

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE
ENGENHARIA AEROESPACIAL

VINICIUS EDUARDO PEREIRA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE UM SISTEMA MICROFLUÍDICO PARA
PRODUÇÃO DE GOTAS DE TAMANHO CONTROLADO EM EMULSÃO ÓLEO EM ÁGUA

Joinville
2024

VINICIUS EDUARDO PEREIRA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE UM SISTEMA MICROFLUÍDICO PARA
PRODUÇÃO DE GOTAS DE TAMANHO CONTROLADO EM EMULSÃO ÓLEO EM ÁGUA

Trabalho apresentado como requisito para
obtenção do título de Bacharel em Engenharia
Aeroespacial, no Centro Tecnológico de
Joinville, da Universidade Federal de Santa
Catarina.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Gilberto Wolf

Joinville

2024

VINICIUS EDUARDO PEREIRA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE UM SISTEMA MICROFLUÍDICO PARA
PRODUÇÃO DE GOTAS DE TAMANHO CONTROLADO EM EMULSÃO ÓLEO EM ÁGUA

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Aeroespacial, no Centro Tecnológico de Joinville, da Universidade Federal de Santa Catarina.

Joinville (SC), 11 de dezembro de 2024.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Fabiano Gilberto Wolf
Orientador

Prof. Dr. Adriano dos Santos
Coorientador
UFRN

Prof. Dr. Ernane Silva
Membro(a)
UFSC

Prof. Dr. Claudimir Carminatti
Membro(a)
UFSC

Dedico esse trabalho aos familiares, amigos e a comunidade acadêmica da Universidade
Federal de Santa Catarina.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais Adenilson e Tania e minha namorada Beatriz, cujo apoio e amor foram fundamentais em cada passo desta jornada. Agradeço especialmente por estarem ao meu lado nos momentos mais desafiadores, me fortalecendo e inspirando a seguir em frente. Estendo essa homenagem aos meus sogros Paulo e Clotilde, por todo o incentivo e acolhimento durante esse período de dedicação e esforço.

Sou imensamente grato ao Professor Dr. Fabiano Gilberto Wolf pela confiança e pela oportunidade de integrar o Laboratório de Microfluídica (LabMicro) da Universidade Federal de Santa Catarina. Trabalhar sob sua orientação foi um privilégio, e sua visão e apoio sempre foram fundamentais para o desenvolvimento deste trabalho. Agradeço também ao Professor Dr. Adriano dos Santos da Universidade Federal do Rio Grande do Norte pela confiança na nossa abordagem e por compartilhar seu vasto conhecimento, o que foi essencial para o avanço da pesquisa.

A Petrobras, por meio do investimento e apoio financeiro, desempenhou um papel crucial na viabilização desta pesquisa. Sou grato pela parceria e pelo suporte para a realização deste trabalho, que certamente contribui para o avanço do campo da microfluídica e suas aplicações na indústria petrolífera.

Gostaria de estender meu agradecimento a todos os professores da Universidade Federal de Santa Catarina do Centro Tecnológico de Joinville, cuja influência positiva, direta ou indireta, contribuiu significativamente para minha formação e para a conquista do título de Bacharel em Engenharia Aeroespacial.

Por fim, agradeço aos meus companheiros de laboratório, especialmente a Thiago Correa, por sua colaboração e auxílio imprescindíveis. Thiago acreditou no potencial de nossas ideias e, com seu apoio, conseguimos superar os desafios e realizar a produção do trabalho. Sem sua ajuda, este projeto não teria sido possível.

Este trabalho é fruto de um esforço coletivo e sou eternamente grato a todos que de alguma forma contribuíram para sua realização.

“ Na dança dos fluidos, os segredos da natureza se revelam, tecendo a narrativa misteriosa da física em cada gota. ”

Richard Feynman

RESUMO

O transporte de gotículas de óleo em meios porosos é um tema crucial na indústria de petróleo e gás, pois a presença dessas gotículas na água produzida pode reduzir significativamente a eficiência da produção de óleo durante a reinjeção, devido à retenção de gotas nos poros. Para estudar esse fenômeno, a literatura frequentemente utiliza emulsões produzidas por equipamentos que misturam óleo e água através da rotação, gerando distribuições amplas de tamanhos de gota. No entanto, esse processo tende a ser impreciso e difícil de controlar. Este trabalho propõe uma abordagem microfluídica para a produção controlada de emulsões, utilizando geradores de gotas que permitem o controle preciso do tamanho das gotas que compõem a emulsão por meio de uma vazão volumétrica pré-determinada. Além disso, é possível realizar a análise quantitativa das distribuições de tamanhos de gota. Experimentos foram conduzidos em dois modelos de geradores fabricados com uma impressora 3D, capaz de produzir dimensões na escala micro. Foram caracterizadas a taxa de produção e o diâmetro das gotas em função das vazões aplicadas. Ambos os modelos, com dimensões teóricas idênticas, foram impressos e selados utilizando uma metodologia pioneira proposta neste trabalho, o que possibilitou a observação em tempo real da formação das gotículas por microscopia ótica. Os resultados indicam que, para vazões maiores de fase contínua, 80 $\mu\text{l}/\text{min}$, há um aumento na taxa de produção, mas com um maior desvio-padrão na produção de gotas por minuto. Vazões maiores de fase dispersa geraram gotículas menores, com o desvio-padrão se mantendo mais consistente entre os ensaios para os dois modelos. As modificações aplicadas durante os ensaios nas vazões foram cruciais para entender o funcionamento dos geradores de gotas. Além de serem influenciadas pelo tamanho do canal, as gotículas são diretamente impactadas pelas vazões das fases contínua e dispersa, sendo a fase contínua responsável pela fragmentação da fase dispersa. Esse método microfluídico proporciona uma forma mais controlada e detalhada de estudar a produção de emulsões, permitindo o acompanhamento em tempo real da geração de gotículas. Com isso, é possível ajustar precisamente os parâmetros do processo, oferecendo uma abordagem robusta para testar diferentes combinações de fases e otimizar a produção de emulsões.

Palavras-chave: microfluídica; gerador de gotas; emulsão.

ABSTRACT

The transport of oil droplets in porous media is a crucial issue in the oil and gas industry, since the presence of these droplets in the produced water can significantly reduce the efficiency of oil production during reinjection, due to the retention of droplets in the pores. To study this phenomenon, the literature often uses emulsions produced by equipment that mixes oil and water through rotation, generating wide droplet size distributions. However, this process tends to be imprecise and difficult to control. This work proposes a microfluidic approach for the controlled production of emulsions, using droplet generators that allow precise control of the size of the droplets that make up the emulsion through a predetermined volumetric flow rate. In addition, it is possible to perform the quantitative analysis of the droplet size distributions. Experiments were conducted on two generator models manufactured with a 3D printer, capable of producing dimensions on the micro scale. The production rate and droplet diameter were characterized as a function of the applied flow rates. Both models, with identical theoretical dimensions, were printed and sealed using a pioneering methodology proposed in this work, which allowed real-time observation of droplet formation by optical microscopy. The results indicate that, for higher continuous phase flow rates, 80 $\mu\text{l}/\text{min}$, there is an increase in the production rate, but with a greater standard deviation in the production of drops per minute. Higher dispersed phase flow rates generated smaller droplets, with the standard deviation remaining more consistent between the tests for both models. The modifications applied during the flow rate tests were crucial to understand how the droplet generators work. In addition to being influenced by the channel size, the droplets are directly impacted by the flow rates of the continuous and dispersed phases, with the continuous phase being responsible for the fragmentation of the dispersed phase. This microfluidic method provides a more controlled and detailed way to study emulsion production, allowing real-time monitoring of droplet generation. This makes it possible to precisely adjust process parameters, offering a robust approach to testing different phase combinations and optimizing emulsion production.

Keywords: microfluidics; droplet generator; emulsion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Dinâmica da recuperação de óleo e gás.	17
Figura 2 – Classificação da dinâmica de microgotas.	18
Figura 3 – Caracterização de escalas.	18
Figura 4 – Aplicação de micromodelo na investigação do escoamento em meio poroso.	19
Figura 5 – Gerador de gotas comercial.	20
Figura 6 – Emulsão a partir de um agitador rotativo.	20
Figura 7 – Emulsão a partir de um gerador de gotas (Micronit, 2023).	21
Figura 8 – Tipos de geradores de gotas.	22
Figura 9 – Geometria do gerador de gotas Trantidou <i>et al.</i> (2017)	26
Figura 10 – Geometria do gerador de gotas em milímetros.	26
Figura 11 – Micromodelo pré-selagem.	28
Figura 12 – Micromodelo saturado com azul de metileno após a selagem.	29
Figura 13 – Lanterna UV de baixa intensidade.	29
Figura 14 – Geradores de gotas: modelos e conexões empregadas.	31
Figura 15 – Configuração para injeção dos fluidos.	32
Figura 16 – Bancada experimental.	32
Figura 17 – Formação de calda da fase dispersa.	34
Figura 18 – Formação das gotas.	35
Figura 19 – Tratamento de imagem pelo <i>software</i> ImageJ	36
Figura 20 – Distribuição do tamanho das gotas da Figura 19.	37
Figura 21 – Procedimento de limpeza.	38
Figura 22 – G1 pós-impressão.	39
Figura 23 – G2 pós-impressão.	39
Figura 24 – Medições dos canais do gerador G1.	40
Figura 25 – Medições dos canais do gerador G2.	41
Figura 26 – Relação entre taxa de produção e tamanho de gota para G1 e G2.	46
Figura 27 – Distribuição para O1,25A30 no G1 nos três ensaios.	47
Figura 28 – Distribuição para O2,5A30 no G1 nos três ensaios.	48
Figura 29 – Distribuição para O5A30 no G1 nos três ensaios.	48
Figura 30 – Distribuição para O5A60 no G1 nos três ensaios.	48
Figura 31 – Distribuição para O5A80 no G1 nos três ensaios.	49
Figura 32 – Distribuição para O1,25A30 no G2 nos três ensaios.	49
Figura 33 – Distribuição para O2,5A30 no G2 nos três ensaios.	49
Figura 34 – Distribuição para O5A30 no G2 nos três ensaios.	50
Figura 35 – Distribuição para O5A60 no G2 nos três ensaios.	50

Figura 36 – Distribuição para O5A80 no G2 nos três ensaios. 50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características de macro e microemulsões.	24
Tabela 2 – Parâmetros da resina para impressão.	27
Tabela 3 – Taxas de fluxo utilizadas para produção de gotas	33
Tabela 4 – Dimensões teóricas dos geradores.	41
Tabela 5 – Dimensões dos geradores pós-impressão.	42
Tabela 6 – Erro relativo ao modelo teórico dos canais do G1 e G2 pós-impressão. .	42
Tabela 7 – Taxa de produção de gotas para o modelo G1.	43
Tabela 8 – Taxa de produção de gotas para o modelo G2.	43
Tabela 9 – Diâmetro de gota em [μm] relacionado com a vazão para o G1.	45
Tabela 10 – Diâmetro de gota em [μm] relacionado com a vazão para o G2.	45

LISTA DE SÍMBOLOS

$\mu\text{l}/\text{min}$	Microlitros por minuto
μm	Micrômetro
$\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$	Megaohm-centímetro
kg/m^3	Quilograma por metro cúbico
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
(A/O)	Emulsão água em óleo
(O/A)	Emulsão óleo em água
(m/m)	Relação entre massa do soluto e massa do solvente
1/min	Quantidade de gotas geradas por minuto
A	Área
Ch.	Canal do dispositivo microfluídico
D	Diâmetro
E1	Ensaio 1
E2	Ensaio 2
E3	Ensaio 3
FFKM	Perfluorelastômero
G1	Modelo de gerador de gotas 1
G2	Modelo de gerador de gotas 2
MP	Megapixel
Mod.	Modelo do dispositivo microfluídico
O1,25A30	1,25 $\mu\text{l}/\text{min}$ de óleo e 30 $\mu\text{l}/\text{min}$ de água
O2,5A30	2,5 $\mu\text{l}/\text{min}$ de óleo e 30 $\mu\text{l}/\text{min}$ de água
O5A30	5 $\mu\text{l}/\text{min}$ de óleo e 30 $\mu\text{l}/\text{min}$ de água
O5A60	5 $\mu\text{l}/\text{min}$ de óleo e 60 $\mu\text{l}/\text{min}$ de água
O5A80	5 $\mu\text{l}/\text{min}$ de óleo e 80 $\mu\text{l}/\text{min}$ de água
PEEK	Polieteretercetona
PP	Polipropileno
PTFE	Politetrafluoretileno
PWRI	Reinjeção de água produzida
g/L	Gramas por litro
mg/L	Miligramas por litro
ml	Mililitro
rpm	Rotação por minuto

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1	OBJETIVOS	14
1.1.1	Objetivo geral	15
1.1.2	Objetivos específicos	15
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	16
2.0.1	Industria do petróleo e reinjeção de água produzida	16
2.0.2	Microfluídica	17
2.0.3	Microdispositivos Fluídicos	18
2.0.4	Geradores de gotas	19
2.0.5	Tipos de geradores de gotícula	21
2.0.6	Emulsão	22
2.0.7	Tipos de emulsão	22
2.0.7.1	Emulsão óleo em água (O/A)	22
2.0.7.2	Emulsão água em óleo (A/O)	23
2.0.7.3	Macro e micro emulsão	23
3	METODOLOGIA	25
3.1	DESENVOLVIMENTO DO GERADOR DE GOTAS	25
3.1.1	Projeto	25
3.1.2	Parâmetros de impressão e procedimento de fabricação do micro-modelo	25
3.2	FLUIDOS E ADITIVOS QUÍMICOS	29
3.2.1	Propriedades dos fluidos	29
3.2.2	Emulsão	30
3.3	CHIP MICROFLUÍDICO E CONFIGURAÇÃO	30
3.3.1	Geradores de gotas	30
3.3.2	Configuração	30
3.3.3	Geração de gotas	33
3.3.4	Aquisição de Dados e Análise de Imagem	33
3.3.5	Limpeza dos Geradores de Gota.	36
4	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DE DADOS	39
4.0.1	Dados dos geradores	39
4.0.2	Taxa de Produção	42
4.0.3	Tamanho de gota obtido	44
5	CONCLUSÃO	51
5.0.1	Sugestões para trabalhos futuros	52
	REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

A indústria petrolífera desempenha um papel crucial na economia global, fornecendo a principal fonte de energia para diversos setores. No entanto, de acordo com Rosa *et al.* (2006), a exploração e produção de petróleo enfrentam desafios complexos, especialmente no que diz respeito à recuperação eficiente de petróleo em reservatórios difíceis de acessar. Melhorar os métodos de recuperação é essencial tanto para maximizar o rendimento dos reservatórios quanto para minimizar os impactos ambientais da exploração.

A interface óleo-água em reservatórios de petróleo é um tema de pesquisa fundamental para a eficiência na recuperação do petróleo, conforme destacado por Azizov *et al.* (2021). Métodos tradicionais de recuperação, como os processos secundários e terciários, são frequentemente utilizados para aumentar a produção, mas muitas vezes apresentam limitações, como a formação de emulsões óleo-água, que são difíceis de separar e tratar, podendo comprometer a qualidade do petróleo recuperado (Naveira, 2007). Nesse contexto, a pesquisa de Azizov *et al.* (2022) foca na dinâmica de gotas em processos de filtração e reutilização de água, com ênfase em abordagens inovadoras para otimizar a recuperação de petróleo. Uma dessas estratégias promissoras é o uso de microdispositivos para gerar emulsões com gotas de óleo de tamanho controlado.

Em reservatório de petróleo comumente são encontrados emulsões polidispersas sendo gotículas da ordem de micrômetros, porém ter um número elevado de tamanhos de gotículas dificulta o entendimento na relação gota-poro, entretanto busca-se encontrar o entendimento para tamanhos controlados, assim pode-se especificar como fenômenos físico-químicos ocorrem nos poços de petróleo. De acordo com Azizov *et al.* (2022), os métodos tradicionais de geração de gotas por meio de dispersores acoplados a instrumentos de rotação frequentemente produzem emulsões com uma distribuição ampla de tamanhos de gotas. Isso pode dificultar o entendimento da influência de diferentes tamanhos de gotas dentro do reservatório para recuperação através de reinjeção de água produzida.

O método de reinjeção de água produzida em reservatórios de petróleo é amplamente empregado na indústria petrolífera para gerenciar a água extraída durante a produção de óleo e, simultaneamente, otimizar a recuperação de hidrocarbonetos. A técnica consiste em reinjetar no reservatório a água que foi separada durante o processamento do petróleo bruto. Segundo Araujo *et al.* (2024), a água produzida tem duas principais origens: água de formação, que é naturalmente presente no reservatório, e água injetada, proveniente de processos anteriores, como a injeção de água do mar, realizada para manter a pressão interna do reservatório. De acordo com Passos (2013), essa manutenção de pressão é essencial para sustentar a produção de petróleo, favorecendo a recuperação de óleo remanescente ao longo do tempo. A reinjeção não apenas contribui para o aumento da eficiência na produção, mas também atua como uma medida de mitigação ambiental

ao reduzir a necessidade de descarte inadequado da água produzida, que pode conter contaminantes prejudiciais ao meio ambiente, inviabilizando o lançamento dessa água ao mar.

Nesse cenário, a utilização de microdispositivos para geração de gotas sob medida surge como uma solução promissora para estudos onde se busca controle na emulsão. Essa abordagem permite estudar a influência do tamanho das gotas em diferentes porosidades e aprimorar a dinâmica das gotas em sistemas que simulam reservatórios de petróleo, contribuindo para a otimização da recuperação de hidrocarbonetos.

Na pesquisa de Azizov *et al.* (2022), foram utilizados chips geradores de gotas de borossilicato, conhecidos por sua durabilidade, resistência química a solventes, transparência e resistência mecânica. No entanto, este trabalho propõe uma alternativa: a utilização de impressoras 3D para produzir geradores de gotas a partir de resina fotopolimerizável transparente. Esse material permite a visualização e o monitoramento em tempo real da formação das emulsões, proporcionando uma compreensão detalhada do comportamento das gotículas e possibilitando ajustes imediatos nas vazões para controlar o tamanho das gotas e a taxa de produção, além disso se apresenta melhor em características como facilidade de obtenção e baixo custo de produção em relação a chips de borossilicato. O objetivo deste trabalho é explorar o desenvolvimento desses geradores de gotas e a caracterização do sistema, utilizando controladores de pressão de alta precisão.

Para atingir os objetivos propostos, este trabalho adota uma abordagem experimental, utilizando a prototipagem para a produção de microdispositivos capazes de gerar emulsões de óleo e água. Foram realizados experimentos para caracterizar o microdispositivo, avaliando as taxas de produção e o comportamento das gotículas em relação ao diâmetro, sob diferentes condições de fluxo.

Espera-se obter uma compreensão da relação entre as vazões de fase dispersa e contínua para obter emulsão de tamanho controlado com gotículas em escala microscópica viabilizando o acompanhamento da produção através dos canais do dispositivo microfluídico em tempo real.

1.1 OBJETIVOS

Para abordar o problema da geração de emulsões com ampla distribuição de tamanhos de gotas de óleo em água, frequentemente observado em dispersores rotativos, propõe-se uma abordagem alternativa. Essa abordagem busca desenvolver geradores fabricados em um material transparente, que ofereça resistência química e mecânica comparável ao vidro, atendendo às necessidades de aplicações específicas. Nesse contexto, os seguintes objetivos são delineados

1.1.1 Objetivo geral

Explorar o desenvolvimento e a prototipagem por impressora 3D de um dispositivo microfluídico capaz de produzir emulsões com tamanhos de gota controlado para diferentes fluxos de fase dispersa e fase contínua para obter gotículas em misturas monodispersas.

