

12º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

GERAÇÃO E DINÂMICA DE GOTAS EM MICROCANAIS COM CAVIDADES CIRCULARES.

AUTORES:

Vinicius Eduardo Pereira¹, Fabiano Gilberto Wolf², Adriano dos Santos³

INSTITUIÇÃO:

¹²Universidade Federal de Santa Catarina, ³Universidade Federal do Rio Grande do Norte

GERAÇÃO E DINÂMICA DE GOTAS EM MICROCANAIS COM CAVIDADES CIRCULARES.

Resumo

A dinâmica de emulsões em meios porosos é um tema crucial para a indústria de petróleo e gás. A presença de gotículas de óleo na água produzida contribui significativamente para a redução da eficiência durante a reinjeção, principalmente devido à retenção nos poros. Na literatura, o estudo do fenômeno de retenção costuma ser realizado através da inundação de amostras de rochas-reservatório, uma abordagem que busca oferecer uma maneira acessível e direta de melhor entender eventos de retenção e perda de injetividade. Este trabalho propõe uma abordagem baseada em microfluídica, que se utiliza de sistemas porosos formados de microcanais para investigar o transporte de emulsões diluídas de óleo em água. A geração da emulsão foi realizada por meio de um chip gerador de gotas, o qual permitiu um controle mais preciso do tamanho das gotículas de óleo geradas. Por meio de um único chip, foi possível obter emulsões, tipo óleo em água, monodispersas, apenas variando os valores de vazão para a fase contínua. Foram conduzidos experimentos de injeção de emulsões em um microcanal conectado a uma cavidade circular. Os resultados preliminares indicam que as gotas maiores tendem a posicionar-se nas regiões periféricas da geometria do canal, ou seja, mais próximas às paredes, enquanto as gotas menores tendem a seguir as linhas de fluxo impostas pela variação da velocidade do fluido. A vazão de injeção desempenhou um papel significativo, pois foi possível identificar que, para velocidades de fluxo superiores, houve o carregamento das gotículas maiores que estavam estagnadas próximas às paredes ou na cavidade. A abordagem adotada permite uma compreensão detalhada da dinâmica dos processos em escala de poro em tempo real, possibilitando discernir nuances em relação ao formato das gotículas conforme variam as condições de fluxo e tamanho dos poros.

Palavras-chave: Microfluídica, gerador de gotas, retenção de emulsões.

Abstract

The dynamics of emulsions in porous media is a crucial topic for the oil and gas industry. The presence of oil droplets in the produced water contributes significantly to reduced efficiency during reinjection, mainly due to retention in the pores. In the literature, the study of the retention phenomenon is usually carried out through flooding of reservoir rock samples, an approach that seeks to offer an accessible and direct way to better understand retention events and loss of injectivity. This work proposes an approach based on microfluidics, which uses porous systems formed by microchannels to investigate the transport of diluted oil-in-water. The generation of the emulsion was carried out using a droplet generator chip, which allowed more precise control of the size of the oil droplets generated. Using a single chip, it was possible to obtain emulsions, such as oil in water, polydisperse, just by varying the flow rates for the continuous phase. Emulsion injection experiments were conducted in a microchannel connected to a circular cavity. Preliminary results indicate that the larger drops tend to be positioned in the peripheral regions of the channel geometry, that is, closer to the walls, while the smaller drops tend to follow the flow lines imposed by the variation in fluid velocity. The injection flow played a significant role, as it was possible to identify that, for higher flow velocities, there was loading of larger droplets that were stagnant close to the walls or in the cavity. The approach adopted allows a detailed understanding of the dynamics of pore-scale processes in real time, making it possible to discern nuances in relation to droplet shape as flow conditions and pore size vary.

Keywords: Microfluidics, droplet generator, emulsion retention.

Introdução

A indústria petrolífera é crucial para a economia global, fornecendo energia para diversos setores. Entretanto, a exploração e produção de petróleo enfrentam desafios significativos, especialmente na recuperação eficiente em reservatórios complexos (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006). Melhorar os métodos de recuperação é essencial para maximizar o rendimento dos reservatórios e minimizar o impacto ambiental da exploração.

