objetivo de estudar a formação de emulsões em meios porosos não consolidados, água e óleo foram injetados como fases separadas num pequeno reservatório preenchido com micro-esferas de vidro comum simulando um meio poroso não consolidado. O fluido produzido depois de passar pelo reservatório foi analisado para estudar a morfologia da emulsão produzida em função das propriedades de ambas as fases, o tipo de surfactante e as condições de operação do experimento. A Fig. (3.2) é uma representação esquemática bancada experimental usada nesta dissertação.

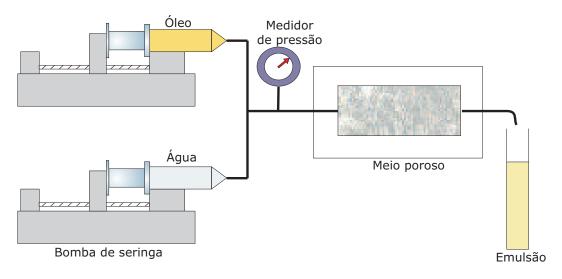


Figura 3.1: Representação esquemática da bancada experimental

Da bancada experimental fazem parte duas bombas de seringa, duas seringas gastight, um reservatório de acrílico preenchido com micro-esferas de vidro, um sistema de conexões entre as seringas e o reservatório, um manômetro digital e uma plataforma de altura graduável onde se localizam os recipientes coletores de amostras. A Fig. (3.2) apresenta uma fotografia da bancada experimental.

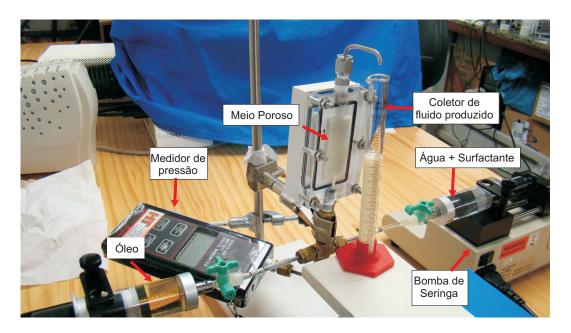


Figura 3.2: Fotografia da bancada experimental

3.2 Materiais e equipamentos

3.2.1 Sistema de injeção e conexões

Os fluidos foram injetados utilizando bombas de Seringa Cole Parmer 780100C (Fig. (3.3)). As bombas contêm um microprocessador que controla um motor de passo e engrenagens, que permitem controlar a vazão de injeção com exatidão de 0.5% e reprodutibilidade de 0.2%.

Todos os experimentos foram feitos utilizando seringas *Hamilton Gastight* da serie 1000. As seringas têm corpo de vidro e embolo metálico recoberto com ponta de teflon que garante estabilidade dimensional e não permite vazamentos de liquido ou gás mesmo em altas pressões (até 200psi). A terminação em teflon com acoplamento metálico *Luer Lock* proporciona facilidade de conexão com o restante da bancada experimental.

As conexões entre as seringas e o reservatório foram projetadas para conter o menor número de elementos e serem as mais rígidas possíveis para minimizar o risco de vazamentos e imprecisões. Para a conexão entre a seringa e a tubulação metálica de 1/8" foram utilizadas válvulas tipo torneira de três vias em policarbonato, assim a seringas podem ser recarregadas facilmente sem precisar desmontar o experimento.



Figura 3.3: Fotografia do sistema de injeção

3.2.2 Reservatório

O reservatório foi fabricado em acrílico e é formado por duas peças, uma das peças tem uma cavidade 50mm x 22mm x 7,1mm com uma entrada e uma saída de 1/8" em lados opostos. A peça que fecha o reservatório tem uma protuberância de 2mm que permite compactar as esfera de vidro dentro do reservatório e garante um encaixe perfeito entre as peças. Uma das partes é transparente e a outra é branca para poder visualizar claramente a distribuição das esferas e o percurso dos fluidos injetados durante o experimento (Fig. (3.4)). Entre as duas peças há um selo de borracha e o sistema fecha com seis parafusos passantes. Os planos das duas peças que compõem o reservatório apresentam-se no Apêndice A.