1.1.2 Objetivos específicos

- Prototipar dispositivos microfluídicos para a geração de gotas controladas utilizando técnicas de impressão 3D com resina transparente que permitam acompanhar em tempo real a produção de emulsões com tamanhos específicos de gotas de óleo em água.
- Avaliar a geração das gotas por meio de experimentos que investiguem a influência das vazões volumétricas das fases dispersa e contínua no diâmetro das gotas e na taxa de produção, visando obter emulsões monodispersas.
- Verificar a reprodutibilidade e precisão do sistema sob diferentes configurações de vazão utilizando controladores de pressão de alta precisão garantindo a confiabilidade dos dispositivos microfluídicos em condições variadas.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.0.1 Indústria do petróleo e reinjeção de água produzida

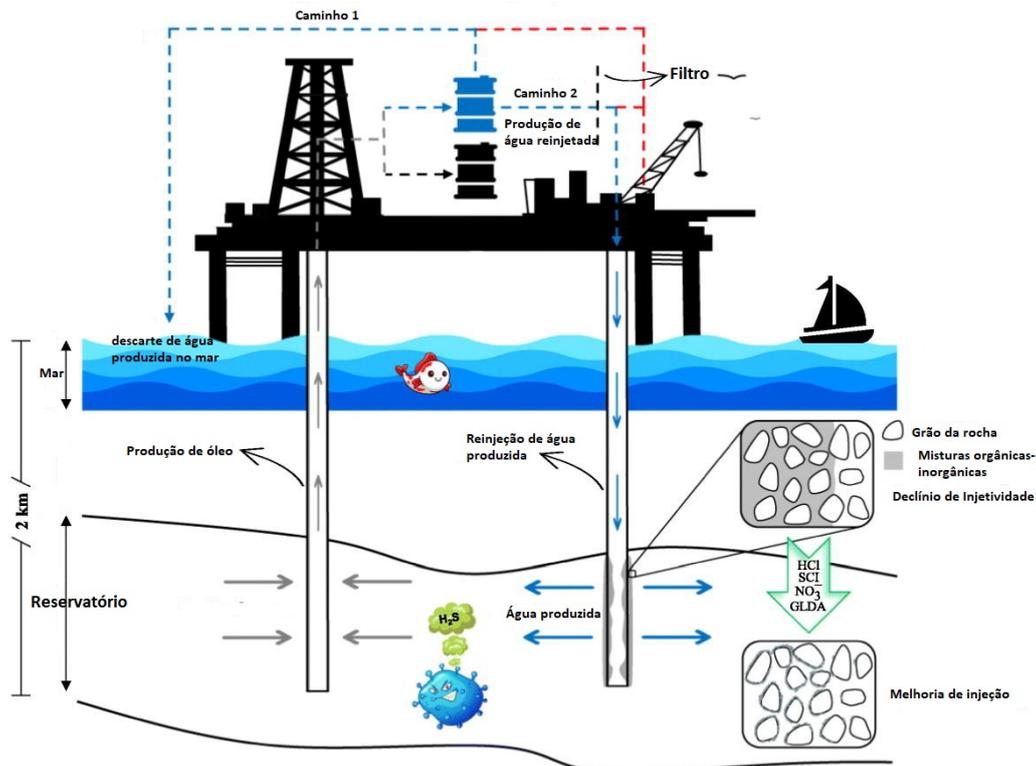
A água produzida é um subproduto inevitável da extração de petróleo e gás, especialmente em campos maduros, e se caracteriza por grandes volumes de água associados ao óleo. À medida que os reservatórios envelhecem, a razão entre água e óleo aumenta, podendo chegar a 70% da produção total, o que significa aproximadamente quatro barris de água para cada barril de óleo produzido. Esse efluente contém uma variedade de componentes dispersos e dissolvidos, incluindo óleo e outros contaminantes, que podem impactar negativamente o ambiente, exigindo que as empresas desenvolvam soluções eficientes para o descarte ou reaproveitamento. (Quezada *et al.*, 2005)

De acordo com Azizov *et al.* (2021), nos ambientes *offshore* a prática padrão é tratar a água produzida para atender às regulamentações ambientais antes de descartá-la no oceano ou reinjetá-la no próprio reservatório ou em formações geológicas adjacentes. Em locais como a Plataforma Continental Norueguesa, mais de 75% da água produzida é descartada no oceano, sendo necessário que o teor de óleo seja reduzido a menos de 30 mg/L para minimizar danos ao ambiente marinho. Contudo, a reinjeção de água produzida (PWRI) tem se mostrado uma alternativa ambientalmente favorável e economicamente viável, pois além de evitar a contaminação dos corpos d'água superficiais, permite a integração do manejo da água com a gestão do reservatório. Essa abordagem é considerada prioritária em novos campos devido à meta de zero descarte e ao seu potencial de suporte à pressão de reservatório.

De acordo com as informações de Quezada *et al.* (2005), apesar dos benefícios, a reinjeção de água produzida apresenta desafios operacionais significativos, como a perda de injetividade devido ao entupimento dos poros por partículas e gotas de óleo, além do risco de *souring* do reservatório (aumento da concentração de H₂S por atividade bacteriana), crescimento de fraturas e corrosão. Para mitigar esses problemas, é necessário um controle rigoroso de variáveis operacionais e o desenvolvimento de modelos preditivos para otimizar o processo de injeção e garantir a eficácia do PWRI.

Nesse contexto, o uso de tecnologias inovadoras, como dispositivos microfluídicos, surge como uma solução promissora para estudar em microescala as interações entre óleo e água. Esses dispositivos permitem simular condições semelhantes às encontradas nos reservatórios, contribuindo para o entendimento dos mecanismos de recuperação de óleo e o desenvolvimento de estratégias para otimizar a extração de hidrocarbonetos. A Figura 1 apresenta como ocorre a produção de óleo e gás em plataforma petrolífera.

Figura 1 – Dinâmica da recuperação de óleo e gás.



Fonte: Adaptado de Kermani *et al.* (2023).

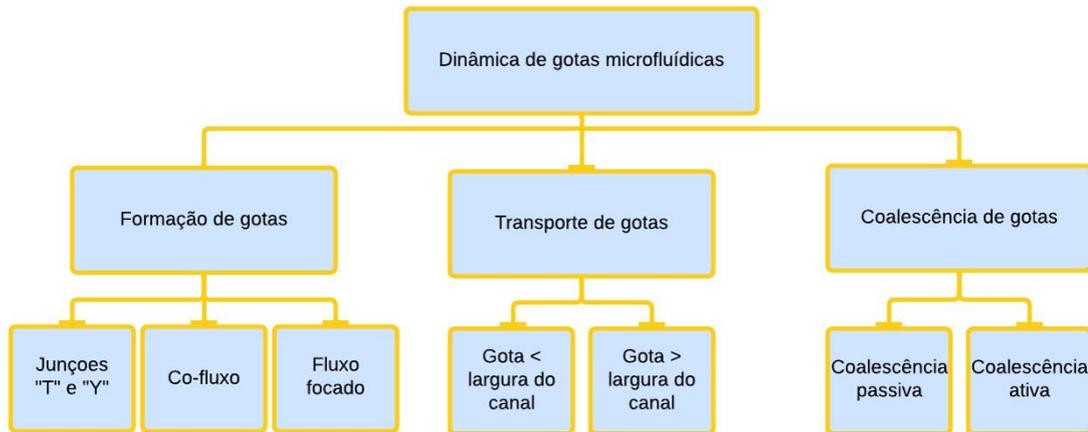
2.0.2 Microfluídica

De acordo com Fani *et al.* (2022), com o objetivo de abordar os desafios da indústria do petróleo, a microfluídica tem se apresentado como uma ferramenta importante na utilização de micro e nanoestruturas, a partir do escoamento de pequenas quantidades de fluidos em dispositivos com dimensões bastante reduzidas. Por exemplo, a microfluídica é aplicada no estudo de emulsões e na modelagem de escoamentos de petróleo e água em ambientes porosos, simulando o comportamento dos fluidos em reservatórios subterâneos. A Figura 2 apresenta uma classificação geral da dinâmica de gotas microfluídicas propostas por Baround *et al.* (2010).

Segundo Whitesides (2006), a microfluídica é uma área da ciência e da engenharia que estuda e manipula o comportamento de fluidos em canais extremamente pequenos, geralmente com dimensões na faixa de micrômetros. Esses dispositivos permitem controlar e observar o movimento de pequenas quantidades de líquido, o que é útil em diversas aplicações. A microfluídica combina princípios da mecânica dos fluidos com técnicas de miniaturização, e é amplamente utilizada em áreas como biotecnologia, química analítica, e até mesmo na indústria do petróleo.

A aplicação da microfluídica para a geração de emulsões em microdispositivos permite uma análise detalhada e controlada dos fenômenos de transporte e das interações fluido-estrutura, que são críticos para a eficiência e sustentabilidade da produção de

Figura 2 – Classificação da dinâmica de microgotas.



Fonte: Adaptado de Baround *et al.* (2010).

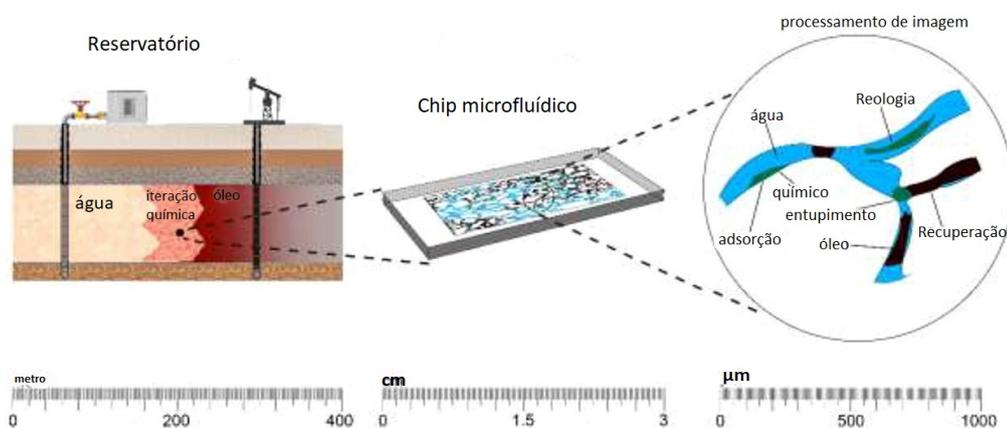
petróleo.

2.0.3 Microdispositivos Fluídicos

Em termos de aplicação, a microfluídica permite o desenvolvimento de microdispositivos que podem realizar análises químicas e biológicas complexas em pequenas escalas, conhecidas como lab-on-a-chip (laboratório em um chip). Esses dispositivos podem funcionar como pequenos laboratórios com o intuito de analisar tipos diferentes de escoamentos em elementos porosos, facilitando o desenvolvimento de testes rápidos, síntese de novas moléculas e controle de reações químicas em volumes muito reduzidos.

Os sistemas microfluídicos são qualquer dispositivo que processe quantidades reduzidas de líquidos. Os fluidos viajam através de canais finos, e válvulas minúsculas podem ligar e desligar o fluxo. Esses canais são feitos de materiais como vidro, polímeros, papel ou géis. A Figura 3 demonstra a dimensão de sistemas microfluídicos em relação a escala real.

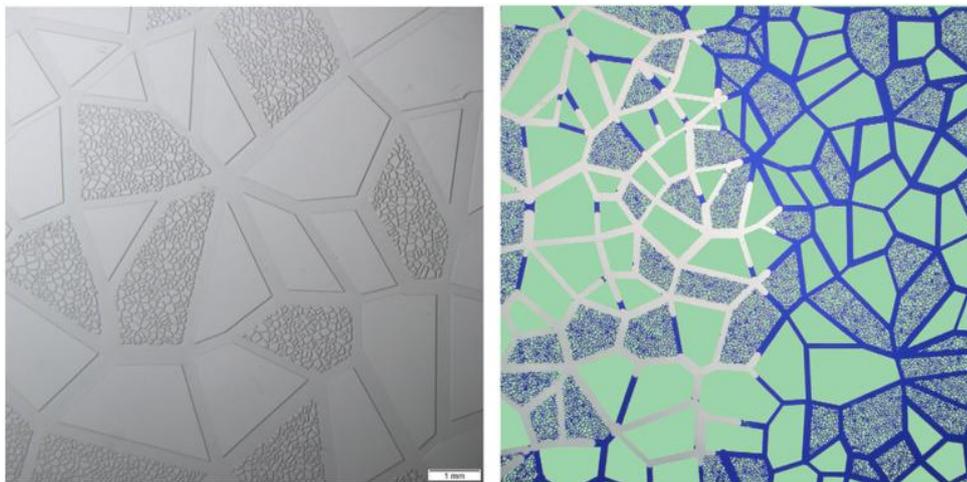
Figura 3 – Caracterização de escalas.



Fonte: Adaptado de Fani *et al.* (2022).

De acordo com Gunda *et al.* (2011) micromodelos são meios porosos simplificados que podem ser considerados estatisticamente representativos quando determinados protocolos específicos são adotados em sua fabricação. Produzidos com materiais transparentes, esses modelos vêm sendo amplamente utilizados para a observação direta de mecanismos de deslocamento no nível dos poros, proporcionando uma compreensão aprimorada da dinâmica do fluxo bifásico e da relação entre as propriedades petrofísicas e a estrutura da rede de poros (Oren *et al.*, 1992). A Figura 4 demonstra a utilização de microdispositivos em ensaios para a compreensão da dinâmica dos fluidos.

Figura 4 – Aplicação de micromodelo na investigação do escoamento em meio poroso.



Fonte: Adaptado de Wolf *et al.* (2022).

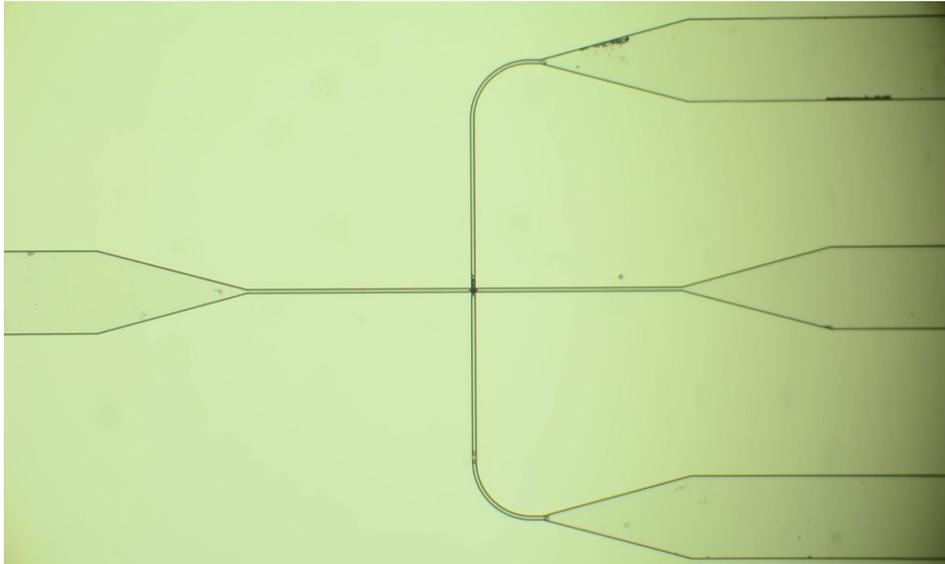
Entretanto, o presente trabalho aborda a utilização de elementos porosos para a fabricação de gotículas. Embora também se apresentem como estruturas porosas, esses elementos possuem poucos canais, e bem definidos, com poucas curvas e geometria simples. A Figura 5 apresenta um modelo comercial para produção de gotículas.

2.0.4 Geradores de gotas

Segundo Campos (2011) o estudo do escoamento de gotas em sistemas microfluídicos é uma área emergente que avançou significativamente com o desenvolvimento de tecnologias para fabricação de dispositivos microestruturados. Diversas áreas como biomedicina, bioquímica, e mais recente a petrolífera exploram a utilização de microdispositivos.

Geradores de gotas representam uma abordagem alternativa para a formação de emulsões, diferenciando-se dos métodos convencionais que utilizam agitadores rotativos com elementos de dispersão, os quais geralmente produzem uma distribuição ampla e pouco controlada no tamanho das gotas. É possível ver isso na Figura 6, onde a primeira amostra foi agitada a 2700 rpm em 15 minutos de agitação produzindo gotas de 0,35 a 44,04 μm , enquanto a segunda encontrada ao centro da imagem corresponde a 2200 rpm

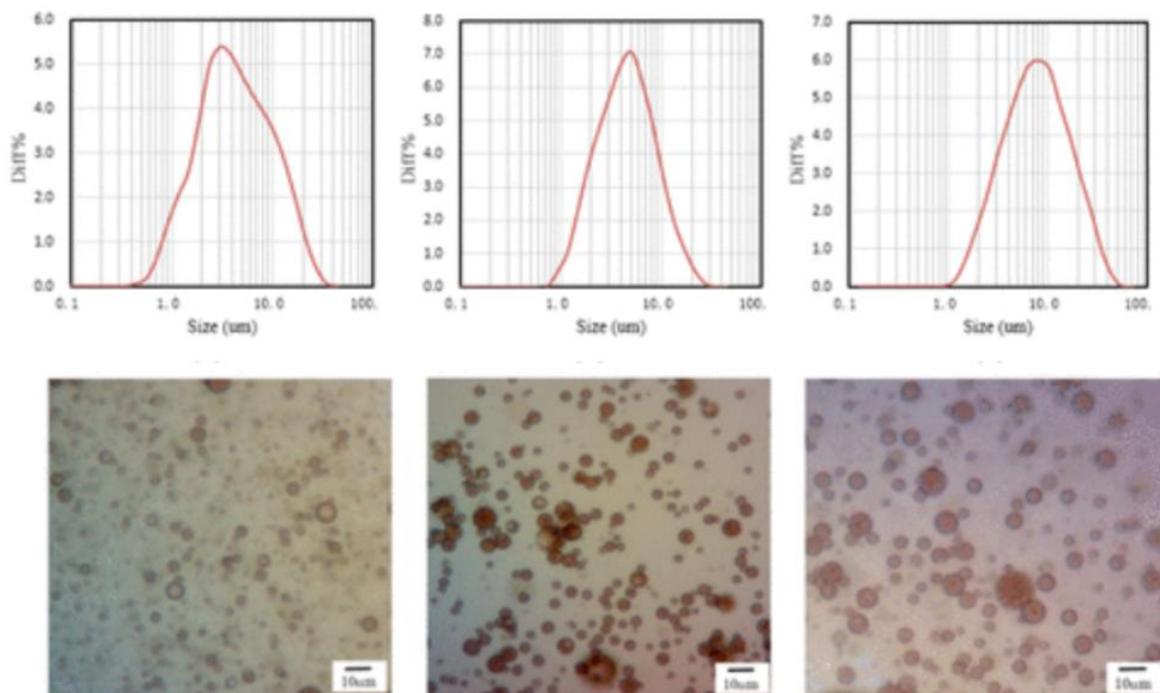
Figura 5 – Gerador de gotas comercial.



Fonte: elaborado pelo autor.

por 15 minutos de agitação a qual promoveu gotículas de 0,72 a 34,91 μm e por fim a última distribuição apresenta resultados para 2000 rpm e 10 minutos fornecendo gotas de 0,72 a 56,13 μm .

Figura 6 – Emulsão a partir de um agitador rotativo.