A interface óleo-água em reservatórios é um aspecto crítico para a eficiência da recuperação de petróleo (Azizov, Dudek, Øye, 2021). Embora métodos tradicionais de recuperação secundária e terciária sejam amplamente utilizados, eles frequentemente apresentam limitações significativas (Naveira, 2007). A pesquisa recente de Azizov, Dudek e Øye (2022) foca na dinâmica de gotas em processos de filtragem e reutilização de água, explorando abordagens inovadoras, como o uso de microdispositivos, para otimizar a recuperação de petróleo.

Microdispositivos em polidimetilsiloxano (PDMS) oferecem uma plataforma avançada para manipular a dinâmica de gotas de óleo em água em escalas microscópicas, permitindo um controle preciso e potencializando a recuperação de petróleo. Além disso, esses dispositivos possibilitam a visualização em tempo real dos fenômenos físicos entre fluidos e meios porosos. O presente trabalho tem como objetivo explorar a dinâmica de emulsões, apresentando instrumentos utilizados para visualizações das interações gota-poro durante a recuperação de petróleo.

De acordo com Azizov et al. (2022), a inovação é crucial devido às limitações dos métodos tradicionais de recuperação. A aplicação de dispositivos microfluídicos representa uma abordagem promissora para compreender fenômenos em escalas microscópicas e melhorar a eficiência da recuperação de petróleo. Este estudo utiliza uma abordagem experimental, empregando dispositivos microfluídicos em PDMS para simular interações de emulsões em meios porosos e geradores de gotas de borossilicato, capazes de produzir gotículas de dimensões constantes.

Os experimentos realizados visam avaliar a dinâmica e o comportamento das gotículas em diferentes condições de fluxo em uma cavidade circular em que a emulsão é penetrada. Espera-se obter uma compreensão de como diferentes velocidades podem alterar linhas de fluxo além de explorar uma metodologia distinta das tradicionais já utilizadas promovendo a tentativa de obter um maior controle sobre o tipo de emulsão gerada.

Metodologia

Este estudo emprega uma abordagem experimental para investigar a dinâmica das gotas de óleo em água utilizando microdispositivos. A metodologia é baseada no uso de microdispositivos em PDMS para simular interações entre óleo e água em meios porosos, bem como geradores de gotas de borossilicato, capazes de produzir gotículas com dimensões consistentes.

Fluidos

Para a experimentação, é preparada uma solução contínua de surfactante para limitar a coalescência entre gotas, dissolvendo 7,07 µl do surfactante não iônico Triton X-100 em 100 gramas de água deionizada. A água, obtida de um deionizador Milli-Q Direct-Q3, apresentava resistividade de 18,2 MΩ.cm e densidade de 0,99112 g/cm³ a 26°C. A amostra de tensoativo foi medida com uma micropipeta eletrônica monocal CAPPMaestro M10-1. Como fase dispersa, utiliza-se óleo dodecano, com densidade de 750 kg/m³, proporcionando condições ideais para os experimentos.

Emulsão

Para a emulsificação, emprega-se um gerador de gotas do tipo fluxo cruzado, com um chip microfluídico fabricado em vidro de borossilicato fornecido pela Micronit Microtechnologies. Esse tipo

de geometria específica foi projetado para formar gotas na faixa de 9 a 20 μm , com cada tamanho de gota determinado por uma pressão específica, resultando em uma vazão distinta para cada tipo de fluido.

Micromodelo

A utilização de dispositivos microfluídicos para representar um meio poroso através de uma rede uniforme de canais é comum, contudo, é necessário escolher um meio que faça sentido a passagem da emulsão para identificação de possíveis fenômenos físicos entre gota-poro. O micromodelo é constituído por polidimetilsiloxano (PDMS), um material que se manifesta como um componente polimérico transparente e flexível, exibindo propriedades comparáveis às do vidro, porém com uma maior flexibilidade. O PDMS é frequentemente utilizado em técnicas de microfabricação, como a litografia macia, para criar estruturas em escala microscópica. Isso o torna valioso na produção de dispositivos microfluídicos e em outros campos relacionados à nanotecnologia. Neste trabalho o micromodelo possui um canal com largura de 100 μm e cavidades com diâmetro aproximadamente de 200 μm . A Figura 1 representa a geometria utilizada.