Como mencionado anteriormente, o meio poroso é composto de microesferas de vidro comum, este material é molhável à água. Foram realizados experimentos em dois diferentes tipos de meio poroso com distribuições de tamanho de grão diferentes. Um deles contendo esferas com diâmetros entre 105 e 210 micrômetros e o outro, com diâmetros entre 105 e 595 micrômetros.

Para evitar que as esferas de vidro saiam do reservatório utilizaram-se filtros na entrada e na saída do reservatório. Os filtros estão compostos de quatro camadas (Fig. (3.5)a)), a primeira e a última feitas com tela de filtro para café. A Fig. (3.5)b) é uma micrografia da tela utilizada como filtro. As outras duas camadas são de espuma de poliuretano, uma mais flexível e outra mais rígida para manter as telas bem posicionadas.

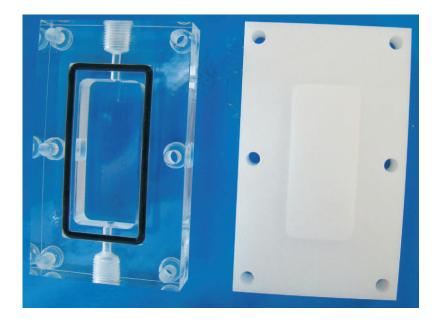


Figura 3.4: Fotografia do reservatório desmontado

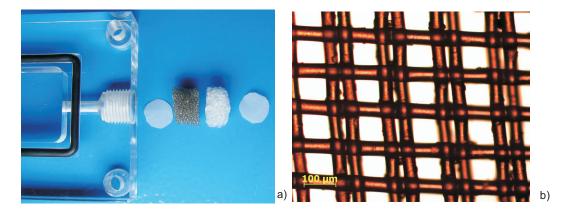


Figura 3.5: Sistema de contenção das esferas a) camadas do filtro b) microfotografia da primeira e última camada do filtro

O primeiro passo na preparação do experimento foi a determinação da quantidade de esferas necessária para preencher o reservatório. Nos primeiros experimentos realizados houve vários problemas associados à utilização de quantidades inadequadas. Quando as esferas não estavam compactadas o suficiente, os fluidos abriram um caminho pelo meio poroso deixando zonas intatas, observou-se movimentação das esferas no percurso do experimento e surgiram espaços vazios na vizinhança da entrada dos fluidos. Quando a quantidade de esferas foi maior que um valor ótimo, as peças se deformaram e houve vazamentos de fluidos entre o reservatório e o selo de borracha, assim como o aparecimento de rachaduras no acrílico. Depois de várias tentativas determinou-se a quantidade certa de esferas a ser utilizada nos experimentos.

A permeabilidade dos meios porosos foi determinada medindo a queda

de pressão para diferentes vazões de óleo como mostrado na Fig. (3.6).

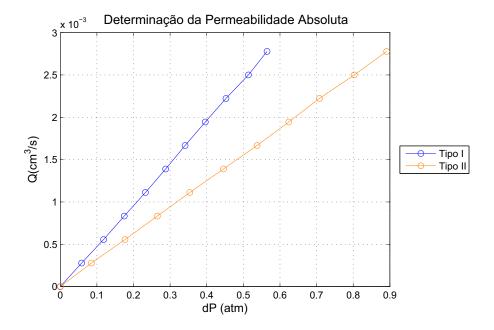


Figura 3.6: Vazão de óleo Esso Nuto H 100 em função da queda de pressão através dos meios porosos

Para calcular a permeabilidade absoluta a partir da tangente do gráfico foi utilizada a seguinte equação:

$$k = \frac{\frac{dQ}{dP}\mu L}{A} \tag{3-1}$$

As características de ambos meios porosos são apresentadas na Tabela (3.1).