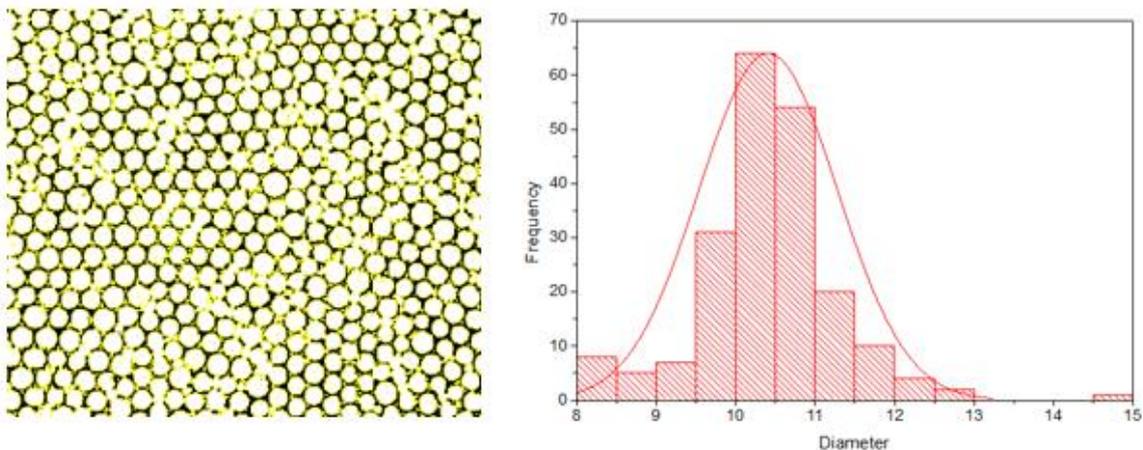


Fonte: Adaptado de Yu Boxin Ding (2018).

Como alternativa para a necessidade de maior controle e uniformidade na produção de gotículas, dispositivos geradores de gotas são propostos para aprimorar a precisão

e a eficiência na escala de produção, garantindo uma distribuição mais homogênea do tamanho das partículas. A Figura 7 apresenta uma abordagem por dispositivo microfluídico de geração de gotas da Micronit (2023), em distribuições para tamanhos de de 7 a 10 μm , mostrando a eficiência de obter um controle maior das gotas geradas.

Figura 7 – Emulsão a partir de um gerador de gotas (Micronit, 2023).



Fonte: Pereira *et al.* (2024)

2.0.5 Tipos de geradores de gotícula

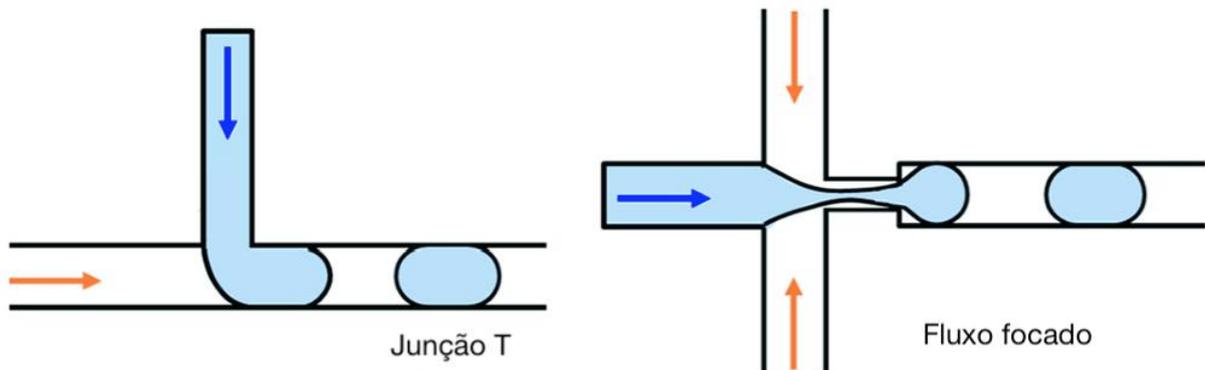
Segundo o trabalho de Campos (2011), quatro tipos principais de geradores de gotas podem ser classificados de acordo com suas configurações estruturais: junção T, junção Y, cofluxo e fluxo focado. Dentre esses, os geradores de junção T e de fluxo focado se destacam na produção de emulsões por serem os mais encontrados na literatura.

O gerador de junção T consiste em um canal de água que se encontra perpendicularmente com um canal de óleo, formando gotas quando os dois fluidos se encontram. Esse tipo de gerador é frequentemente referido como um chip de fluxo cruzado, pois a interseção dos canais forma as gotas em um ponto central onde os fluidos se encontram perpendicularmente.

Já o gerador de fluxo focado, outra configuração amplamente utilizada, envolve o escoamento paralelo de dois canais de água ao longo de um canal central de óleo. A formação de gotas ocorre na interseção dos canais, onde o fluxo de água converge e foca o fluxo de óleo, resultando em gotas no ponto de intersecção central. A Figura 8 ilustra visualmente esses dois tipos de geradores de gotas, destacando as diferenças funcionais entre eles.

Nesses dois tipos de geradores a formação de gotas de tamanhos controlados pode ocorrer por ajustes de vazão ou pressão.

Figura 8 – Tipos de geradores de gotas.



Fonte: Adaptado de Micronit (2023).

2.0.6 Emulsão

Uma emulsão é um sistema heterogêneo no qual pelo menos um líquido imiscível está disperso em outro, formando pequenas gotas. O líquido que envolve essas gotas é denominado fase contínua ou fase externa, enquanto a fase de óleo, composta pelas gotas, é chamada de fase descontínua, fase interna ou fase dispersa. A importância das emulsões é inquestionável, tanto no aspecto teórico quanto em suas diversas aplicações práticas. A fundamentação teórica das emulsões abrange uma parte significativa dos conhecimentos em ciências coloidais e de superfícies, além de contribuir substancialmente para outros ramos da ciência.

Segundo Becher (2001), as aplicações das emulsões podem ser divididas em sistemas naturalmente formados e aqueles produzidos artificialmente. Exemplos de emulsões naturais incluem processos biológicos, como a digestão de alimentos e a produção de leite. Já as emulsões artificiais têm uma vasta gama de aplicações, abrangendo áreas como tintas, alimentos, indústria farmacêutica, explosivos, combustíveis para foguetes e automóveis, especialmente, a indústria do petróleo, entre outros setores.

2.0.7 Tipos de emulsão

Na indústria de óleo e gás as emulsões podem ser classificadas em dois tipos principais: água em óleo (A/O) e óleo em água (O/A), sendo que essa nomenclatura persiste mesmo quando a fase aquosa contém eletrólitos dissolvidos, álcoois de cadeia curta ou outros líquidos polares, como glicóis. A fase oleosa, por sua vez, pode incluir substâncias insolúveis em água, como silicones, fluoro carbonos e nitroglicerina (Montalvo, 2008).

2.0.7.1 Emulsão óleo em água (O/A)

Conforme Schramm (2005), são aquelas em que gotas de óleo estão dispersas em uma fase contínua de água. Na indústria petrolífera, durante a produção de petróleo,

a água produzida (também conhecida como "água de produção") frequentemente contém pequenas gotas de óleo dispersas. Essas gotas de óleo devem ser separadas da água antes de sua reinjeção nos reservatórios ou antes de serem descartadas de maneira ambientalmente segura. As emulsões O/A são importantes neste contexto, pois elas podem ser tratadas para separar o óleo da água, permitindo que a água seja reutilizada sem causar danos ao meio ambiente ou afetar a produção do reservatório. Para separar as emulsões O/A, geralmente são usados processos de desidratação, como o uso de separadores de água e óleo ou tratamentos com aditivos químicos como polieletrólitos que quebram a emulsão e permitem a coalescência entre as gotas de óleo promovendo remoção eficiente do óleo.

2.0.7.2 Emulsão água em óleo (A/O)

Segundo Schramm (2005), as emulsões água em óleo (A/O) são formadas quando a água, como líquido polar, se dispersa em pequenas gotas dentro de uma fase contínua de óleo. Esses sistemas possuem uma ampla gama de aplicações, abrangendo desde cosméticos e medicamentos até processos industriais complexos, como a recuperação de petróleo. No setor petrolífero, as emulsões A/O podem ser geradas durante processos de recuperação avançada de petróleo, como a injeção de água ou polímeros, utilizados para deslocar o petróleo remanescente nos reservatórios. Essas emulsões são valiosas para otimizar o deslocamento de óleo, pois ajudam a reduzir a viscosidade do petróleo, facilitando sua extração. Além disso, as emulsões A/O contribuem para a eficiência de processos de separação e purificação, especialmente no tratamento da água produzida, permitindo a remoção de contaminantes, como metais pesados e outros compostos presentes nas emulsões.

2.0.7.3 Macro e micro emulsão

Conforme descrito Shah (1985), as emulsões podem ser classificadas com base no tamanho das gotículas e no tipo de interação entre a fase dispersa e a fase contínua. As duas principais categorias discutidas são as macroemulsões e as microemulsões, que possuem características distintas e são aplicadas em diversas áreas.

- **Microemulsão:** As microemulsões são sistemas transparentes ou translúcidos formados por gotículas de fase dispersa menores do que o comprimento de onda da luz visível (380 a 780 nm), resultando em uma mistura visualmente homogênea. Elas são termodinamicamente estáveis devido às tensões interfaciais extremamente baixas (menores que 10^{-2} mN/m), o que facilita sua formação e garante sua estabilidade. Essas emulsões não requerem estabilização externa intensa, pois os surfactantes formam uma interface estável entre as fases imiscíveis, permitindo sua formação espontânea quando as condições apropriadas são atendidas. Na realidade,

as dimensões que caracterizam as microemulsões encontram-se não em escala micrométrica, mas sim em escala nanométrica (Silva *et al.* (2015)). Na indústria de petróleo, as microemulsões são amplamente utilizadas em processos de recuperação avançada de petróleo (EOR), como a injeção de surfactantes, e na remoção de óleo em águas produzidas. Elas também têm aplicações farmacêuticas e cosméticas, melhorando a biodisponibilidade de fármacos e a distribuição de ingredientes ativos na pele (Villalobos, 2010).

- **Macroemulsão:** Ao contrário das microemulsões, as macroemulsões apresentam gotículas com diâmetros superiores a 0,01 μm e geralmente possuem menor estabilidade termodinâmica. No entanto, sua estabilidade pode ser aumentada com a adição de estabilizadores como surfactantes ou sólidos particulados. Também são empregadas no tratamento de águas produzidas, que frequentemente contêm óleo emulsificado, sendo necessário separá-lo antes de seu descarte ou reinjeção (Shah, 1985).

A Tabela 1 proposta por Becher (2001) apresenta algumas características de macro e microemulsão.

Tabela 1 – Características de macro e microemulsões.

Propriedade	Microemulsão	Macroemulsão
Componentes	Óleo-água-surfactante	Óleo-água-surfactante
Número de surfactantes	Um ou mais	Um ou mais
Tamanho da gota	0,001 – 0,01 μm	Micrômetros
Tipo de surfactante	Todos	Todos
Concentração de surfactante	Muito alta	Muito baixa
Estabilidade termodinâmica	Estável	Instável
Estabilidade de armazenamento	Infinita	Função da formulação

Fonte: Becher (2001).

No presente estudo, investigaremos a formação de macroemulsões do tipo óleo em água, nas quais o diâmetro das gotas é superior a 0,01 μm em todos os casos analisados.

3 METODOLOGIA

Este estudo utilizará uma abordagem experimental para investigar a produção de gotas de óleo em água empregando microdispositivos prototipados em resina fotopolimerizável. Esses dispositivos são capazes de gerar gotículas de dimensões consistentes, permitindo a análise do comportamento de formação das gotas sob diferentes condições de fluxo. A metodologia possibilitará uma compreensão detalhada das interações óleo-água em escala microscópica, permitindo a avaliação em tempo real das interações físico-químicas entre gota e vazão por meio dos microdispositivos.

3.1 DESENVOLVIMENTO DO GERADOR DE GOTAS

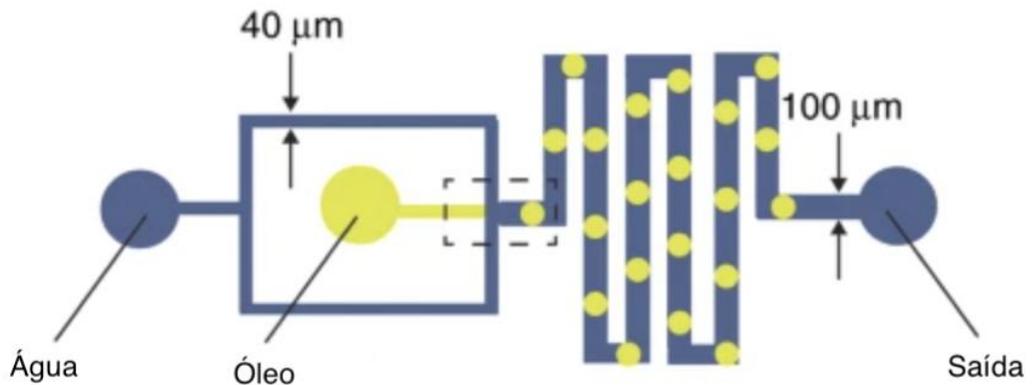
3.1.1 Projeto

O projeto proposto para o gerador de gotas segue o conceito de fluxo focado, no qual ocorre o cruzamento entre os fluxos de óleo e água. Nesse sistema, a água flui pelos canais paralelos superiores e inferiores, encontrando o óleo que escoava pelo canal central. Quando os dois fluidos se encontram, gera-se uma separação entre eles, resultando em cisalhamento e na formação das gotas de óleo. A saída do dispositivo é composta por um canal com geometria de serpentina, essa estrutura permite uma melhor mistura entre os componentes participantes da emulsão. O desenho inicial foi baseado no trabalho de Trantidou *et al.* (2017), o modelo é apresentado na Figura 9, porém com dimensões modificadas em relação ao projeto original. Foi proposta uma ampliação das distâncias entre os canais para permitir a impressão do modelo e avaliar o impacto real dessa alteração nas impressões. O melhor projeto, que garantiu segurança e repetibilidade no processo de impressão, foi obtido com um aumento de 5 vezes nas dimensões do desenho original. A altura do micromodelo foi mantida constante em $100 \mu\text{m}$ em toda a estrutura. Na Figura 10, estão apresentadas as medidas em milímetros e a geometria adotada para o modelo.

3.1.2 Parâmetros de impressão e procedimento de fabricação do micromodelo

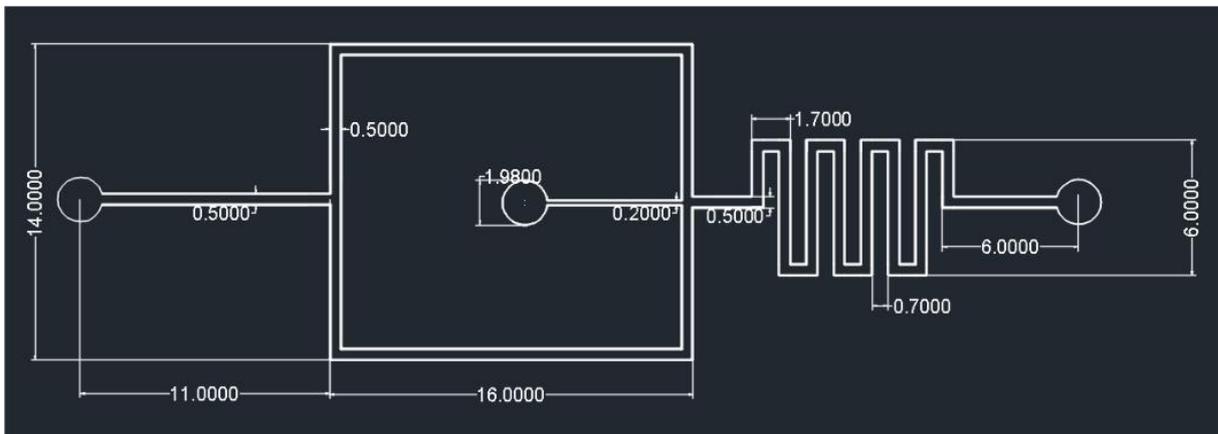
Após a finalização do projeto, o modelo 3D foi exportado em formato STL (*Standard Tessellation Language*) para ser utilizado no software de fatiamento (*AnyCubic*, 2015) *Photon Workshop*, onde foram configurados os parâmetros de impressão. Encontrar as propriedades ideais de impressão foi um grande desafio, pois cada resina possui características próprias. Existe uma forte dependência desses fatores para alcançar o objetivo desejado, e, quanto menores os canais, maior a necessidade de precisão dos parâmetros de impressão. A resina utilizada foi a AnyCubic Standard Resin Clear, uma resina fotopolimérica à base de acrílico, projetada para impressões 3D. A impressora utilizada foi a AnyCubic Photon Mono M5s, com resolução de tela 12k, oferecendo uma resolução de 19

Figura 9 – Geometria do gerador de gotas Trantidou *et al.* (2017)



Fonte: Adaptado de Trantidou *et al.* (2017).

Figura 10 – Geometria do gerador de gotas em milímetros.



Fonte: elaborado pelo autor.

μm no eixo X, $24\mu\text{m}$ no eixo Y e $10\mu\text{m}$ no eixo Z. Essa impressora utiliza uma fonte de luz UV com comprimento de onda de 405 nm para a cura e consolidação da geometria do gerador de gotas. A Figura 2 detalha os parâmetros utilizados para impressão, apresentando os dados em inglês devido a o software ter apenas essa versão disponível.

Após a impressão, o modelo foi cuidadosamente retirado da plataforma de impressão e submetido a um processo de limpeza com álcool isopropílico (IPA) para remover qualquer resina não curada. Em seguida, o modelo foi exposto a uma luz UV adicional, por cerca de 5 minutos, para garantir a cura completa da resina. Após a cura, o micromodelo foi inspecionado visualmente para verificar a precisão dos canais e a qualidade geral da impressão. Na ocorrência de defeitos de impressão, como canais obstruídos ou de tamanhos irregulares, tanto a geometria quanto os parâmetros de impressão eram revisados

Tabela 2 – Parâmetros da resina para impressão.

Informação da resina	Nome da resina	Clear
	Tipo de resina	Standart Resin +
	Volume de resina	1000 ml
	Preço da resina	U\$ 220,00
	Volume de resina utilizado	80 ml
Parâmetros de fatiamento	Espessura da camada	0,020 mm
	Tempo de exposição	1,5 s
	Tempo de impressão da camada	11 s
	Tempo de exposição inferior	42 s
	Camada inferior	0
	Anti-alias	1
	Elevação em Z	4 mm
	Velocidade de elevação	8 mm/s
Velocidade de retração	6 mm/s	

Fonte: elaborado pelo autor.

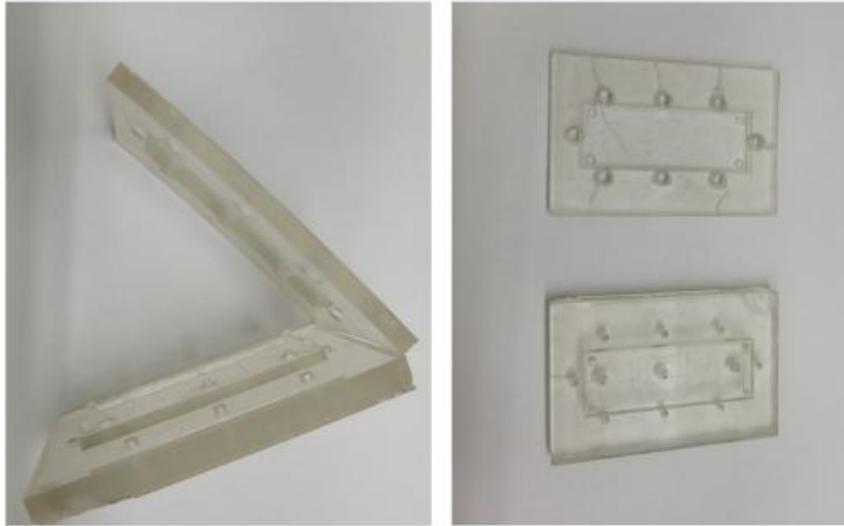
para que novos modelos fossem reimpressos. Este procedimento foi repetido até que os ajustes fossem finos o bastante para que tais defeitos não fossem mais detectados sob o microscópio.