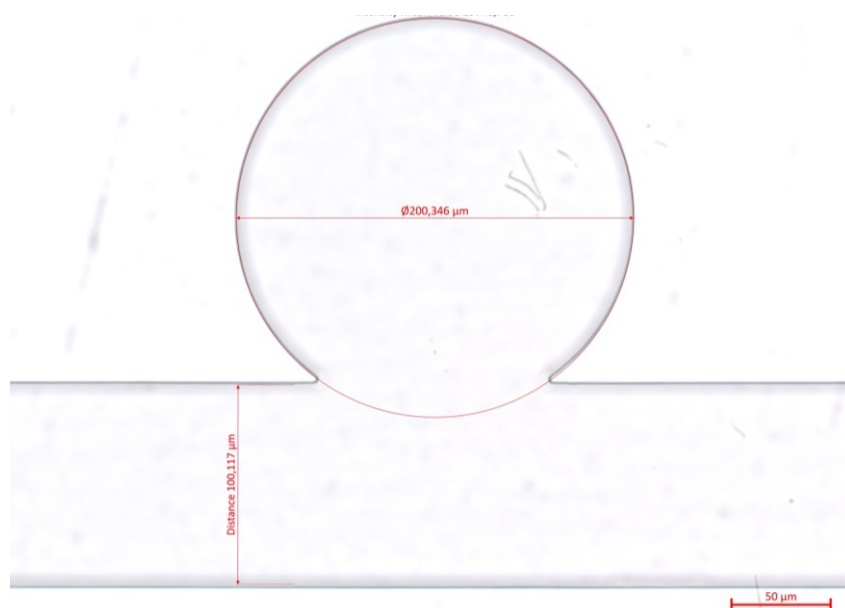


Figura 1: Geometria do Microcanal em PDMS.

Configuração

Durante a geração de gotas, o chip foi posicionado no porta-chips (Fluidic Connect Pro, Micronit Microtechnologies) e conectado ao dispositivo de fluxo por meio de ponteiras FFKM de borracha. A tubulação utilizada, composta por Tygon cujos detalhes internos não foram divulgados pelo fabricante, apresenta um diâmetro interno de 250 μm . Também foram adicionados Filtros de PTFE de 0,45 μm com fibras de vidro (Filtrilo), responsáveis por assegurar que o fluido estivesse livre de impurezas. A geração de microgotas foi realizada por um controlador de Ar OB1 Mk3+ da Elveflow, que, por meio de uma alimentação pneumática, possibilitou atingir pressões de até 2000 mbar. O controle do processo foi conduzido por dois sensores Elveflow FS3, responsáveis por regular a vazão através da pressão. Os ajustes de valores foram realizados no software ESI (Elveflow Smart Interface), permitindo assim a produção controlada de gotas de óleo em água. A figura 2 apresenta um exemplo do setup.

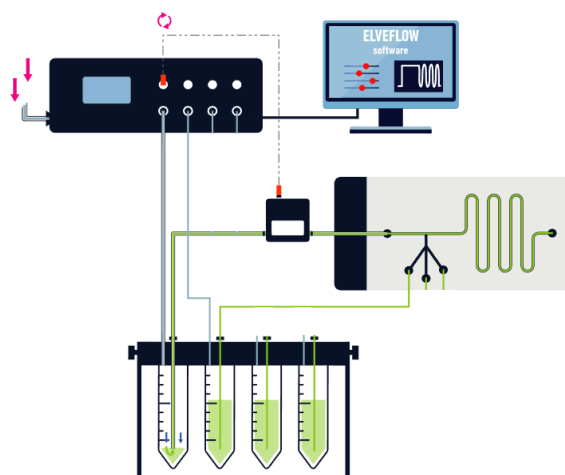


Figura 2: Configuração da bancada para geração de gotas (Elveflow, 2024).