	Tipo I	Tipo II
Diâmetro das esferas $[\mu m]$		100% (105-210)
	50% (210-595)	
Permeabilidade [Darcy]	3,97	2,53

Tabela 3.1: Características dos meios porosos

A Fig. (3.7) é uma micrografia de um meio poroso com a mesma composição de esferas do meio poroso Tipo I utilizado nesta dissertação. Podese visualizar na imagem gotas passando entre as gargantas formadas entre os grãos do meio poroso.

3.2.3 Fluidos de injeção e surfactantes

Os fluidos utilizados nos experimentos foram água deionizada (tratada por osmose reversa) e dois óleos com diferentes propriedades. Tanto a água

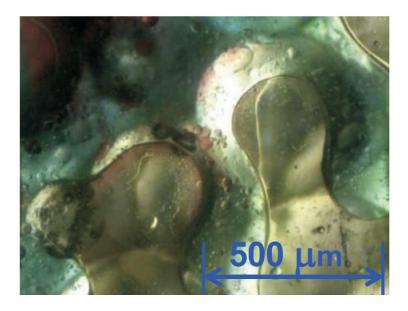


Figura 3.7: Micrografia de um meio poroso Tipo I. [7]

como os óleos foram filtrados através de uma membrana de 0.22μ m de malha para evitar qualquer possível bloqueio no meio poroso por causa de partículas presentes nos líquidos

Foram escolhidos para esta dissertação dois tipos de óleos, o Esso Nuto H 100 e o Shell Tivela 460. O primeiro é um óleo mineral com alto nível de oxidação e alta estabilidade química. O segundo é um óleo sintético a base de polialquileno-glicol com densidade e viscosidade comparáveis com as de um óleo pesado.

Estes óleos apresentam algumas vantagens para o trabalho em laboratório quando comparados aos óleos "crus". Por serem transparentes, permitem fazer uma adequada visualização da emulsão produzida e não contêm partículas, gases dissolvidos e componentes corrosivos presentes no petróleo. Além disso, por serem óleos comerciais, eles proporcionam maior repetibilidade para os experimentos. As propriedades medidas dos óleos são apresentadas na tabela (3.2).

	Viscosidade Dinâmica a 25°C [mPa.s]	
Esso Nutto H100	322	0.887
Shell Tivela 460	940	0.998

Tabela 3.2: Propriedades dos óleos

Como estabilizadores de emulsão foram utilizados surfactantes da linha ULTRANEX NP. Estes surfactantes estão compostos por tensoativos obtidos através da reação de nonilfenol com óxido de eteno. Em função do número de unidades de óxido de eteno (grau de etoxilação), obtêm-se diferentes valores

de HLB (balanço hidrófilo-lipófilo). A Fig. (3.8) apresenta a fórmula química geral dos surfactantes da linha Ultranex NP.

$$C_9H_{19}$$
 \longrightarrow $O(CH_2CH_2O)_nH$

onde: n = grau de etoxilação

Figura 3.8: Formula química dos surfactantes da linha Ultranex NP

Para o desenvolvimento desta dissertação foram escolhidos dois surfactantes com diferentes valores de HLB. Segundo a classificação das aplicações dos surfactantes apresentada na Tabela (2.1) do segundo capítulo desta dissertação, o NP 110 é um surfactante intermediário e o NP 1000 é um emulsificante o/a.

A Tabela (3.3) apresenta algumas das propriedades dos surfactantes utilizados nesta dissertação, estas propriedades estão especificadas no catálogo do fabricante.

	Aparência	рН	HLB	Ponto de
	a 25 °C			névoa [°C]
Ultranex NP 110	Líquido	5,0-7,5	13,7	71-75
Ultranex NP 1000	Sólido	5,0-7,5	19	-

Tabela 3.3: Propriedades dos surfactantes

Os surfactantes NP 110 e NP 1000 foram dissolvidos na água antes de cada experiência numa concentração de 2% em peso. Esta concentração corresponde a mais de dez vezes a concentração micelar crítica dos surfactantes. Para determinar a CMC foram realizados testes de tensão superficial para diferentes concentrações de surfactante. Estes testes foram feitos com um tensiômetro manual Krüss 13240 no Laboratório de Físico-Química da PUC-Rio.