O modelo foi impresso em duas partes: uma superior e uma inferior. A parte inferior apresentava canais com profundidade, enquanto a parte superior funcionava como uma tampa para fechar o modelo. Para unir as duas partes, foi utilizada a própria resina de impressão. A Figura 11 apresenta as duas partes impressas.

Após o tratamento pós-impressão e cura das peças, foram realizados os seguintes passos para união e encapsulamento do gerador de gotas:

1. Aplicou-se uma fina camada de resina nas superfícies de ambas as partes. Em seguida, utilizou-se ar comprimido para espalhar a resina, formando uma lâmina homogênea sobre as superfícies;
2. As duas partes foram unidas com parafusos M3 ao redor da geometria dos canais, ajustando gradualmente o aperto até que todo o ar fosse removido do interior do dispositivo. Durante esse processo, os canais microfluídicos também foram preenchidos com resina, sendo necessária sua remoção ainda em estado líquido para evitar o entupimento dos canais e comprometer sua funcionalidade após a fotopolimerização;
3. Para remover a resina dos canais, conectaram-se seringas de 20 ml nos terminais de entrada e saída do dispositivo. Manualmente, de forma coordenada e gradual, iniciou-se a extração da resina residual dos canais por meio de sucção;
4. A drenagem da resina dos canais foi realizada por etapas. Cada seção drenada foi imediatamente exposta à luz UV para promover a fotopolimerização localizada e

Figura 11 – Micromodelo pré-selagem.



Fonte: elaborado pelo autor.

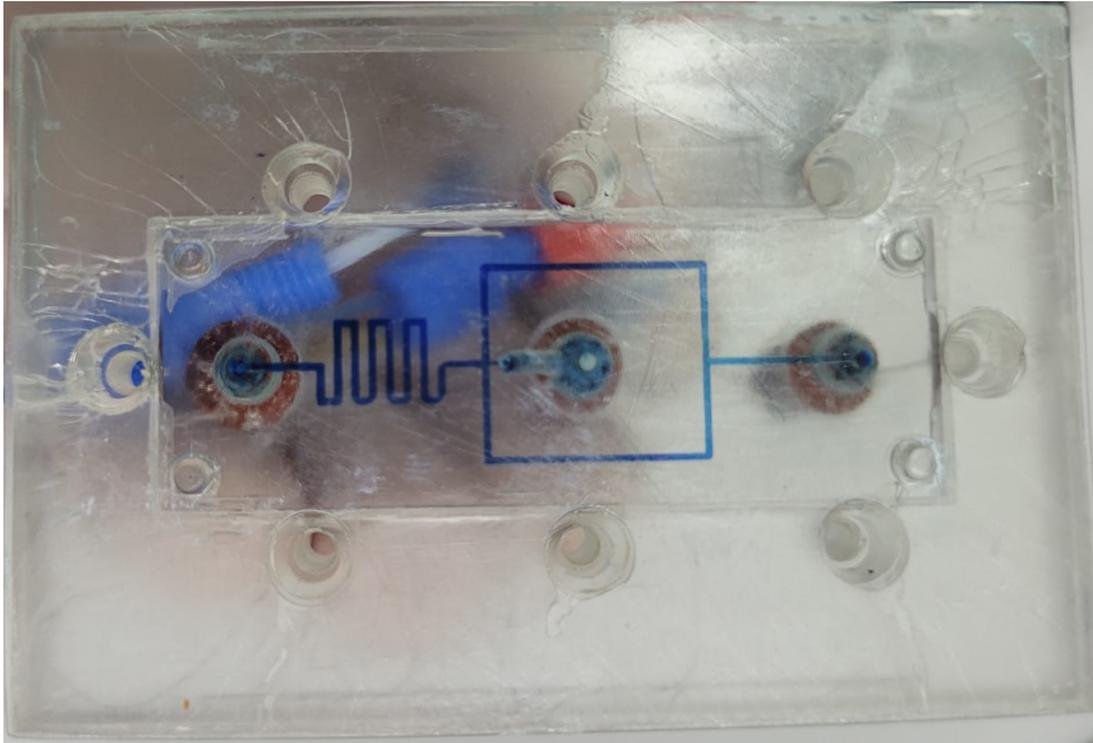
evitar que a resina voltasse a preencher o canal. Para a fotopolimerização localizada, utilizou-se uma lanterna UV de baixa intensidade;

5. Após a completa drenagem dos canais por meio das seringas e da fotopolimerização localizada, o gerador de gotas foi saturado com água deionizada tingida com corante azul de metileno em uma concentração de 25 g/L de água deionizada, esse procedimento gerou um contraste visível, permitindo identificar se os canais estavam entupidos ou se haviam possíveis vazamentos;
6. Posteriormente, com o auxílio das seringas, a água deionizada tingida com azul de metileno foi forçada a percorrer os canais enquanto o dispositivo era exposto à luz UV por alguns segundos. Esse procedimento visou garantir que a fotopolimerização ocorresse sem resina no interior dos canais, evitando sua obstrução;
7. Finalmente, com o gerador de gotas ainda saturado, realizou-se o processo final de cura, expondo o dispositivo à luz UV com comprimento de onda de 405 nm por 5 minutos em uma cuba de pós-impressão AnyCubic Wash and Cure 3 Plus, consolidando a união entre as duas camadas e selando completamente o chip. Esse processo resultou no produto final do gerador de gotas, pronto para os testes e validações subsequentes.

A Figura 12 exibe o gerador de gotas saturado com mistura de água e corante após a selagem.

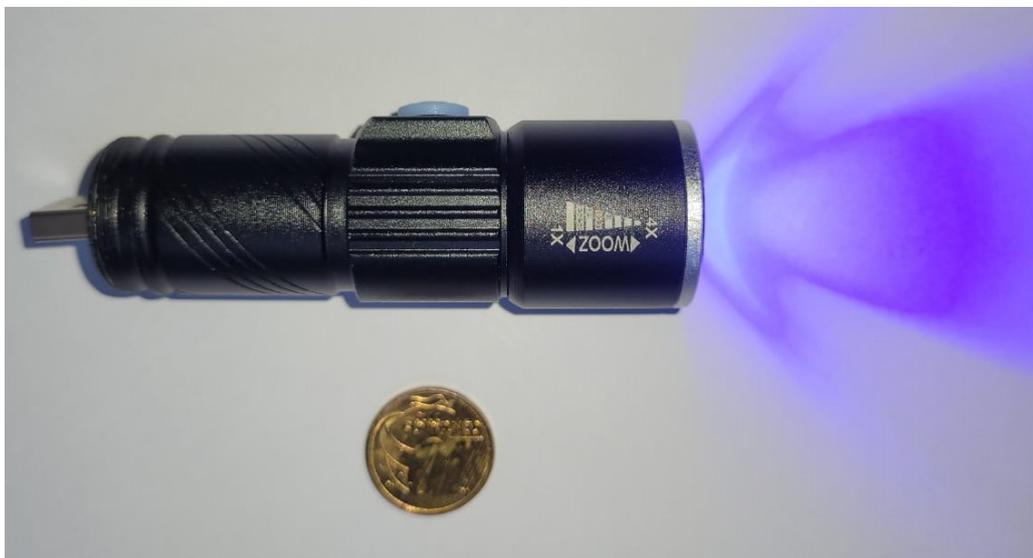
A Figura 13 apresenta a lanterna UV de baixa intensidade, utilizada para fotopolimerizar localmente os canais após a drenagem do resíduo de resina.

Figura 12 – Micromodelo saturado com azul de metileno após a selagem.



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 13 – Lanterna UV de baixa intensidade.



Fonte: elaborado pelo autor.

3.2 FLUIDOS E ADITIVOS QUÍMICOS

3.2.1 Propriedades dos fluidos

A preparação dos experimentos envolveu o uso de uma solução de surfactante como fase contínua, visando limitar a coalescência entre as gotas. Para compor essa

solução, dissolveu-se 1% (m/m) do surfactante não iônico Triton X-100 da Sigma-Aldrich. A amostra foi colhida por meio de uma micropipeta eletrônica monocanal CappMaestro M10-1 e dissolvida em quantidade 100 vezes maior de água deionizada.

A água deionizada foi obtida a partir de um deionizador Milli-Q Direct-Q3, apresentando resistividade de $18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ à 25°C . Como fase dispersa, optou-se pelo uso de óleo dodecano, cuja densidade é de 750 kg/m^3 . Essa escolha proporcionou as condições ideais para a realização dos experimentos.

3.2.2 Emulsão

Neste estudo, priorizou-se a obtenção de uma emulsão monodispersa, caracterizada pelo tamanho uniforme das gotas de óleo em água. O motivo de se priorizar uma emulsão monodispersa é a possibilidade de demonstrar controle sobre a produção, ou seja, obter emulsões de tamanho de gotas controlado, podendo viabilizar estudos sobre tamanhos específicos de gotas em tipos de poros, além de propiciar a possibilidade da fabricação de uma emulsão polidispersa sob medida e concentração de determinado tamanho de gotícula. Essa emulsão monodispersa foi gerada através de um gerador de gotículas microfluídicas, resultando em gotas com um diâmetro em torno de $300 \mu\text{m}$.

3.3 CHIP MICROFLUÍDICO E CONFIGURAÇÃO

3.3.1 Geradores de gotas

Foram fabricados dois geradores de gotas, que foram utilizados nos ensaios. Durante os testes, alternaram-se os tipos de conexão entre os dois modelos para verificar qual oferecia o melhor desempenho. No entanto, em ambos os casos, nenhum tipo de conexão apresentou problemas, o que indica que a escolha do tipo de conexão pode ser feita pelo usuário, de acordo com as necessidades específicas.

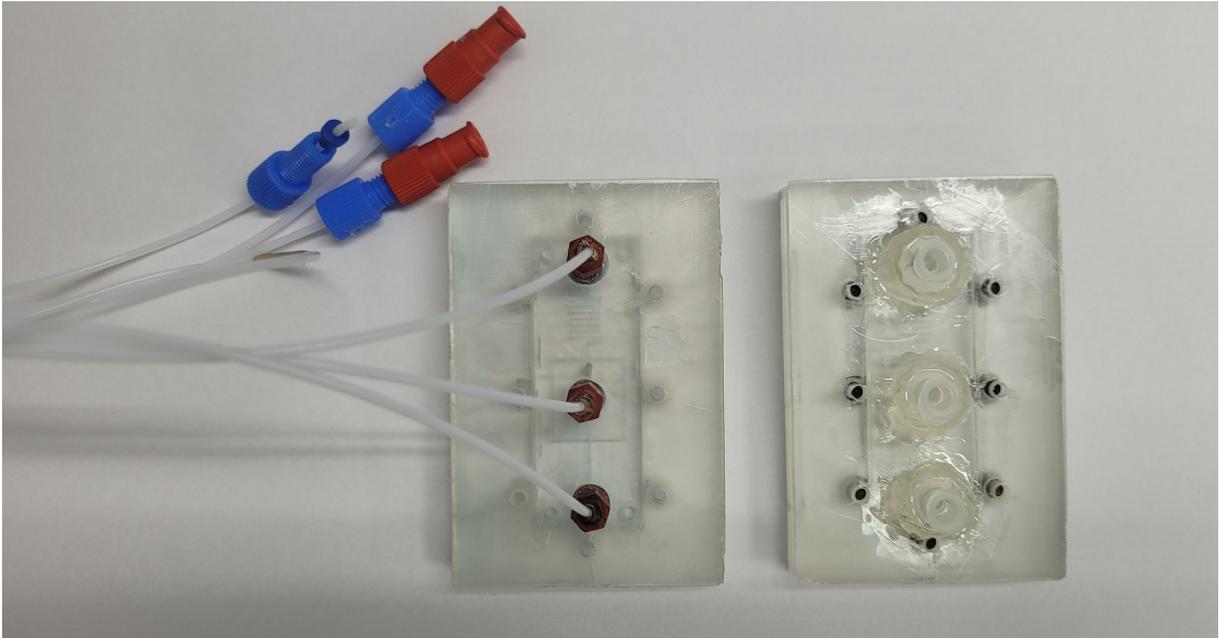
Para o Modelo 1, foram utilizados conectores PEEK (Polietereetercetona), com rosca M5, os quais, juntamente com ponteiros de FFKM (Perfluorelastômero), garantiram o selamento adequado e evitaram possíveis vazamentos. Para o Modelo 2, foram empregados conectores Luer Lock em PP, que são mais comerciais e amplamente disponíveis.

Em ambos os modelos, utilizou-se um adesivo epóxi transparente como sistema redundante, com o objetivo de reforçar o selamento e evitar vazamentos provenientes das conexões que poderiam comprometer a integridade dos ensaios. A Figura 14 apresenta o modelo 1 a esquerda e o modelo 2 a direita da imagem.

3.3.2 Configuração

Durante a geração de gotas, o chip foi posicionado no microscópio e conectado ao dispositivo de fluxo por meio de ponteiros conectores de PEEK. A tubulação utilizada, composta por nylon, apresenta um diâmetro interno de $800 \mu\text{m}$. Também foram adicionados

Figura 14 – Geradores de gotas: modelos e conexões empregadas.



Fonte: elaborado pelo autor.

filtros de PTFE de $0,22 \mu\text{m}$ com fibras de vidro (Whatman, GE Healthcare), responsáveis por assegurar que o fluido estivesse livre de impurezas.

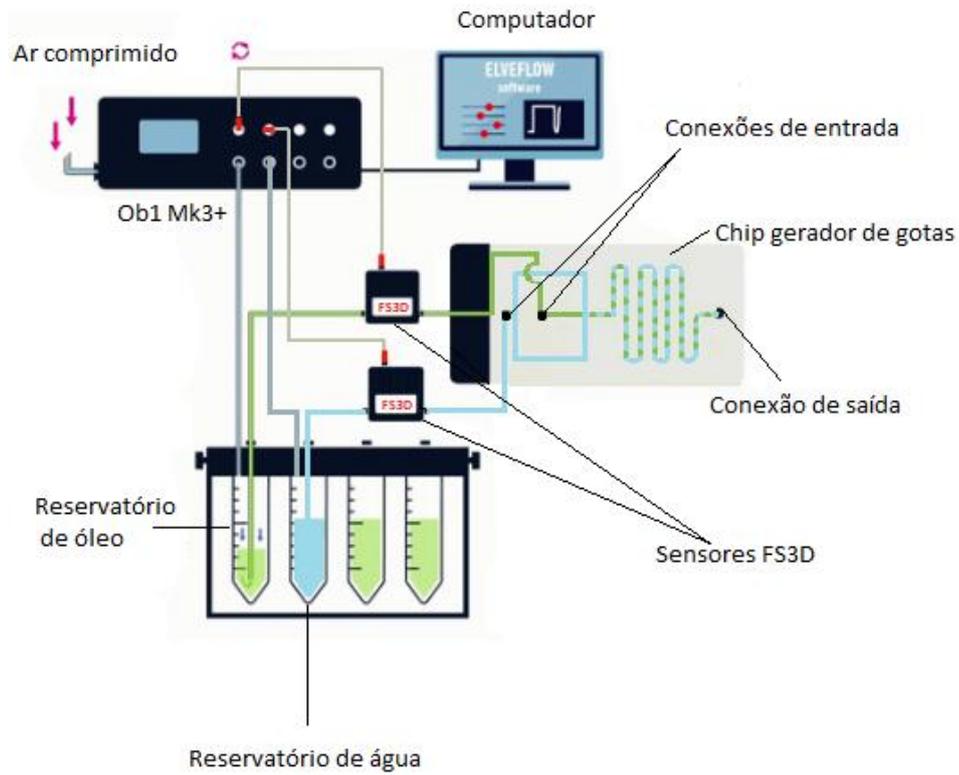
A movimentação dos fluidos foi controlada por um controlador de ar OB1 Mk3+ que apresenta estabilidade de pressão em $0,005\%$ equivalente $100 \mu\text{bar}$ ou $0,0014 \text{ psi}$ da Elveflow, que, por meio de alimentação pneumática, possibilita atingir pressões de até 2 bar. O processo foi monitorado por dois sensores Elveflow FS3D, responsáveis por regular a vazão com base na pressão apresentando uma acurácia de $\pm 0,12 \mu\text{l}/\text{min}$. Vale destacar que, no caso do OB1 Mk3+ o *setup* pode ser feito tanto por ajustes de pressão quanto de vazão. Os ajustes dos parâmetros foram feitos por meio do software ESI (Elveflow Smart Interface), que permitiu pressurizar dois reservatórios: um contendo dodecano e o outro com água deionizada, tensoativo e corante azul de metileno, facilitando a diferenciação entre o óleo e a água durante a visualização microscópica. Essa configuração permitiu a produção controlada de gotas de óleo em água. A configuração dos equipamentos pode ser observada na Figura 15.

Na parte de saída do gerador, foi conectada uma tubulação para direcionar o fluido do canal para um béquer de 100 ml, onde a amostra era descartada após o uso.

A Figura 16 apresenta a bancada utilizada para os ensaios e caracterização dos chips produzidos.

Para a captura de imagens, o micromodelo foi fotografado utilizando uma câmera colorida de alta velocidade de 3 MP, equipada com um sensor Sony ICX 674, EXview HAD CCD II TM, capaz de gerar imagens com resolução de 1936×1460 Axiocam 503 Color, Zeiss. O microscópio utilizado para a visualização e monitoramento dos ensaios foi um

Figura 15 – Configuração para injeção dos fluidos.



Fonte: Adaptado de Elveflow (2023).

Figura 16 – Bancada experimental.



Fonte: elaborado pelo autor.

Axio Observer, capaz de realizar ampliações de até 1600 vezes. Porém para os ensaios realizados nesta amplitude de tamanho de canal, utilizou-se uma ampliação de 12,5 vezes.

3.3.3 Geração de gotas

Anteriormente à injeção, todos os tubos passaram por uma lavagem com fase contínua antes da conexão ao gerador, dessa maneira, é possível evitar bolhas de ar no sistema. O gerador foi saturado com água deionizada e filtrada por um filtro Whatman (2023) de PTFE de $0,22 \mu\text{m}$ à $80 \mu\text{l}/\text{min}$. Em seguida foi feita a injeção de óleo dodecano submetendo a ocorrência de geração de gotas. Devido à eficiência notável dos geradores de gotas de óleo, como em alguns casos nos geradores da Micronit (2023) é possível obter até 3600 gotas por segundo para uma emulsão monodispersa de $50 \mu\text{m}$, as emulsões produzidas exibiram uma concentração considerável de fase dispersa.

A Tabela 3 resume as vazões empregadas nos ensaios feitos. Importante ressaltar que o enfoque primordial deste estudo não repousou na produção de emulsões com tamanhos distintos de gotas, mas sim na manutenção do diâmetro de maneira mais constante possível.

Tabela 3 – Taxas de fluxo utilizadas para produção de gotas

Geradores	Taxa fase dispersa [$\mu\text{l}/\text{min}$]	Taxa fase contínua [$\mu\text{l}/\text{min}$]
Fluxo Focado	1,25	30
	2,50	30
	5,00	30
	5,00	60
	5,00	80

Fonte: elaborado pelo autor.