Inundação do Micromodelo

A inundação do micromodelo é realizada por meio de sucção do fluido. Uma linha de passagem conectada a uma bomba de seringa (Harvard Apparatus Pump 11 PicoPlusElite) foi utilizada, onde os valores de sucção do fluido determinam a velocidade com que as gotas se deslocam dentro do canal. Um funil adaptado através de uma pipeta de Pasteur foi posicionado na entrada do micromodelo como recipiente para alocar a emulsão. A Figura 3 ilustra o esquema utilizado. Todos os tubos passaram por uma lavagem com fase contínua antes de conectar ao protótipo em escala micro, dessa maneira, é possível evitar bolhas de ar no sistema e promoveu uma limpeza interna evitando possíveis materiais particulados nos ensaios. O micromodelo foi saturado com água deionizada através de um filtro de PTFE de 0,45 μm à 80 $\mu\text{l/min}$, com finalidade de evitar bolhas de ar internas no canal. Além disso, enquanto ocorria a sucção era necessário agitar a emulsão contida no funil para manter a homogeneidade, esse processo foi realizado com auxílio de uma haste fina.

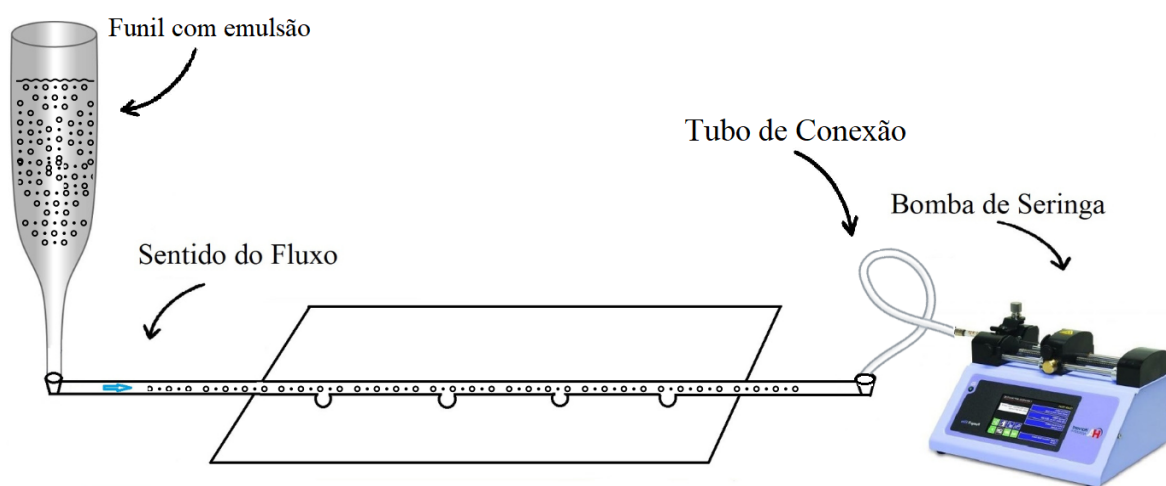


Figura 3: Esquema para inundação do micromodelo.

Essa abordagem foi escolhida pois gotas de óleo tendem a segregar com o tempo, devido a sua densidade em relação a água ser menor. Assim, com o passar do tempo, as gotas sobem à superfície, fazendo com que a probabilidade de haver gotas de óleo na parte inferior da amostra seja baixa. É possível prever o tempo para cada tamanho específico de gota através da lei de Stokes que descreve o comportamento de partículas esféricas pequenas que se movem através de um fluido viscoso, e é frequentemente aplicada para entender a sedimentação ou a ascensão de gotas e partículas em um fluido.