O tensiômetro utiliza o método do anel. Neste método, um anel metálico é submerso no líquido a ser testado, um sistema manual eleva o anel até fazê-lo ultrapassar a interface. A força requerida para separar o anel da superfície é medida durante o processo, esta força é dividida pela circunferência do anel e corrigida por um fator geométrico, determinando a tensão superficial do líquido.

Para dissolver o surfactante na água utilizou-se um agitador magnético Fisatom 754A (Fig. (3.9)). O procedimento foi o seguinte: Em uma garrafa de vidro colocada sobre o agitador, verteu-se a água e lentamente adicionou-se o surfactante. Com a garrafa tampada, esperou-se até a completa dissolução

do surfactante e continuou-se a misturar por mais dez minutos para garantir a completa homogeneidade da mistura.



Figura 3.9: Agitador magnético

3.2.4 Equipamentos utilizados para análise das amostras de emulsão

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

O microscópio foi utilizado para observar as mudanças na morfologia da emulsão nos experimentos e para determinar a distribuição do tamanho de gota nas emulsões nas quais a fase continua era o óleo.

Para determinar a distribuição de tamanho de gotas das emulsões que tiveram água como fase continua foi utilizada o Mastersizer 2000 (Malvern

Instruments). O princípio de funcionamento do equipamento é a análise da dispersão da luz de um laser ao passar através de um dispositivo óptico pelo qual escoa uma amostra de emulsão.

3.2.5 Outros equipamentos

A massa dos fluidos na saída do reservatório foi determinada por uma balança analítica eletrônica Gehaca modelo AG-200, com carga máxima de 210g e sensibilidade 0.0001g. A balança conta com capelas de vidro como protetor de vento. Isto permite que medições precisas com mínima perturbação externa.

Para medir a perda de carga através do reservatório foi utilizado um manômetro eletrônico Dwyer 490-3 fundo de escala de 50 psi e exatidão de $\pm 0.5\%$.

3.3 Procedimento experimental

Nesta seção será detalhado o procedimento adotado para obter os resultados experimentais apresentados no capítulo 4 deste trabalho.

Com mencionado anteriormente, o objetivo desta dissertação é estudar a morfologia de uma emulsão produzida ao fazer escoar óleo e água dentro de um meio poroso. A água e o óleo são injetados em tubulações diferentes, os fluidos se juntam antes de entrar no reservatório numa conexão de modo que ambos fluidos entram no reservatório pela mesma entrada (Fig. (3.10)). O reservatório foi posicionado verticalmente para diminuir a segregação gravitacional dos fluidos dentro do reservatório. Um manômetro digital registrava a pressão antes da entrada do reservatório e a produção dos fluidos acontecia sempre à pressão atmosférica.

Com o objetivo de comprovar que a formação de emulsão acontecia principalmente no meio poroso; foram realizados vários experimentos com o reservatório vazio (sem as esferas de vidro, mas com os filtros na entrada e a saída do reservatório). Foram testadas todas as vazões totais e razões água-óleo nas que se realizaram os experimentos desta dissertação. Nestes experimentos não aconteceu emulsificação das fases.

Antes de começar cada experimento o meio foi inicialmente saturado com óleo, isto para simular as condições iniciais de um reservatório de petróleo antes do começo da co-produção de água. Para garantir que o estado inicial do meio poroso fosse sempre o mesmo, antes de cada série de experimentos as esferas



Figura 3.10: Conexões na entrada do reservatório

de vidro foram trocadas e a permeabilidade medida para conferir que fosse sempre a mesma para cada tipo de meio poroso.

Foram realizados vários experimentos para avaliar o efeito de parâmetros como a viscosidade do óleo, o tipo de surfactante utilizado, a vazão total e a razão de vazão água-óleo na morfologia das emulsões produzidas. Para cada experimento se fez escoar água e óleo dentro de meio porosos com uma vazão total fixa (vazão de água mais vazão de óleo Qa+Qo), mas mudando a razão de vazões (Qa/Qo) entre zero e um. Para cada razão de vazões foram coletadas amostras para analisar a distribuição de tamanho de gotas e o tipo de emulsão produzida.