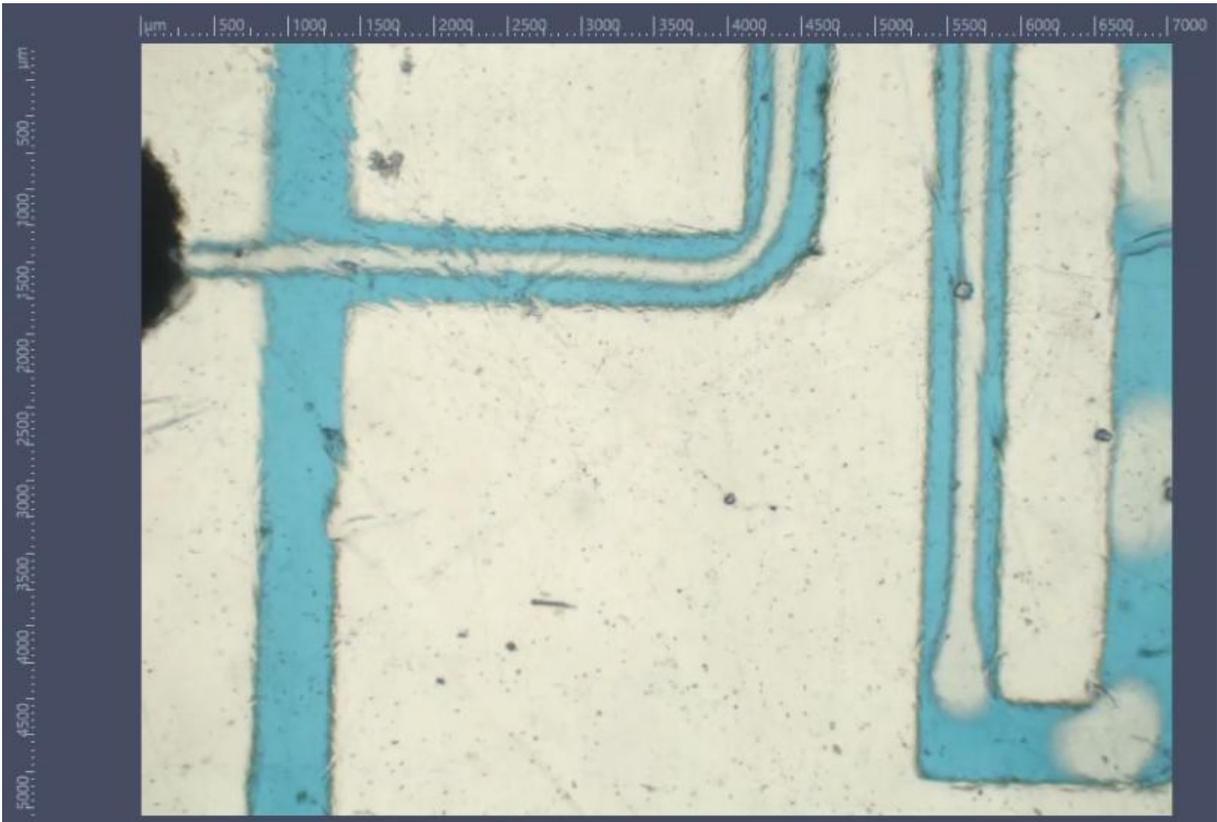
Os valores de velocidade de escoamento foram escolhidos de forma arbitrária, porém, levou-se em consideração a capacidade dos equipamentos utilizados nos ensaios. O sensor de vazão possui uma capacidade máxima de leitura de $80 \mu\text{l}/\text{min}$, o que determinou o valor máximo de vazão para a fase contínua. Além disso, outro ponto importante é o valor máximo de $5 \mu\text{l}/\text{min}$ para a fase dispersa, como será explicado abaixo.

Nos testes realizados antes da coleta dos dados, foi possível testar diferentes valores de vazão. Quando a vazão da fase dispersa ultrapassava $5 \mu\text{l}/\text{min}$, formava-se um filamento de óleo internamente no canal de saída do gerador. Esse filamento resultava em uma passagem direta de óleo, sem permitir que a água gerasse o corte necessário para a formação das gotas. Esse fenômeno pode ser observado na Figura 17.

3.3.4 Aquisição de Dados e Análise de Imagem

O gerador de gotas foi observado por meio de uma sequência contínua de imagens utilizando a platina do microscópio. A coleta de dados seguiu o seguinte procedimento: foram propostos dois micromodelos de geometria semelhante, e para cada um deles foram realizados 3 ensaios em 5 diferentes vazões e 5 diferentes tempos de coleta, resultando em 75 amostras por gerador, após a estabilização da produção de gotas.

Figura 17 – Formação de calda da fase dispersa.



Fonte: elaborado pelo autor.

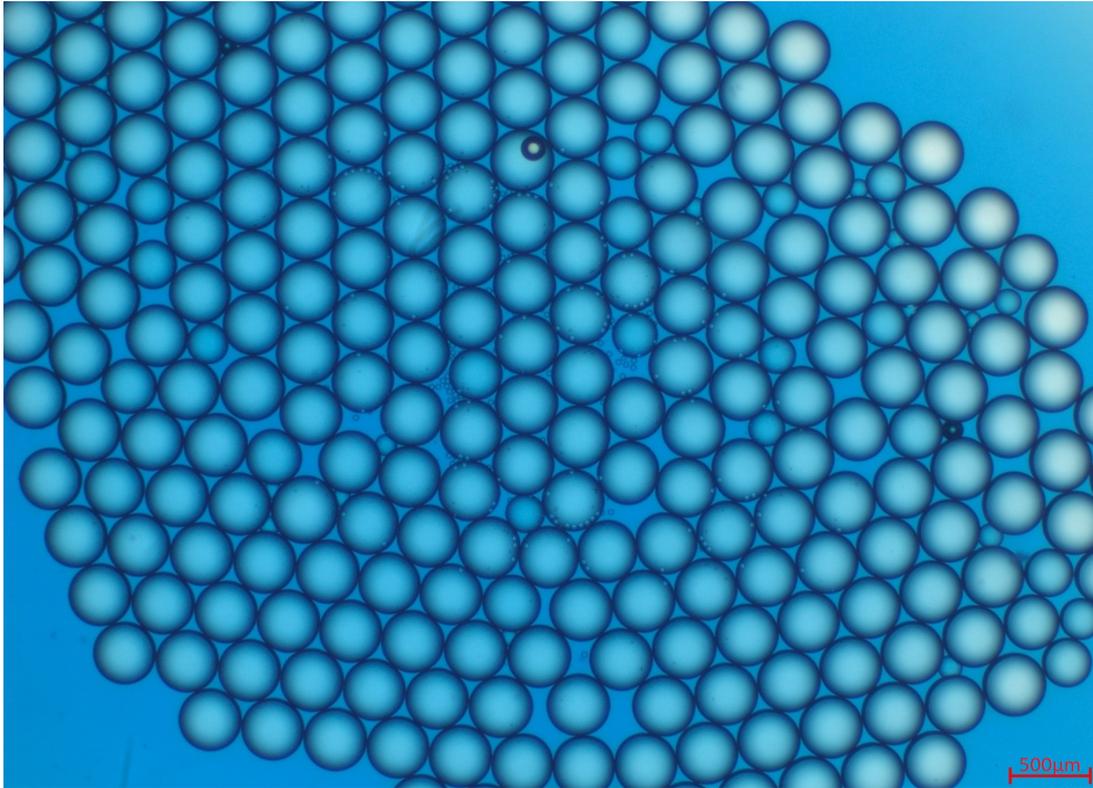
A coleta das gotas foi feita por meio de uma lâmina posicionada na saída da tubulação do gerador, onde se coletava um volume aproximado de 50 μL da mistura. Após a coleta, a lâmina era levada até o microscópio, e as imagens eram registradas. Esse procedimento era realizado 20 minutos após a estabilização do sistema, o que fornecia tempo suficiente para as gotas formadas chegarem ao fim da tubulação de saída. Com relação ao tempos de coleta, as gotículas foram observadas após:

- Primeira amostra: 20 minutos após a estabilização;
- Segunda amostra: 30 minutos após a estabilização;
- Terceira amostra: 40 minutos após a estabilização;
- Quarta amostra: 50 minutos após a estabilização;
- Última amostra: 60 minutos após a estabilização.

Esse procedimento foi adotado para garantir que, ao longo do tempo, fosse possível verificar a formação consistente de gotículas de tamanho padrão.

Para identificar se o sistema atingiu a estabilização, foram realizadas duas avaliações. A primeira foi visual, levando em consideração a uniformidade na formação das gotas, o tamanho das gotas e a constância na produção. A segunda análise foi quantitativa, na qual as gotas foram contadas a cada minuto de produção. Caso o número de

Figura 18 – Formação das gotas.



Fonte: elaborado pelo autor.

gotas apresentasse variação superior ou inferior a 10%, os dados eram desconsiderados e aguardava-se um tempo maior até que o sistema atingisse o equilíbrio necessário.

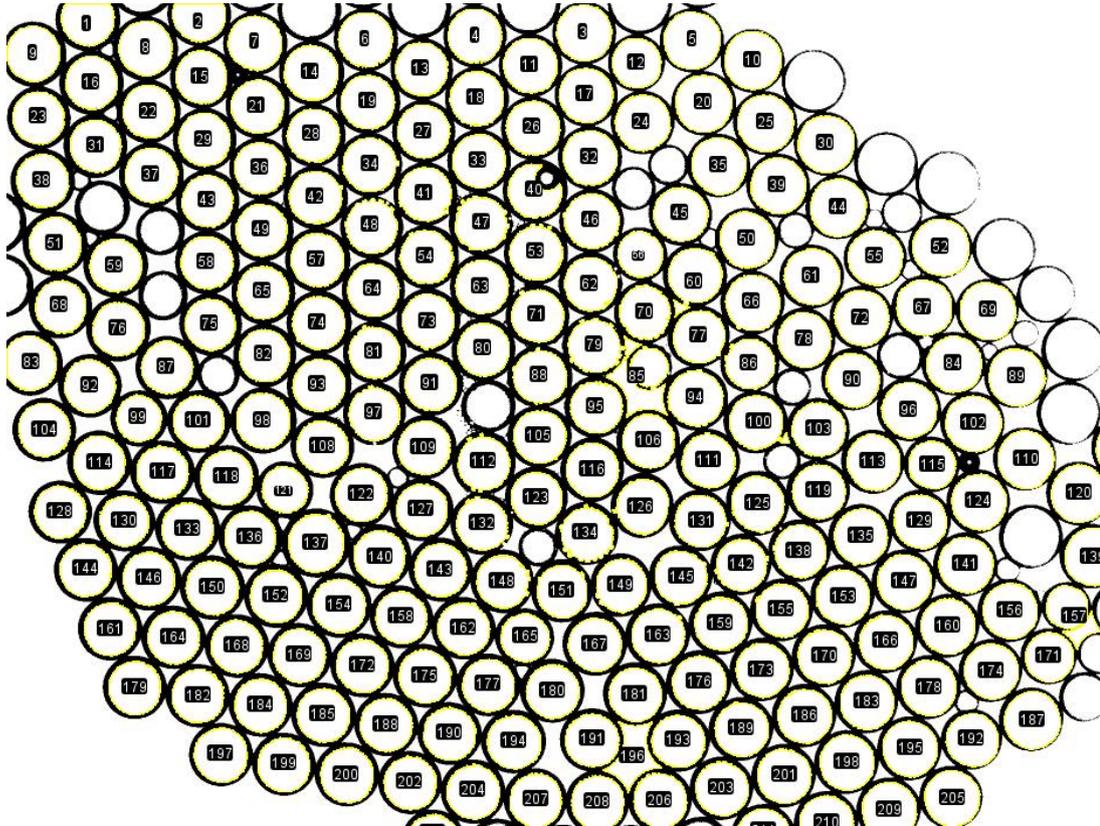
A Figura 18 apresenta as gotículas resultantes da injeção da fase dispersa e contínua para gerar gotas com um diâmetro médio de $315 \mu\text{m}$. Esta imagem foi ampliada em 12,5 vezes para melhor visualização das gotas.

Após a geração das gotas, coletadas ao final da tubulação de saída do gerador através de uma lâmina de vidro de borossilicato, foi necessário realizar a análise de imagem para confirmar o tamanho real das gotículas obtidas. Nesse contexto, empregou-se o software ImageJ, que é capaz de identificar de forma autônoma as circunferências delimitando a interface entre as gotas da fase dispersa e contínua. A Figura 19 ilustra o processo de identificação das gotas, na qual as circunferências em destaque na cor amarela representam a área correspondente a cada gotícula de óleo.

Durante a análise, após a captura da imagem pelo microscópio e sua obtenção pela Axiocam 503 Color, Zeiss, o arquivo foi carregado no formato .Tiff. Em seguida, a imagem foi convertida para 8 bits e foi aplicado um filtro Threshold para remover quaisquer impurezas que pudessem comprometer a identificação precisa das circunferências. Usando a análise de partículas o *software* ImageJ gerou uma tabela com os dados de área para cada gota identificada.

Após essa etapa, os dados foram processados e os diâmetros de cada gota foram

Figura 19 – Tratamento de imagem pelo software ImageJ



Fonte: elaborado pelo autor.

extraídos a partir do cálculo de área das circunferências. Esse cálculo foi conduzido utilizando o software Microsoft Excel, que permitiu a obtenção do valor do diâmetro para cada gota da fase dispersa, usando a seguinte equação:

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot A}{\pi}} \quad (1)$$

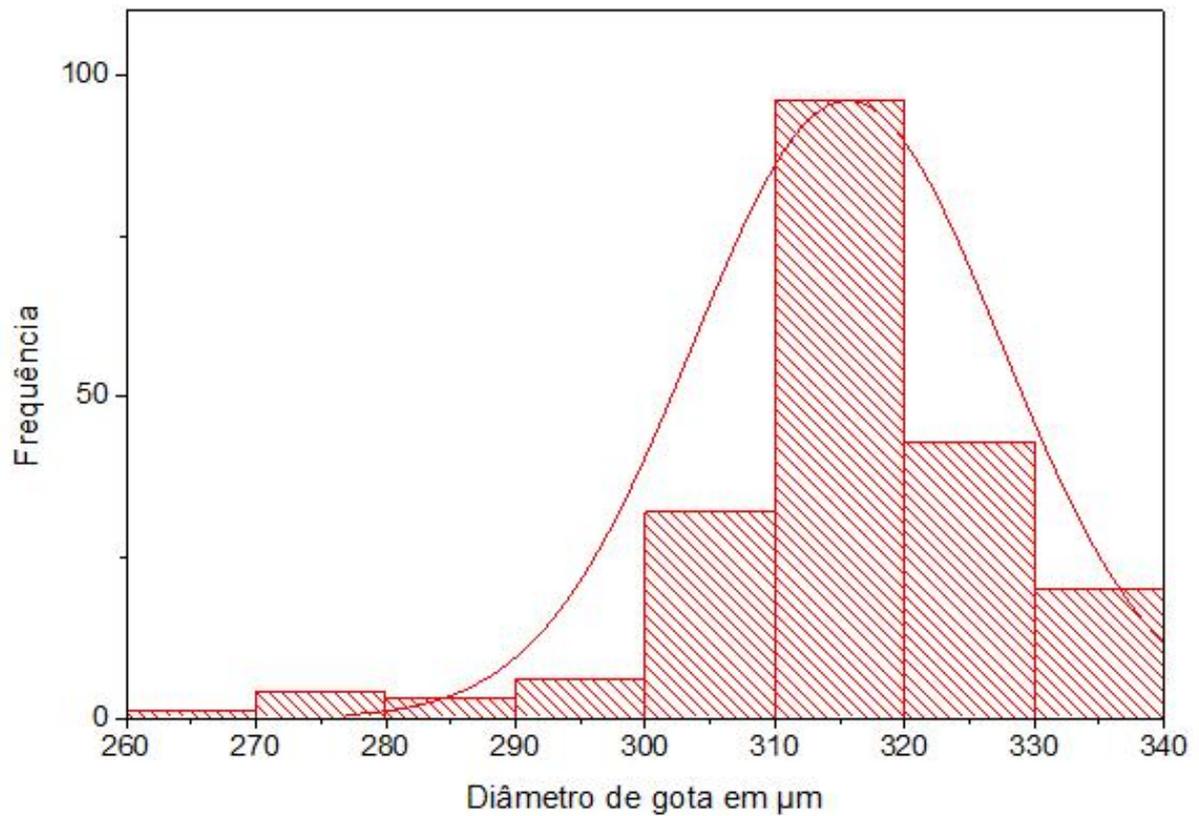
Em seguida, os dados foram importados para o software OriginLab, que facilitou a geração do gráfico de distribuição de tamanhos dos elementos, como representado na Figura 20. Esse figura ilustra os dados obtidos a partir da aplicação de uma determinada vazão para a produção de gotículas com diâmetro de 315 μm .

3.3.5 Limpeza dos Geradores de Gota.

Os geradores de gotas passaram por um processo de limpeza sônica de 10 minutos após cada ciclo, cada ciclo consistiu na aquisição de dados em cinco vazões diferentes, registradas em cinco intervalos de tempo.

A limpeza foi realizada utilizando 3 tipos diferentes de fluidos líquidos: uma solução aquosa de 2% de Extran MA 02, isopropanol e água deionizada. Posteriormente, foi utilizado ar comprimido a 1 bar para a secagem dos canais, após isso o gerador foi adicionado a bancada experimental apresentada na Figura 16 para iniciar um novo ensaio. A

Figura 20 – Distribuição do tamanho das gotas da Figura 19.

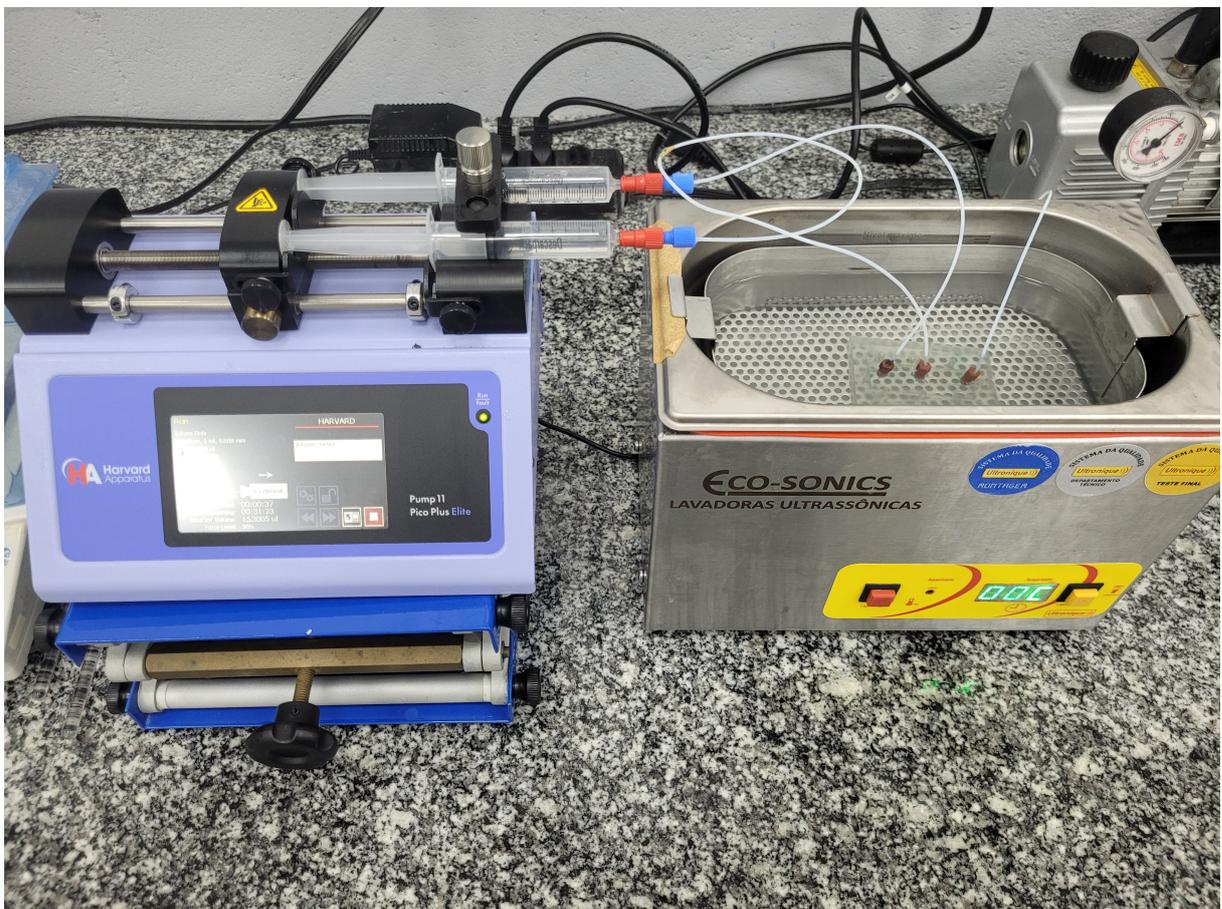


Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 21 apresenta a bancada de limpeza montada, onde uma bomba de seringa Harvard Apparatus Pump 11 Elite Pico Plus, que foi responsável pela injeção de fluidos, os quais estavam dispostos em seringas de 10 ml.