Obtenção e Análise de Imagens

Após a geração das gotas, foi essencial realizar uma análise de imagem para confirmar o tamanho real das gotículas obtidas. As imagens foram obtidas com auxílio de um microscópio Zeiss Axio Observer 5 portado de uma câmera Zeiss Axiocam 503 Color. A Figura 4 apresenta a imagem de uma das emulsões geradas juntamente com distribuição do tamanho de gotas

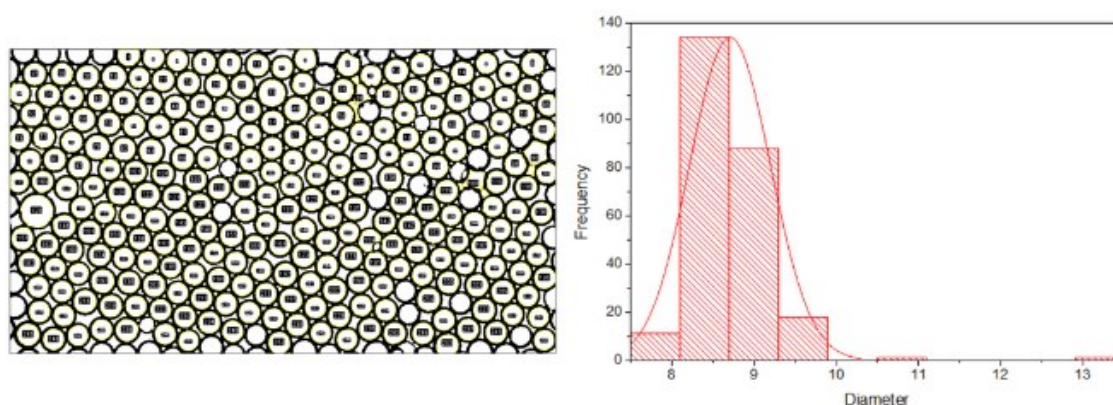


Figura 4: Foto de uma emulsão e resultado da análise do tamanho de gotas.

Em seguida ao processo de obtenção das gotas, o próximo passo foi diluir a emulsão até atingir a concentração desejada. Nesse caso, utilizou-se 2 litros de água deionizada em cada amostra fabricada, atingindo a concentração de 500 ppm, depois reservou-se o fluido em microtubos de centrifugação de 1.5 mililitros. Assim, de maneira fácil a sucção do fluido através do micromodelo pode ser conduzida com mais rigor e controle sobre a quantidade utilizada e a amostra manipulada. Após a diluição, o fluido é sorvido nos canais do micromodelo. Esse procedimento possibilita a análise das interações físico-químicas entre as gotículas e o protótipo, fornecendo resultados fundamentais para a pesquisa. Em seguida, a imagem é analisada para identificar possíveis obstruções, permitindo a avaliação das consequências desse fenômeno, seja em termos de danos, restrições ou até mesmo aprimoramento na extração de petróleo dos reservatórios.

Resultados e Discussão

Como resultados preliminares, a primeira etapa consistiu na fabricação de gotas com características pré-determinadas. Mediante vazões específicas, pretendeu-se obter tamanhos de gotas específicos. O gerador de gotas permite alcançar tamanhos que variam de 9 a 20 micrômetros. O uso da variação da taxa de fluxo como parâmetro de controle para selecionar o tamanho das gotas é uma técnica bem estabelecida devido à sua simplicidade e repetibilidade. Observa-se que o aumento da vazão da fase contínua em relação à vazão da fase dispersa possibilita a criação de gotículas menores. Inversamente, uma diminuição dessa vazão leva ao aumento do tamanho das gotas. O sistema atinge um limite natural em termos de variações, pois uma taxa de fluxo muito lenta para o fluido interno fará com que a produção de gotículas cesse, enquanto taxas de fluxo excessivamente rápidas resultarão na fase dispersa correndo paralelamente à fase contínua, sem a formação de gotícula. Outro efeito da variação da taxa de fluxo é a alteração da frequência de produção das gotículas. No entanto, essa frequência não depende apenas da

relação de vazões, mas também é influenciada pelas vazões individuais e pelos próprios parâmetros dos fluidos. A Tabela 1 demonstra os dados de vazão para as fases dispersas e contínuas em relação ao tamanho de gota obtido através da análise do ImageJ.