Em cada condição experimental, a amostra de fluido produzido só foi coletada após a estabilização da queda de pressão através do reservatório. Também foram coletadas amostras de fluido produzido para verificar se a massa na saída correspondia exatamente com a massa que foi injetada. Estes dois fatores foram tomados como indicação de que um regime permanente tinha sido atingido. Uma vez estabilizado o sistema, precedeu-se à coleta de amostras para análise.

Durante a realização dos experimentos constatou-se que o tempo até o escoamento atingir um regime permanente era uma função do meio poroso e vazão total. Assim cada experimento tinha um tempo característico até atingir a estabilidade, que era o mesmo para todas as razões de vazões. Devido a este fato, em alguns experimentos dispensou-se a verificação de queda de pressão.

3.3.1 Análise das emulsões

Uma vez alcançado o regime permanente era iniciada a coleta de amostras para análise. O fluido produzido era coletado em provetas graduadas de vidro de 10ml. Assim, era possível verificar se acontecia qualquer mudança na aparência da emulsão. Adicionalmente, nos experimentos nos quais ocorreu a produção de mais de um tipo de emulsão, emulsões com diferente fase contínua ou presença de água livre, foi possível determinar as porcentagens de cada tipo de fluido sendo produzido. A determinação das porcentagens de cada tipo de emulsão produzida foi feita imediatamente depois das provetas alcançarem os 10ml. A Fig. (3.11) é uma fotografia de uma amostra contendo três fases diferentes.

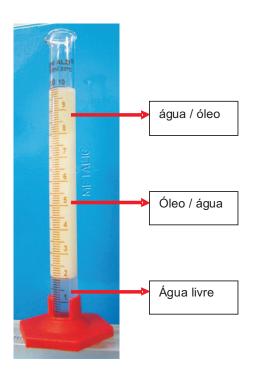


Figura 3.11: Amostra contendo vários tipos de fluidos

As amostras a serem observadas no microscópio foram tomadas diretamente na saída do reservatório sobre lâminas de vidro para microscopia. A medida que as emulsões produzidas tornaram-se muito concentradas e turvas, não foi possível visualizá-las no microscópio diretamente. As amostras tiveram de ser diluídas na fase contínua até conseguir uma concentração de gotas adequada para a visualização.

O procedimento seguido para diluir as amostras e tirar as fotografias das emulsões produzidas é discutido a seguir: Uma pequena quantidade de fase

contínua (0,5 ml aprox.) foi colocada na lâmina antes de coletar a amostra. No caso de emulsões com água como fase contínua, utilizou-se água com a mesma concentração de surfactante da água injetada no reservatório. Coletou-se a amostra de emulsão diretamente na saída do reservatório, deixando cair uma gota de emulsão sobre a fase contínua na lâmina. Imediatamente, colocou-se a lâmina no microscópio e agregou-se gota a gota mais fase contínua sobre a emulsão até conseguir uma concentração adequada para a visualização, como mostrado na Fig. (3.12) e na Fig. (3.13).



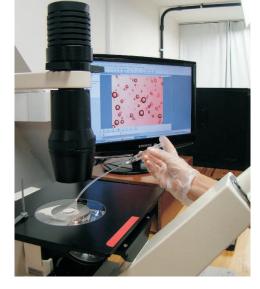


Figura 3.12: Coleta de amostra sobre lâmina de vidro

Figura 3.13: visualização no microscópio

Foram tiradas fotos de várias regiões da amostra o mais rápidamente possível, isto para conseguir capturar nas fotos todos os diâmetros de gota existentes na emulsão. Como as densidades do óleo e a água são diferentes, acontece segregação gravitacional, as gotas maiores se deslocam mais rapidamente que as pequenas. 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 varias fotos e a análise foi feita utilizando a foto mais representativa de cada amostra.

Para cada razão de vazão água-óleo foram coletadas oito amostras. As últimas quatro, meia hora após as primeiras quatro. Nas condições experimentais nas que houve produção simultânea de emulsões com diferente fase contínua, foram feitas fotografias diferentes para cada tipo de emulsão. Assim, para uma condição experimental com produção simultânea de emulsões a/o e o/a foram analisadas 16 fotografias, sendo 8 de cada tipo de emulsão.