Esse procedimento foi essencial para a revitalização dos canais, garantindo assim condições para realização dos novos experimentos.

Figura 21 – Procedimento de limpeza.



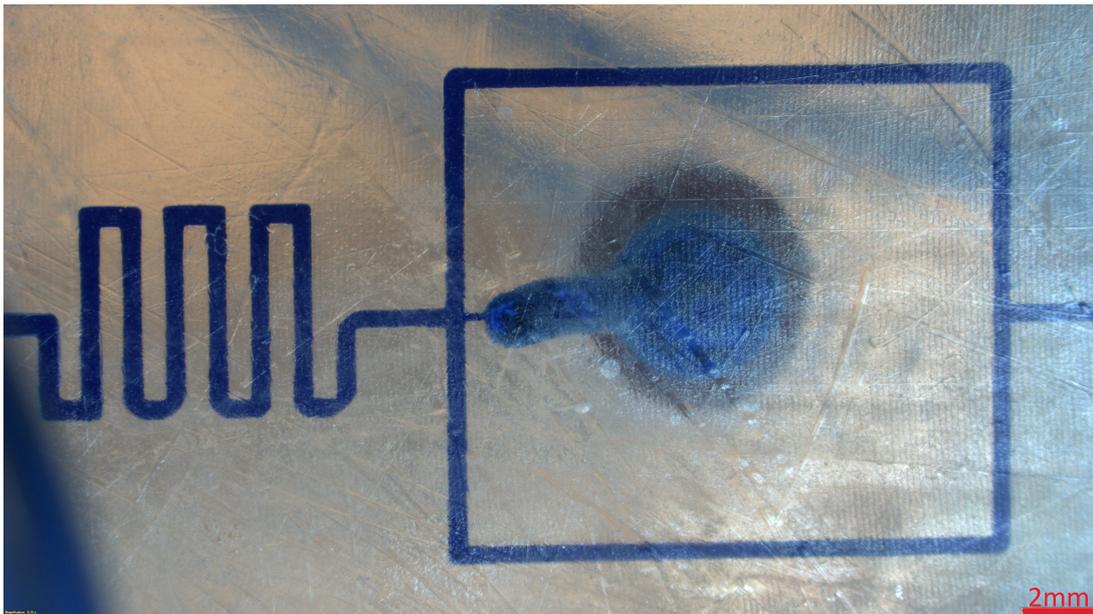
Fonte: elaborado pelo autor.

4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DE DADOS

4.0.1 Dados dos geradores

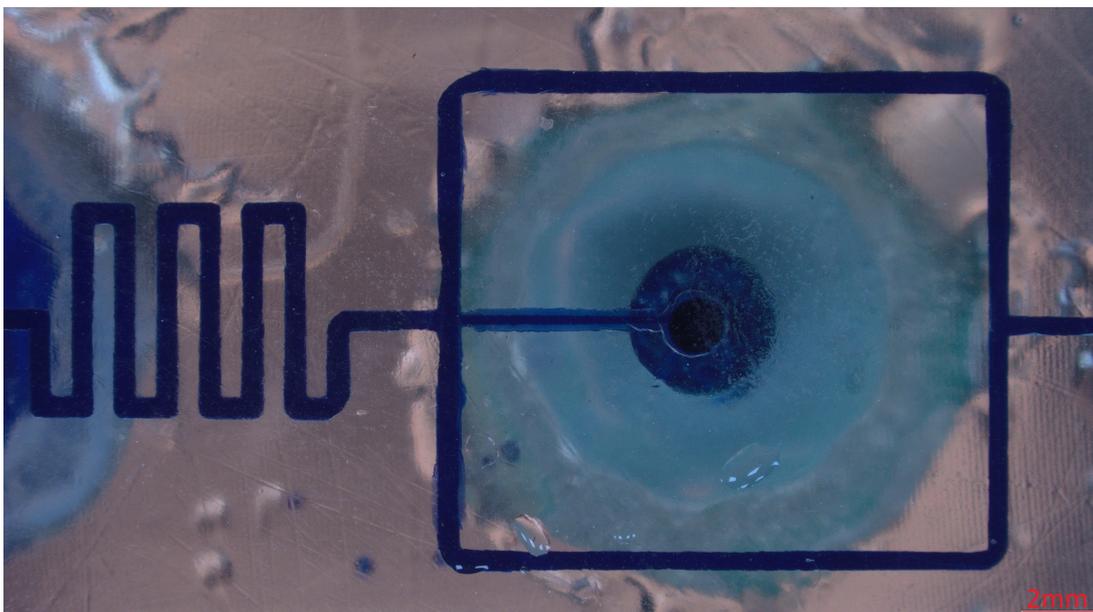
A seguir, apresenta-se a geometria dos canais dos geradores de gotas após a impressão. As Figuras 22 e 23 ilustram os modelos G1 e G2, respectivamente.

Figura 22 – G1 pós-impressão.



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 23 – G2 pós-impressão.



Fonte: elaborado pelo autor.

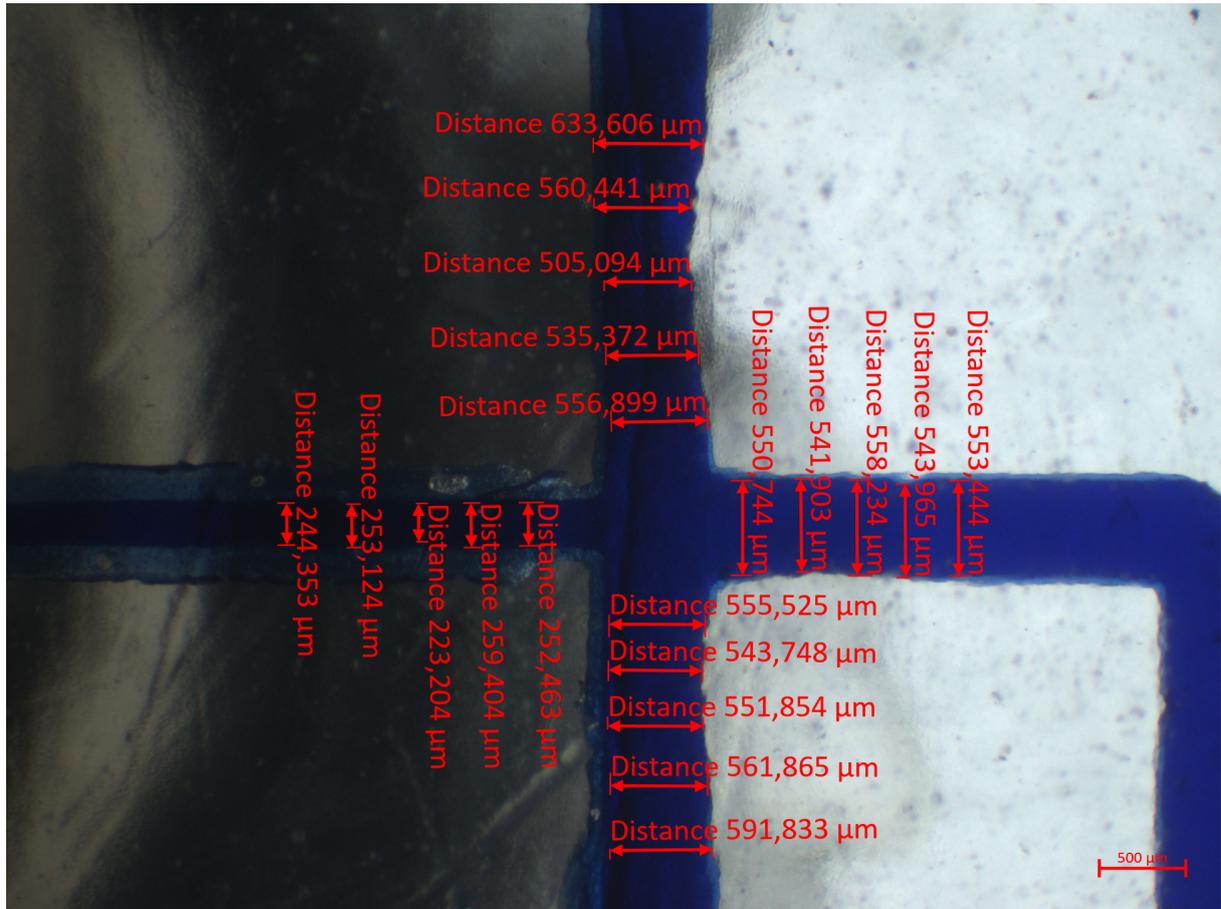
As diferenças visuais entre os geradores estão apenas nos tipos de conexão utilizados, os quais durante os ensaios não apresentaram diferenças em relação a possíveis vazamentos que poderiam comprometer os testes. Após a captura da imagem, foram realizadas as medições dos canais de interesse, considerando apenas as regiões onde ocorre o encontro da fase dispersa e da fase contínua, bem como o canal de saída, que corresponde ao canal de emulsão. Ao comparar as dimensões apresentadas nas Figuras 24 e 25, e com aquela Figura 10, observam-se diferenças em relação ao desenho proposto para impressão. Isso indica que os canais impressos apresentam desvios relativos. Verifica-se que não foi possível alcançar as mesmas dimensões, o que pode ser atribuído aos parâmetros utilizados na impressão ou ao tipo de resina empregada. Em relação aos parâmetros de impressão, destaca-se a espessura das camadas (*Layer Thickness*). Para os modelos analisados, utilizou-se uma espessura de 20 μm . No entanto, a impressora permite uma espessura mínima de 10 μm , o que poderia resultar em um acabamento superficial mais refinado e, potencialmente, em maior precisão na impressão. Outro aspecto relevante é a escolha da resina. Embora atualmente não disponhamos de resinas transparentes com resolução superior, já existem no mercado resinas opacas com resolução de 12k, que proporcionam uma precisão de impressão significativamente maior.

Figura 24 – Medições dos canais do gerador G1.



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 25 – Medições dos canais do gerador G2.



Fonte: elaborado pelo autor.

A Tabela 4 apresenta os valores teóricos, é possível observar que ambos os modelos foram submetidos às mesmas dimensões para a impressão.

Tabela 4 – Dimensões teóricas dos geradores.

Mod.	Ch. Disperso[μm]	Ch. Contínuo 1 [μm]	Ch. Contínuo 2[μm]	Ch. Emulsão[μm]
G1	200	500	500	500
G2	200	500	500	500

Fonte: elaborado pelo autor.

A Tabela 5 apresenta as dimensões dos canais, e o erro associado ao processo de impressão. As temperaturas no momento da impressão dos geradores eram de 23,6 °C para o G1 e 22,5 °C para o G2.

As dimensões dos canais pós-impressão apresentam variações significativas em comparação com os valores teóricos do desenho original dos micromodelos. Embora os valores do modelo G1 fiquem próximos aos valores teóricos, é importante destacar que qualquer variação nas dimensões impacta diretamente o tamanho das gotículas geradas. A proposta de utilizar um gerador de gotículas é justamente garantir maior precisão e menor variação no tamanho das mesmas. No entanto, como o objetivo deste trabalho é

Tabela 5 – Dimensões dos geradores pós-impressão.

Mod.	Ch. Disperso [μm]	Ch. Contínuo 1 [μm]	Ch. Contínuo 2 [μm]	Ch. Emulsão [μm]
G1	211,64 \pm 4,17	509,06 \pm 5,88	509,32 \pm 11,5	484,65 \pm 21,94
G2	246,5 \pm 14,08	558,28 \pm 47,52	560,96 \pm 18,45	549,65 \pm 6,73

Fonte: elaborado pelo autor.

oferecer uma alternativa rápida e relativamente barata para ser executada em laboratório, os resultados para o modelo G1 são satisfatórios, pois apresentam um erro relativo baixo em comparação com os valores teóricos. Já para o modelo G2, as dimensões ficaram maiores do que as do modelo proposto na Figura 10. Não há uma explicação clara para essa baixa precisão no G2, já que ambos os modelos foram impressos com os mesmos parâmetros apresentados na Tabela 2, com uma diferença de apenas 1,1 °C na temperatura, porém como hipótese considerou-se o erro disposto pela impressora utilizada no processo. Abaixo, a Tabela 6 apresenta os erros relativos em relação ao modelo teórico.

Tabela 6 – Erro relativo ao modelo teórico dos canais do G1 e G2 pós-impressão.

Modelo	Canal Disperso	Canal Contínuo 1	Canal Contínuo 2	Canal Emulsão
G1	5,82 %	1,812 %	1,864 %	3,07 %
G2	23,25 %	11,65 %	12,192 %	9,93 %

Fonte: elaborado pelo autor.

4.0.2 Taxa de Produção

A seguir, apresenta-se a análise da taxa de produção, ou seja, a quantidade de gotas produzidas para uma dada vazão em um determinado intervalo de tempo. Foram realizadas três contagens distintas em tempos diferentes, após a estabilização do sistema: 20 minutos para a primeira aferição, 30 minutos para a segunda e 40 minutos para a última. As vazões serão expressas no seguinte formato: OQ_oAQ_a , em que Q_o representa a vazão da fase dispersa em $\mu\text{l}/\text{min}$ (sendo "O", o fluido, neste caso, o óleo dodecano) e Q_a representa a vazão da fase contínua em $\mu\text{l}/\text{min}$ (sendo "A", o fluido da fase contínua, neste caso, a água). Após isso se fez a média dos valores para obter a taxa de produção média no tempo de 1 minuto. Para as menores vazões, isto é, $O1,25A30$, $O2,5A30$ e $O5A30$, foi possível realizar a contagem visualmente, acompanhando a produção diretamente a partir da câmera do microscópio, contudo, para vazões superiores a $O5A30$, foi necessário capturar um vídeo e reduzir a velocidade de reprodução para permitir a contagem visual. Para as vazões de $O5A60$, a velocidade foi reduzida para 0,5 vezes a velocidade normal, e para vazões de $O5A80$, a reprodução foi ajustada para 0,25 da velocidade original, ou seja, quatro vezes mais lenta.

A Tabela 7 apresenta os dados obtidos para cada vazão nos três ensaios, expressos em número de gotas por minuto [1/min] para o modelo G1, enquanto a Tabela

8 mostra os resultados para o modelo G2, onde as incertezas foram obtidas da seguinte forma: fez-se a média dos valores obtidos, e para a incerteza tomou-se o desvio padrão das 3 contagens realizadas nos 3 diferentes tempos. Para o G1 os ensaios ocorreram nas seguintes condições: E1 22,4 °C, para o E2 ocorreu a 22,5°C e por fim o E3 a 23,1 °C. No G2, condições semelhantes ocorreram, sendo o E1 22,5°C, E2 23°C e o E3 a 22,6°C.

Tabela 7 – Taxa de produção de gotas para o modelo G1.

Vazões (OQ _o AQ _a) [μ l/min]	Ensaio 1 [1/min]	Ensaio 2 [1/min]	Ensaio 3 [1/min]
O1,25A30	64,67 \pm 1,52	62 \pm 3,46	61,33 \pm 2,08
O2,5A30	114,33 \pm 1,15	110 \pm 2	113,33 \pm 1,52
O5A30	175,67 \pm 2,08	174 \pm 2,64	174 \pm 2,64
O5A60	280 \pm 1	286,67 \pm 1,52	285,33 \pm 2,64
O5A80	389,66 \pm 1,52	394,33 \pm 1,15	391,67 \pm 1,52

Fonte: elaborado pelo autor.

Tabela 8 – Taxa de produção de gotas para o modelo G2.

Vazões (OQ _o AQ _a) [μ l/min]	Ensaio 1 [1/min]	Ensaio 2 [1/min]	Ensaio 3 [1/min]
O1,25A30	44 \pm 1	42,67 \pm 0,57	41,67 \pm 1,52
O2,5A30	76,67 \pm 1,52	76,33 \pm 1,15	75,67 \pm 1,15
O5A30	151,67 \pm 1,52	156,33 \pm 3,21	155 \pm 3
O5A60	210 \pm 2	216 \pm 3,60	212,33 \pm 2,30
O5A80	284,67 \pm 2,3	286 \pm 3,60	291 \pm 2

Fonte: elaborado pelo autor.

Conforme a Tabela 7, o gerador G1 apresentou um aumento progressivo na taxa de produção de gotas com o incremento das vazões, tanto da fase contínua quanto da fase dispersa. Para a menor vazão testada O1,25A30, a taxa média de produção foi de aproximadamente 62,67 gotas/min, enquanto na maior vazão O5A80, o gerador atingiu uma média de 391,89 gotas/min.

O desvio-padrão observado nos três ensaios manteve-se relativamente baixo em todas as condições, indicando consistência no desempenho do dispositivo. Para as configurações com maior vazão, os desvios padrão foram ainda mais reduzidos, evidenciando maior estabilidade do sistema nessas condições. O comportamento linear da produção de gotas em relação ao aumento da vazão demonstra a eficiência do G1 na geração de emulsões com alta frequência.

Na Tabela 8, os dados referentes ao gerador G2 indicam um desempenho inferior em relação ao G1, com taxas de produção menores para todas as condições testadas. Para a menor vazão O1,25A30, a taxa média de produção foi de 42,11 gotas/min, e para a maior vazão O5A80, o valor médio foi de 287,89 gotas/min.

Embora o G2 tenha apresentado um comportamento semelhante ao G1, com aumento na taxa de produção proporcional às vazões, o desvio-padrão foi ligeiramente maior

em algumas condições, especialmente nas vazões mais altas. Isso sugere que o G2 pode ser mais sensível a flutuações nos parâmetros operacionais de altas taxas de fluxo, o que pode comprometer a uniformidade na produção de gotas em condições de maior velocidade.

A comparação entre os dois geradores revela que o G1 apresentou desempenho superior em termos de taxa de produção, mantendo maior estabilidade e consistência em todas as condições de vazão. Para as mesmas configurações de vazão, o G1 foi capaz de gerar um número significativamente maior de gotas por minuto em relação ao G2, o que pode ser atribuído à sua geometria que possui canais menores, o que pode promover uma maior eficiência na fragmentação da fase dispersa.

Por outro lado, o G2, embora menos eficiente em termos de frequência de geração, demonstrou ser uma alternativa viável para condições que demandam menores taxas de produção. Sua resposta linear às variações de vazão também reforça a confiabilidade do dispositivo para aplicações específicas.

Os resultados apresentados nas Tabelas 7 e 8 evidenciam o impacto da geometria nas condições de operação dos geradores de gotas. O gerador G1 mostrou-se mais adequado para aplicações que demandam alta frequência de produção de gotas, enquanto o G2 pode atender a cenários com menores exigências de taxa de produção, mas com potencial para melhorias em sua estabilidade operacional. Esses dados fornecem uma base para a escolha do dispositivo ideal conforme as necessidades específicas de cada aplicação.

As diferenças nas taxas de produção entre os modelos G1 e G2 podem ser atribuídas às variações geométricas dos modelos. Contudo, ainda é possível obter resultados muito próximos da geometria teórica apresentado na Figura 10, o que resulta em valores de taxas de produção semelhantes. Entretanto, apesar de haver um acréscimo na incerteza para valores de injeções altas, o desvio-padrão reflete a qualidade do equipamento para realizar a injeção, e a precisão em manter a velocidade de fluxo implicou diretamente na taxa de produção.