Tabela 1: Dados para obtenção das gotas com gerador de 10 μm .

Diâmetro de Gota de óleo [μm]	Vazão Dodecano [$\mu\text{l}/\text{min}$]	Vazão Água Deionizada [$\mu\text{l}/\text{min}$]	Tempo de Estabilização [min]
10	0,5	5	10
15	1,5	6	10
20	2,2	8,5	10

Apesar dos tamanhos serem alcançados foi possível observar que para gotas maiores, menor será a frequência de produção. Isso é esperado já que para gotas maiores o volume de óleo necessário para sua formação é maior. A Figura 6 apresenta uma imagem com a produção de gotas de 20 μm , é possível observar a densidade de produção. Outro ponto importante na geração das gotas uniformes foi a estabilização, ou seja, entre as alterações de vazão para produção de tamanhos diferentes de gotas, é necessário um tempo para estabilização, sendo que no sistema utilizado com Elveflow OB1, foram necessários cerca de 10 minutos para alcançar uma baixa variação no tamanho das gotas produzidas.

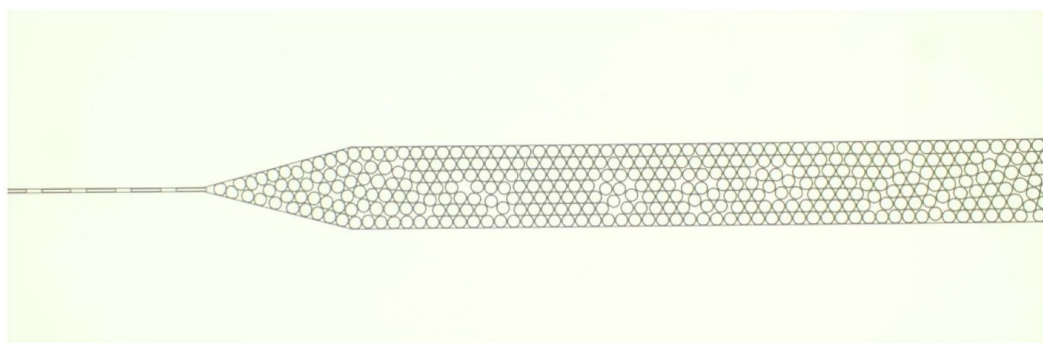


Figura 5: Gotas de 20 μm obtidas após a estabilização.

Após a geração das gotas e o ajuste da concentração de óleo na emulsão, o passo seguinte consistiu na sucção da amostra pelo poro. Resultados preliminares permitem analisar o comportamento físico das gotas em relação às paredes de PDMS, às diferentes vazões, e às variações de tamanho em relação às cavidades. Inicialmente, realizou-se a sucção da amostra contendo gotas com distribuição de 10 μm . Pouca ou nenhuma obstrução foi observada, pois o canal principal que liga as cavidades é 10 vezes maior que as gotas. As gotas que permaneceram nas cavidades, ficaram estagnadas em baixas vazões. Quando a vazão foi aumentada, vórtices foram formados nas cavidades, criando linhas de fluxo que movimentaram essas gotas. Para aumentar a frequência das interações físicas, foi necessário utilizar gotas maiores. Como resultado, o início de possíveis entupimentos tornou-se mais constante quando gotas de 15 e 20 micrômetros foram adicionadas na sucção. Gotas de 15 e 20 μm apresentaram interações semelhantes às de 10 μm quando a velocidade do fluxo foi aumentada. As gotas que ficaram presas nas cavidades em baixas vazões foram removidas com o aumento do fluxo, reduzindo a quantidade de óleo estagnado. A Figura 5 abaixo ilustra as observações feitas nas vazões de 1 e 3 $\mu\text{l}/\text{min}$ para a mesma cavidade. É possível notar um menor número de gotículas presas nas cavidades com o aumento da vazão.