3.3.2 Determinação da distribuição de tamanho de gota

As imagens foram processadas para determinar a distribuição de tamanho de gota usando o software Axiovision da Carl Zeiss. Este software conta com um módulo para medição semi-automática de diâmetros. O software aproveita o fato das fases terem cores e índices de refração diferentes, o que faz que sejam opticamente diferenciáveis. O software consegue delinear os contornos das gotas e proporciona como dado de saída uma lista com os diâmetros das gotas em micrômetros (Fig. (3.14)).

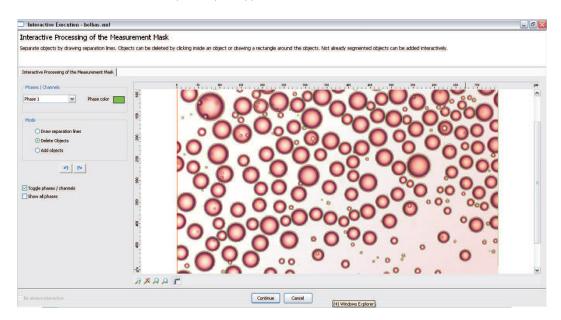


Figura 3.14: Software para medição de diâmetros

Com a lista dos diâmetros das gotas procedemos a fazer a determinação do diâmetro característico da emulsão, o d0.5 que é um dos parâmetros que vamos utilizar para caracterizar a morfologia das emulsões. O d0.5 é o valor de diâmetro para o qual o 50% do volume da fase dispersa tem diâmetro menor e o 50% tem diâmetro maior. Este valor também é conhecido como o diâmetro médio de massa.

Outro parâmetro de interesse para a análise é a dispersão de diâmetros das gotas. Como foi mencionado no segundo capítulo, as propriedades reológicas das emulsões são muito dependentes desta características. Assim, é importante determinar quão uniforme ou dispersa é a distribuição de tamanhos das gotas. Para poder comparar as emulsões enquanto às distribuições de tamanho de gotas foram feitos histogramas de frequência.

Quando houve produção de emulsão com água como fase externa em quantidades suficientes, utilizou-se também o *Mastersizer* para a determinação

de distribuição de tamanho de gotas. As amostras foram coletadas em pipetas graduadas até obter a quantidade necessária para fazer a análise no equipamento (geralmente 3 ou 4 ml). Posteriormente todo o conteúdo das pipetas foi utilizado na medição. O Mastersizer apresenta uma análise bastante completa da distribuição dos diâmetros, que inclui uma curva de frequência e o parâmetro d0.5 entre outros dados. A Fig. (3.15) mostra um resultado característico da análise feita pelo Mastersizer.

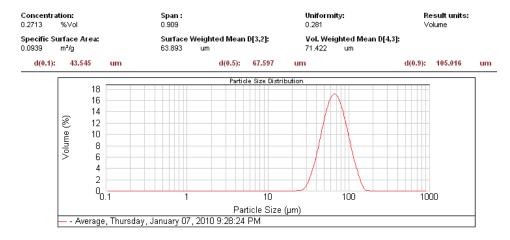


Figura 3.15: Reporte do Mastersizer para uma amostra de emulsão

Diferentes amostras de emulsão com água como fase contínua foram analisadas tanto no *Mastersizer* quanto no software do microscópio (AxioVision), para confirmar que os dados de ambas as análises fossem comparáveis. Não houve diferenças significativas na determinação dos diâmetros característicos.

Houve experimentos nos que foram produzidas emulsões do tipo a/o/a. Dado que não havia certeza sobre a exatidão da análise do Mastersizer neste tipo de emulsões, foram feitas varias comparações dos resultados das análises do Mastersizer e do software AxioVision com amostras deste tipo. Deste modo foi confirmado que o Mastersizer conseguia determinar a distribuição de tamanho de gota deste tipo de emulsões.