4.0.3 Tamanho de gota obtido

Nesta seção, será analisado o tamanho das gotas em função das vazões aplicadas nos modelos G1 e G2. O objetivo desta investigação foi compreender como a variação das vazões influencia o diâmetro das gotas, começando com uma vazão menor para a fase dispersa, visando à obtenção de gotas de menor tamanho, e avançando até vazões maiores para a fase contínua, visto que, para a geração de gotas, maiores vazões resultaram em uma maior produção. Esse mesmo procedimento teve como intuito avaliar a real implicação das vazões na taxa de produção. As Tabelas 9 e 10 apresentam os valores de diâmetro obtidos nos ensaios realizados para os modelos G1 e G2 de gerador de gotas, respectivamente.

Tabela 9 – Diâmetro de gota em [μm] relacionado com a vazão para o G1.

G1	O1,25A30	O2,5A30	O5A30	O5A60	O5A80
E1	349,62 \pm 26,55	382,56 \pm 35,84	379,31 \pm 45,33	357,13 \pm 23,24	324,96 \pm 17,96
E2	355,10 \pm 28,48	361,16 \pm 24,36	392,56 \pm 27,68	355,26 \pm 22,97	335,45 \pm 17,11
E3	360,01 \pm 27,24	352,44 \pm 20,22	398,47 \pm 32,5	373,95 \pm 30,45	321,96 \pm 11,047

Fonte: elaborado pelo autor.

Tabela 10 – Diâmetro de gota em [μm] relacionado com a vazão para o G2.

G2	O1,25A30	O2,5A30	O5A30	O5A60	O5A80
E1	391,22 \pm 39,51	414,32 \pm 28,98	391,28 \pm 40,83	401,89 \pm 31,02	356,05 \pm 17,21
E2	387,90 \pm 35,02	391,86 \pm 24,77	413,17 \pm 30,62	389,10 \pm 26,02	364,49 \pm 16,84
E3	370,00 \pm 12,59	376,98 \pm 14,79	395,72 \pm 13,91	359,61 \pm 24,61	365,86 \pm 11,421

Fonte: elaborado pelo autor.

As tabelas apresentadas mostram a relação entre o diâmetro médio das gotas e as diferentes combinações de vazões de água (fase contínua) e óleo (fase dispersa) nos microdispositivos G1 e G2. Essa análise busca compreender como as variações de vazão impactam o tamanho das gotas em condições experimentais distintas (E1, E2, E3) no G1, os ensaios aconteceram a 22,4°C (E1), 22,5°C (E2) e 23,1°C (E3), enquanto no G2, as experimentações foram realizadas a 22,5°C (E1), 23°C (E2) e 22,6°C (E3).

De forma geral, observa-se que o aumento na vazão da fase contínua (água) tende a reduzir o diâmetro das gotas. Isso ocorre devido ao aumento da força de cisalhamento, que fragmenta o filamento líquido em tamanhos menores. Por outro lado, o aumento da vazão da fase dispersa (óleo) geralmente resulta em gotas maiores, pois o maior volume introduzido forma gotas maiores antes de serem fragmentadas pela ação da fase contínua.

Comparando os dispositivos, o G2 apresentou, em média, gotas maiores do que o G1 para a maioria das condições avaliadas. Esse comportamento pode ser explicado pelas diferenças geométricas, sugerindo que o G2 possui características que favorecem a formação de gotas maiores por ter canais maiores.

No caso do microdispositivo G1, os maiores diâmetros foram registrados para a condição O5A30 em dois dos experimentos (E2 e E3), atingindo valores de 392,56 \pm 27,68 μm e 398,47 \pm 32,50 μm , respectivamente. Contudo, conforme a vazão de água aumenta O5A60 e O5A80, os diâmetros das gotas diminuem significativamente, atingindo o menor valor em O5A80 (321,96 \pm 11,047 μm no E3). Esse padrão evidencia que a força de cisalhamento domina a dinâmica em vazões mais altas da fase contínua.

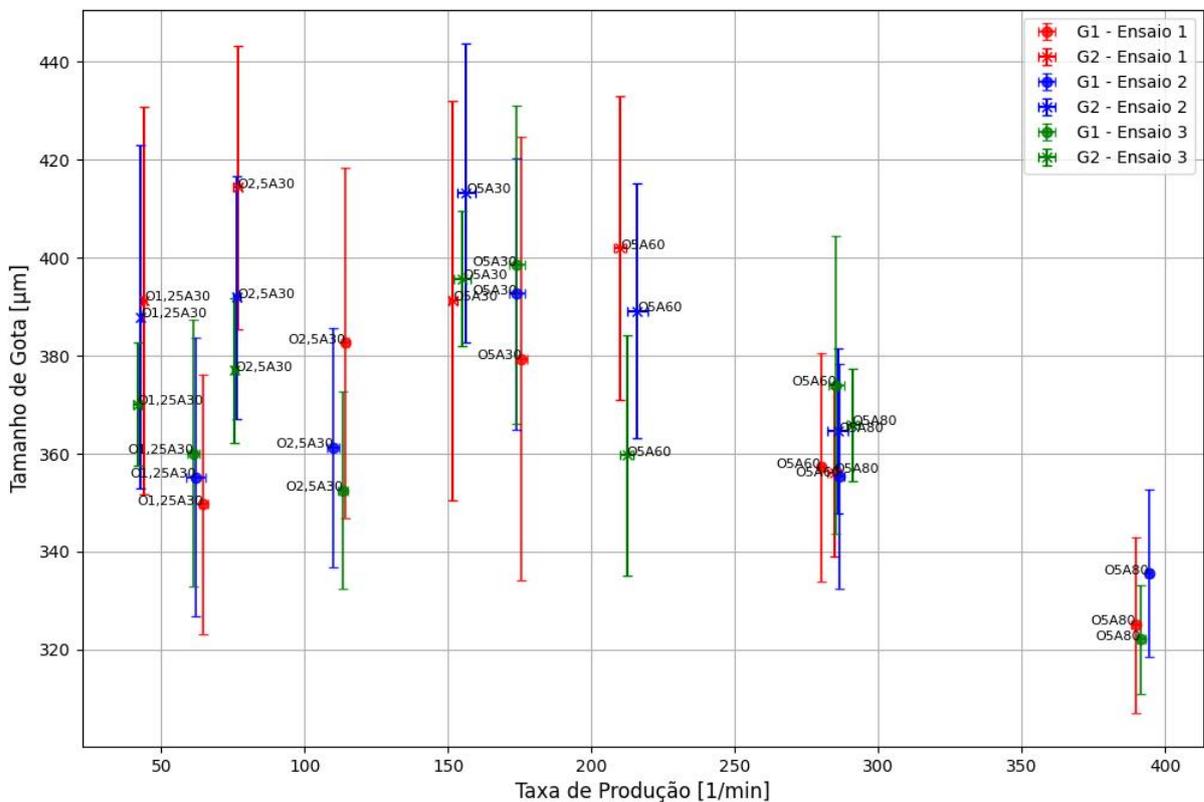
O gerador G2 apresentou resultados semelhantes, com diâmetros máximos em condições intermediárias de vazão da fase dispersa, como O2,5A30 (414,32 \pm 28,98 μm em E1) e O5A30 (413,17 \pm 30,62 μm em E2). Entretanto, também houve uma tendência de redução no diâmetro das gotas em vazões mais altas de água, como observado em O5A80, em que o menor diâmetro foi de 364,49 \pm 16,84 μm no E2.

A análise conjunta demonstra que a condição O5A30 se destacou, resultando nos maiores diâmetros de gota na maioria dos experimentos. Essa combinação de vazões sugere uma proporção favorável entre as fases contínua e dispersa para maximizar o tamanho das gotas. Além disso, o G2 mostrou-se mais eficiente para a geração de gotas maiores, sendo uma opção mais adequada para aplicações que demandam essa característica.

Por fim, os resultados evidenciam a importância de ajustar as vazões de água e óleo para atender a diferentes objetivos de controle de tamanho de gota em processos de emulsificação. Tanto o G1 quanto o G2 demonstraram flexibilidade no controle do tamanho das gotas, tornando-os ferramentas valiosas para aplicações na indústria de petróleo e outras áreas que envolvam o uso de emulsões.

Quanto aos intervalos de vazão selecionados, a formação de gotículas só foi possível a partir de O1,25A30. Não foi possível gerar gotículas com vazões de óleo inferiores a $1,25 \mu\text{l}/\text{min}$, pois a vazão de óleo enfrentava grande resistência e não conseguia atingir o canal de cruzamento de fluidos, onde a formação das gotículas ocorria. A Figura 26 apresenta a relação entre tamanho de gota e a taxa de produção para cada vazão ensaiada nos dois modelos propostos.

Figura 26 – Relação entre taxa de produção e tamanho de gota para G1 e G2.



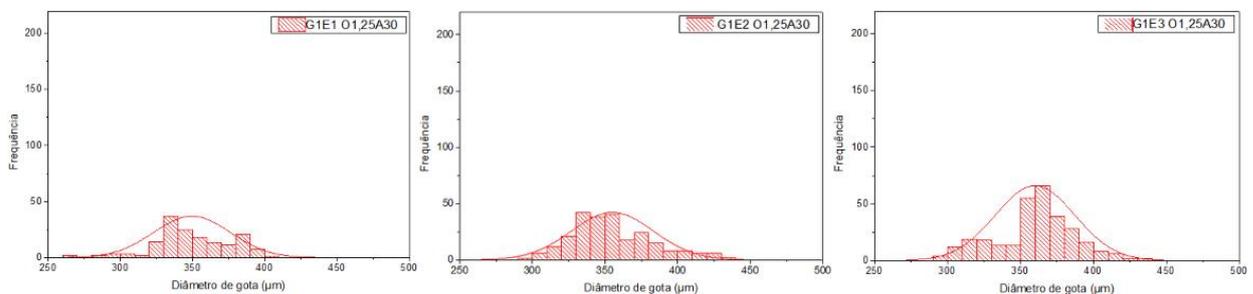
Fonte: elaborado pelo autor.

Uma observação relevante é que o tamanho das gotículas está diretamente rela-

cionado às dimensões dos canais de óleo e de emulsão. No modelo utilizado, foi proposta uma geometria fixa para os canais dos geradores. Inicialmente, esperava-se que o canal de óleo determinasse o tamanho das gotículas. No entanto, nos ensaios realizados, o diâmetro das gotículas variou entre o tamanho do canal de óleo e o tamanho do canal de emulsão, sugerindo que existe uma relação direta entre ambos. Em alguns projetos comerciais, como descrito na seção de Metodologia deste trabalho, o canal de emulsão é o principal responsável por definir o tamanho das gotículas. Isso indica que talvez seja necessário ajustar a geometria do sistema para otimizar esse aspecto. Outro fator limitante pode ser os valores de vazão. No trabalho de Azizov *et al.* (2022), observou-se que, para gotículas maiores, os valores de vazão da fase contínua são aproximadamente 150 vezes maiores do que os da fase dispersa. Isso reflete a necessidade de vazões maiores para a formação de gotas menores em geradores que possuem maior tamanho de canal. Além disso, o manual do gerador de gotículas da Micronit (2023) também destaca a necessidade de grandes diferenças entre as vazões da fase dispersa e da fase contínua para alcançar os valores desejados, com uma diferença de cerca de 60 vezes.

No entanto, neste estudo, o máximo alcançado para esses canais, nas dimensões propostas, foi uma relação de 24 vezes entre a vazão da fase contínua e a da fase dispersa. Outro ponto relevante a ser destacado é a análise das incertezas. As barras de erro indicam maiores incertezas nas vazões onde a razão entre a fase dispersa e a fase contínua se aproxima de um valor unitário. Por outro lado, para razões menores, observa-se uma redução nos erros, como exemplificado pela vazão O5A80. Além disso, as barras de erro associadas à taxa de produção apresentam baixas flutuações, o que é um aspecto positivo, pois sugere maior estabilidade no processo permitindo uma estimativa confiável da concentração da emulsão gerada. Abaixo as Figuras 27 a 36 apresentam as distribuições de diâmetro de gota para os ensaios relacionados com vazões propostas nesse trabalho de conclusão de curso.

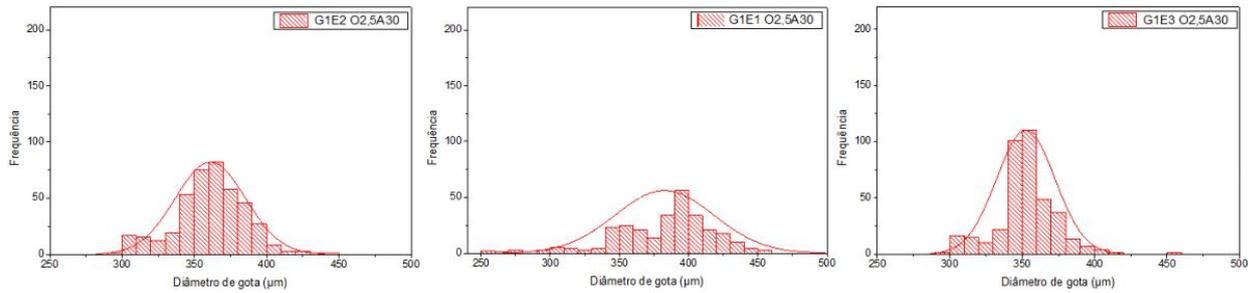
Figura 27 – Distribuição para O1,25A30 no G1 nos três ensaios.



Fonte: elaborado pelo autor.

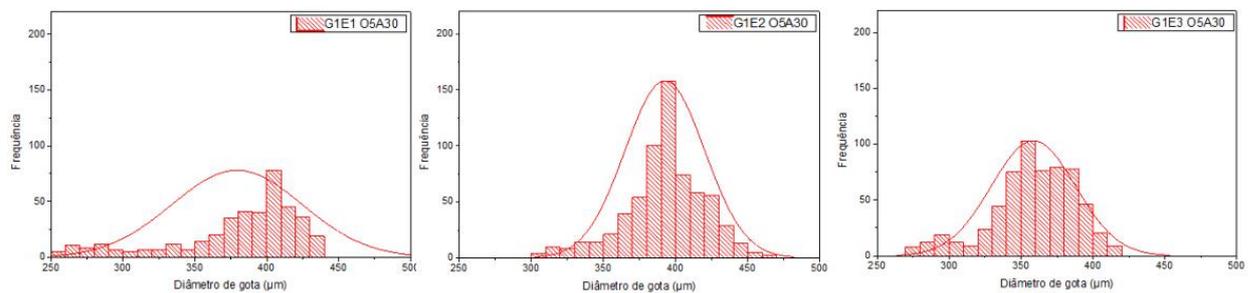
As Figuras 27 a 31 mostram as distribuições de tamanhos de gotas para o grupo G1. Nota-se que as distribuições do tamanho de gotas para as vazões O1,25A30, O2,5A30 e O5A30, apresentadas nas Figuras 27, 28 e 29 revelam um maior espalhamento nos tamanhos das gotas. Entre essas, a vazão O5A30, com a maior razão entre óleo e água,

Figura 28 – Distribuição para O2,5A30 no G1 nos três ensaios.



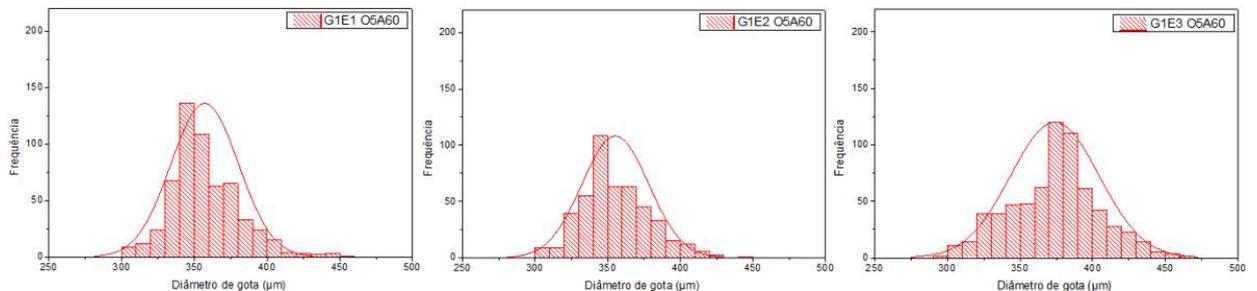
Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 29 – Distribuição para O5A30 no G1 nos três ensaios.



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 30 – Distribuição para O5A60 no G1 nos três ensaios.

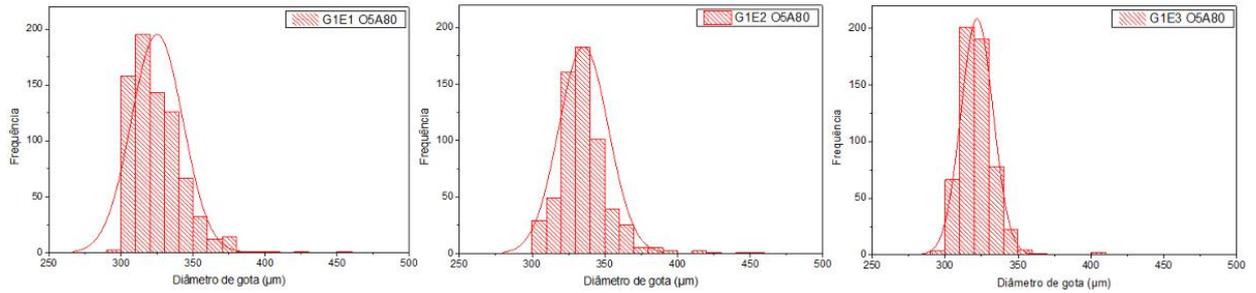


Fonte: elaborado pelo autor.

destaca-se por apresentar tanto os maiores diâmetros quanto o maior desvio nos tamanhos. A partir da vazão O5A60 apresentada na Figura 30, esse comportamento começa a se alterar, com uma redução no desvio do diâmetro e uma menor frequência de gotas de grande diâmetro. A Figura 31 traz os dados para a vazão O5A80, em que é possível observar menores flutuações registradas, indicando que vazões mais elevadas favorecem uma fragmentação mais precisa do filamento de óleo. Esse processo não apenas resulta em uma distribuição mais uniforme dos diâmetros das gotas, como também uma maior taxa de produção de gotas mais uniformes em relação ao diâmetro, sendo assim, alcançando de maneira mais próxima o objetivo do gerador de gotas.

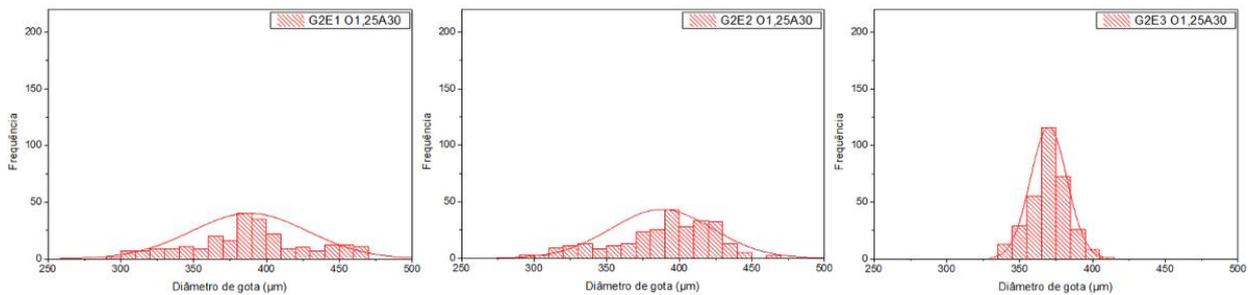
Para o gerador G2, observou-se um maior desvio nos tamanhos das gotas para as vazões mais baixas, especificamente O1,25A30, O2,5A30 e O5A30, que também apre-

Figura 31 – Distribuição para O5A80 no G1 nos três ensaios.



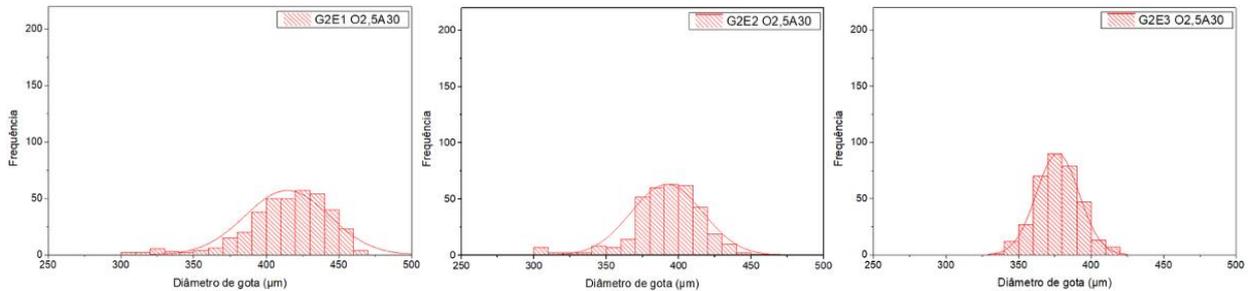
Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 32 – Distribuição para O1,25A30 no G2 nos três ensaios.



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 33 – Distribuição para O2,5A30 no G2 nos três ensaios.

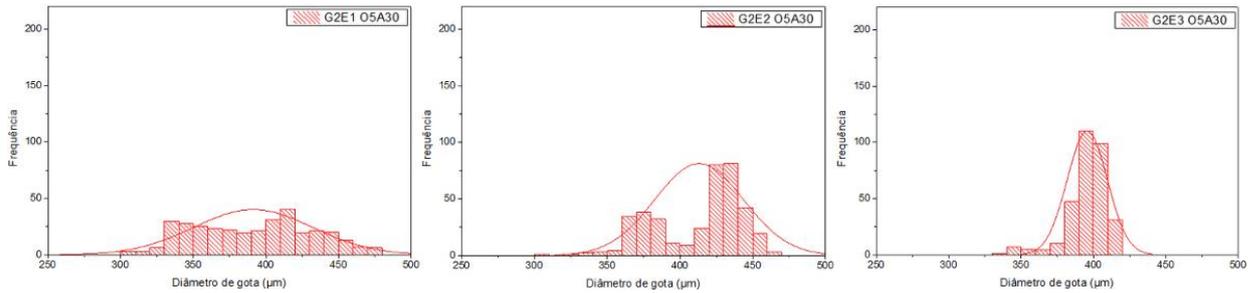


Fonte: elaborado pelo autor.

sentam os maiores diâmetros de gotas produzidas. Esse comportamento é semelhante ao observado no gerador G1, com menores desvios sendo registrados em vazões mais altas. Na maior vazão avaliada, conforme registrado na Figura 36, ocorre uma melhor precisão no controle do tamanho das gotas.

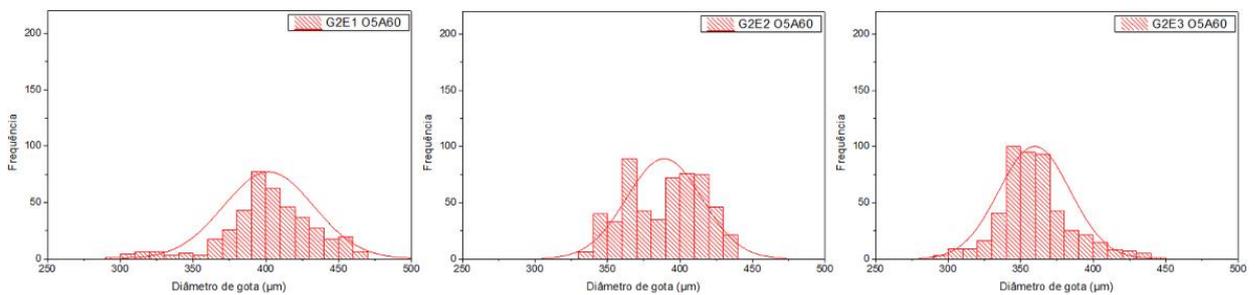
Entretanto, no Ensaio 3, os desvios apresentaram um comportamento diferente. Para todas as vazões, houve uma redução na flutuação da distribuição dos tamanhos das gotas, embora a causa exata dessa diminuição não tenha sido identificada. Ainda assim, é possível notar que, para a vazão O5A30, as maiores gotas continuam sendo produzidas. Esse resultado está diretamente relacionado à maior razão entre as vazões de óleo e água. Com mais óleo disponível em relação à água, há um maior volume de óleo no momento da fragmentação pelo encontro dos fluidos. Esse excesso de volume antes da fragmentação

Figura 34 – Distribuição para O5A30 no G2 nos três ensaios.



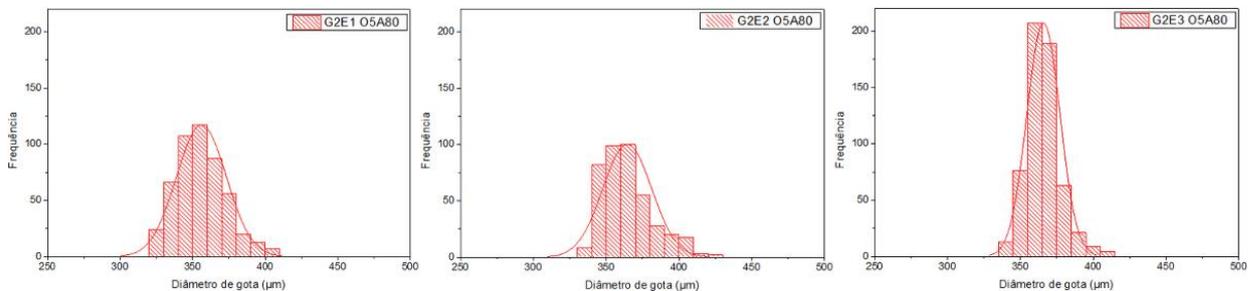
Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 35 – Distribuição para O5A60 no G2 nos três ensaios.



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 36 – Distribuição para O5A80 no G2 nos três ensaios.



Fonte: elaborado pelo autor.

gera gotas com diâmetros maiores, evidenciando que, apesar da menor flutuação nos tamanhos observada no Ensaio 3, o gerador G2 mantém suas características principais. Assim, ele continua produzindo gotas de maior diâmetro na vazão O5A30, devido à maior razão óleo/água, enquanto na vazão O5A80 registra os menores diâmetros, resultado de uma fragmentação mais precisa e uniforme promovida pelo fluxo mais elevado.

5 CONCLUSÃO

Este trabalho apresentou o desenvolvimento e a caracterização de um sistema microfluídico para a produção de gotas de óleo em emulsões do tipo óleo em água com tamanho controlado utilizando micromodelos fabricados por impressão 3D dispendo de resina transparente fotopolimerizadora. A pesquisa destacou a viabilidade do uso de dispositivos microfluídicos para alcançar maior precisão na formação de emulsões, contribuindo para a investigação de processos que envolvem fluidos em escala microscópica, especialmente no contexto da indústria petrolífera.

A metodologia empregada para o desenvolvimento, montagem e selagem dos geradores de gotas mostrou-se eficiente e replicável, possibilitando futuras aplicações em estudos de transporte de emulsões em meios porosos. A utilização de resina transparente permitiu a observação em tempo real da formação das gotas, proporcionando dados qualitativos e quantitativos valiosos para a compreensão dos fenômenos envolvidos.

Os resultados demonstram que a geometria e as condições de operação dos geradores de gotas são determinantes para a uniformidade e a eficiência na produção de gotas. Embora variações nas dimensões dos canais tenham sido observadas em relação ao modelo proposto, devido a imprecisão da impressora 3D, o desempenho geral do sistema foi satisfatório, especialmente no modelo G1, que apresentou erros relativos baixos em relação ao tamanhos dos canais propostos no modelo teórico, além de maior consistência na produção das gotas.

As respostas obtidas destacaram a influência direta das vazões das fases contínua e dispersa no diâmetro das gotas e na taxa de produção. Foi observado que vazões mais elevadas da fase contínua resultam em maior taxa de produção, alcançando produção de até 391 gotas por minuto, porém com menor dispersão no tamanho das gotas sendo um tamanho médio de $321 \mu\text{m}$ com dispersão de $\pm 11 \mu\text{m}$, enquanto o aumento da vazão da fase dispersa contribuiu para o aumento do diâmetro das gota sendo o maior de $413 \mu\text{m}$ a uma vazão de O5A30, além disso foi possível verificar a diminuição da consistência, gerando maiores flutuações no diâmetro de gota sendo para essa mesma vazão um alcance de $\pm 45,33 \mu\text{m}$. Essa caracterização possibilita não apenas uma melhor compreensão dos mecanismos de formação de emulsões, mas também a aplicação prática em processos industriais ou de investigação que demandem emulsões monodispersas, além disso é possível mesclar diferentes tamanhos de gotículas obtidas pelo gerador, porém de tamanho controlado, tendo emulsões polidispersas apresentando tamanhos conhecidos.

A indústria de petróleo tem demonstrado crescente interesse na obtenção de gotículas menores, e este estudo propõe uma abordagem inovadora e econômica para atender a essa demanda. Considerando que 1000 ml de resina possuem um custo aproximado de US\$ 220,00, a produção de um gerador de gotas utilizou apenas 80 ml de material, re-

sultando em um custo total de US\$ 17,60. Esse valor é significativamente inferior aos US\$ 223,00 cobrados por empresas que comercializam dispositivos similares. Além disso, torna-se necessária uma avaliação mais detalhada dos parâmetros de impressão, com o objetivo de atingir menores diâmetros de canais, na ordem de $100\ \mu\text{m}$, que já correspondem a uma faixa de interesse relevante para aplicações na indústria de petróleo.

Portanto, este estudo oferece base para o avanço no desenvolvimento de tecnologias microfluídicas aplicadas à produção de emulsões. As contribuições incluem não apenas o aprimoramento de técnicas de fabricação e caracterização, mas também o potencial para otimizar processos industriais relacionados à recuperação de petróleo e ao manejo de água produzida e reinjetada.

5.0.1 Sugestões para trabalhos futuros

Trabalhos futuros podem explorar o impacto de diferentes parâmetros de impressão e materiais, visando aprimorar a precisão e a reprodutibilidade dos dispositivos. Outra linha de investigação seria a aplicação de geometrias alternativas, que permitiriam a alocação das gotas diretamente no interior do dispositivo microfluídico gerador de gotas. Essa abordagem facilitaria a análise de dados sem interferir nas condições internas de temperatura e pressão do dispositivo. Outra medida deixada como sugestão seria a adição de um sistema que pudesse controlar o tamanho dos canais sem necessidade da impressão de um novo modelo, ou seja, algum aparato como um parafuso que pudesse diminuir o diâmetro dos canais, isso permitiria um sistema mais adaptável a necessidade do usuário em relação ao tamanho de gotículas.

Além disso, seria importante investigar diferentes vazões, incluindo aquelas não abordadas neste estudo, oferecendo uma análise mais detalhada, especialmente sob condições de maiores vazões. Nesse contexto, poderia ser realizada uma comparação entre a vazão da fase dispersa e a da fase contínua para os tamanhos obtidos, além de se analisar as taxas de produção.

Outro aspecto importante para investigações futuras é o impacto da concentração de tensoativo na produção de gotas, um tema não abordado neste trabalho de conclusão de curso, assim como a densidade do óleo utilizado. Para a geração de emulsões, ocorre uma separação que forma duas interfaces: uma carregada de gotículas de óleo, que permanece na parte superior da mistura, e outra de água, que fica abaixo das gotículas. Essa separação pode ser explicada pela Lei de Stokes, que descreve fenômenos que envolvem a separação entre água e óleo. Assim, seria interessante estudar a estabilidade da emulsão, explorando misturas de óleos para alcançar uma densidade próxima à da água, o que poderia favorecer uma emulsão mais uniforme.

Além disso, poderia ser investigado o impacto de geradores com menor taxa de produção, o que implicaria em uma menor concentração de óleo na emulsão. Isso resultaria em uma quantidade reduzida de água necessária para diluir e alcançar a concentração

ideal. Um próximo estudo poderia analisar as diferentes capacidades de concentração de óleo em água que um gerador desse tipo pode promover em um determinado período, bem como as quantidades de água necessárias para alcançar a mesma diluição entre diferentes modelos.

REFERÊNCIAS

- AHN BIOTECHNOLOGIE. **CappMaestro M10-1 single channel electronic pipette**. Dinamarca, 2023. Disponível em: https://capp.dk/files/userguide/CappMaestro_User_Guide_0.pdf. Acesso em: 16 nov. 2023.
- ARAUJO, E. A. *et al.* The role of oil-in-water emulsion components on sandstones permeability. **Brazilian Journal of Petroleum and Gas - ABPG**, v. 18, p. 161–178, 2024.
- AZIZOV, I.; DUDEK, M.; ØYE, G. Emulsions in porous media from the perspective of produced water re-injection – a review. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 206, p. 109057–109073, 2021.
- AZIZOV, I.; DUDEK, M.; ØYE, G. Studying droplet retention in porous media by novel microfluidic methods. **Chemical Engineering Science**, v. 248, p. 117152–117163, 2022.
- BAROUND, C. N.; GALLAIRE, F.; DANGLA, R. Dynamics of microfluidic droplets. **Lab Chip**, v. 10, p. 2032–2045, 2010.
- BECHER, P. **Emulsions Theory and Practice**. New York: Oxford University Press, 2001. 500 p.
- CAMPOS, D. E. G. **Formação de emulsões em uma junção de microcanais em T**. 2011. Dissertação de Mestrado (Grau de Mestre em Ciências e Engenharia Mecânica) — Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.
- CARL ZEISS MICROSCOPY. **Axio Observer 5**. Estados Unidos, 2023. Disponível em: <https://www.micro-shop.zeiss.com/en/us/system/axio+observer-axio+observer+5-inverted+microscopes/10302/>. Acesso em: 16 nov. 2023.
- ELVEFLOW, AN ELVESYS BRAND. **OB1 MK4 microfluidic flow controller**. Paris, 2023. Disponível em: <https://www.elveflow.com/microfluidic-products/microfluidics-flow-control-systems/ob1-pressure-controller/>. Acesso em: 16 nov. 2023.
- FANI, M.; POURAFSHARY, P.; MOSTAGHIMI, P.; MOSAVAT, N. Application of microfluidics in chemical enhanced oil recovery: A review. **Fuel**, v. 315, p. 123225, 2022. ISSN 0016-2361. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236122000965>.
- GE HEALTHCARE LIFE SCIENCES. **Filtro de Seringa 25mm PTFE 0.22 μm** . Chicago, 2023. Disponível em: https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/product/aldrich/wha67802502?srsItd=AfmBOoqcLpz0JP4Pgm_INyDOc3K1jXFoeHbxNOL5ZfVv6Gba3Pa7M4aU. Acesso em: 28 nov. 2024.
- GUNDA, N. S. K.; BERA, B.; KARADIMITRIOU, N. K.; MITRA, S. K.; HASSANIZADEH, S. M. Lab chip. **Lab Chip**, v. 11, p. 3785–3792, 2011.
- HARVARD APPARATUS. **Pump 11 Elite Pico Plus**. Holliston, Massachusetts. Disponível em: <https://www.harvardapparatus.com/pumps-liquid-handling/syringe-pumps/infuse-withdraw/standard-infuse-withdraw-pump-11-elite-programmable-syringe-pumps.html>.

KERMANI, H. M.; BONTO, M.; NICK, H. M. Chemical solutions for restoring scaling-induced injectivity impairment in offshore produced water re-injection. **Science of The Total Environment**, v. 903, p. 166597, 2023. ISSN 0048-9697. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0048969723052221>.

MERCK. **Direct-Q® 3 UV water purification system**. Alemanha, 2023. Disponível em: <https://www.merckmillipore.com/BR/pt/search/direct%20q3?search=&TrackingSearchType=SB+-+Search+Box&SearchContextPageletUUID=&SearchTerm=direct+q3>. Acesso em: 16 nov. 2023.

MICRONIT MICROFLUIDICS. **Focused flow droplet generator: nozzle 10µm**. Holanda, 2023. Disponível em: https://store.micronit.com/droplet_generator.html. Acesso em: 16 nov. 2023.

MONTALVO, M. E. D. A. **Escoamento de emulsões óleo em água através de microcapilares**. 2008. Dissertação de Mestrado (Grau de Mestre em Engenharia Mecânica) — Pontífica Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

NAVEIRA, L. P. **Simulação de reservatórios de petróleo utilizando o método de elementos finitos para recuperação de campos maduros e marginais**. 2007. Dissertação de Mestrado (Grau de Mestre em Ciências e Engenharia Civil) — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

OREN, P. E.; BILLIOTTE, J.; PINCZEWSKI, W. V. Society of petroleum engineers. *In: Society of Petroleum Engineers Conference*. [S.l.: s.n.], 1992.

PASSOS, N. C. S. T. **Análise de procedimentos numéricos para simulação de fluxo bifásico em meios porosos heterogêneos**. 2013. Dissertação de Mestrado (Grau de Mestre em Engenharia Civil) — Pontífica Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.

PEREIRA, V. E.; WOLF, F. G.; SANTOS, A. Geração e dinâmica de gotas em microcanais com cavidades circulares. *In: ABPG (Ed.). 12 PDPETRO*. [s.n.], 2024. Disponível em: https://www.portalabpg.org.br/12pdpetro/sistema_da_abpg/repositorio/trabalho/08151230082024369.pdf.

QUEZADA, G. R.; TOLEDO, P. G.; SAAVEDRA, J. H.; ROZAS, R. E. Produced water reinjection in petrobras fields: Challenges and perspectives. **SPE Latin America and Caribbean Petroleum Engineering Conference**, SPE-94705-MS, 2005.

ROSA, A. J.; CARVALHO, R. S.; XAVIER, J. A. D. **Engenharia de reservatório de petróleo**. Rio de Janeiro: Interciência, 2006.

SCHRAMM, L. L. **Emulsions, Foams, and Suspensions: Fundamentals and Applications**. New Jersey: Wiley-VCH, 2005. 623 p.

SHAH, D. O. **Macro and Microemulsions Theory and Applications**. Washington D.C.: American Chemical Society, 1985. 611 p.

SHENZHEN ANYCUBIC TECHNOLOGY CO., LTD. **AnyCubic**. China, 2015. Disponível em: <https://www.anycubic.com/about>. Acesso em: 14 nov. 2024.

SILVA, J. D. F. da; SILVA, Y. P. da; PIATNICKI, C. M. S.; BÖCKEL, W. J.; MENDONÇA, C. R. B. Microemulsões: Componentes, características, potencialidades em química de alimentos e outras aplicações. **Química Nova - Scielo Brazil**, v. 38, 2015.

TRANTIDOU, T.; ELANI, Y.; PARSONS, E.; CES, O. Hydrophilic surface modification of pdms for droplet microfluidics using a simple, quick, and robust method via pva deposition. **Nature - Microsystems Nanoengineering**, v. 16091, 2017.

VILLALOBOS, E. M. C. **Formação de Emulsão no escoamento Bifásico de Óleo e água através de Orifícios**. 2010. Dissertação de Mestrado (Grau de Mestre em Ciências e Engenharia Mecânica) — Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

WHITESIDES, G. M. The origins and the future of microfluidics. **Nature**, v. 442, p. 368–373, 2006.

WOLF, F. G. *et al.* Dual-porosity micromodels for studying multiphase fluid flow in carbonate rocks. **Lab Chip**, The Royal Society of Chemistry, v. 22, p. 4680–4692, 2022. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1039/D2LC00445C>.

LONG YU BOXIN DING, M. D. Q. J. Plugging ability of oil-in-water emulsion in porous media: Experimental and modeling study. **Industrial Engineering Chemistry Research**, v. 57, p. 14795–14808, 2018.