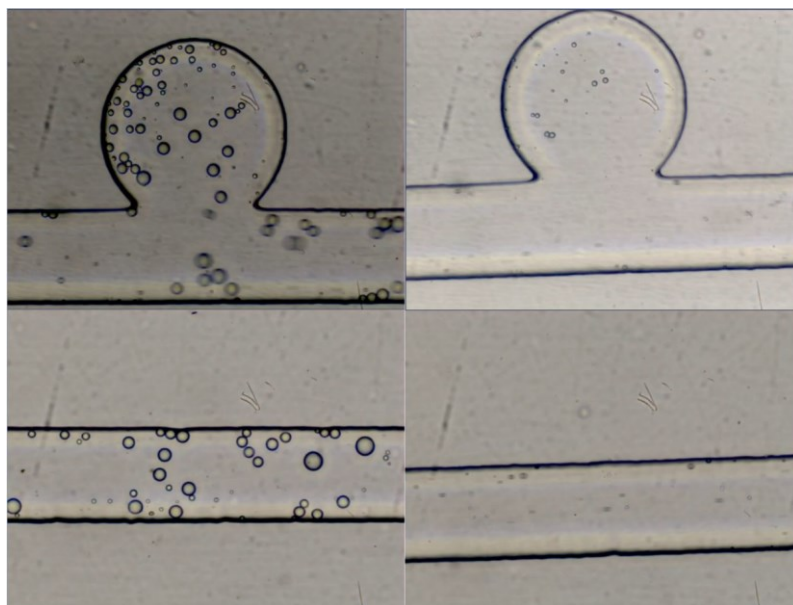


Figura 6: Comportamento de gotas no microcanal em vazões de 1 e 3 µl/min.

Para uma vazão de 3 µl/min, as imagens capturadas não mostram a presença de gotas no dispositivo microfluídico. Isso ocorre porque a alta velocidade das gotas impede a captura de imagens nítidas, dificultando a observação das gotículas localizadas próximas às linhas de fluxo principais. Outra observação relevante refere-se à concentração de gotas nas imagens. A diferença de densidade entre óleo e água impede que as gotas se distribuam de maneira homogênea por toda a amostra. Mesmo com a agitação manual, não foi possível garantir a uniformidade das gotas no fluido. Entretanto, apesar das diferentes vazões, não foi possível observar obstruções causadas pelas gotas. Isso se deve a dois principais motivos. Primeiro, a baixa interação física das gotas com as paredes do microcanal torna quase improvável o acoplamento das gotas de dodecano com o PDMS. Segundo, as gotas utilizadas nos ensaios são pelo menos 10 vezes menores em comparação com o diâmetro do canal, que é de 200 µm, enquanto as gotas têm apenas 20 µm. Para que ocorresse uma obstrução do canal, seria necessário que muitas interações gota-gota acontecessem e que esse conjunto de gotas conseguisse se acoplar às paredes do canal, promovendo assim uma obstrução. Além disso, gotas menores têm pouca superfície de contato. Logo, é possível concluir que, para que gotas menores fiquem presas, é necessário que isso ocorra com o auxílio de gotas maiores.

Conclusões

Foi possível mostrar que a emulsão gerada pelo chip gerador de gotas oferece um controle maior sobre o tamanho das gotas no fluido. No entanto, observou-se que o tamanho das gotas depende significativamente das vazões. Dependendo das taxas de produção exigidas, nem todos os tamanhos de gotas são alcançáveis. Além disso, um fator chave para a produção de gotas de tamanho uniforme é a estabilidade da vazão. Para manter um sistema funcionando com vazão constante, é necessário um tempo de estabilização entre a alteração dos parâmetros de vazão e a obtenção de gotas com baixa polidispersidade. Esse tempo pode variar dependendo do tipo de sistema utilizado. Em relação à injeção da emulsão no micromodelo, não houve obstruções do canal. Isso se deve principalmente ao tamanho das gotas, que, apesar de se aglomerarem em alguns locais do microcanal, não causaram uma constrição completa. Além disso, a baixa rugosidade das paredes não propiciou um forte acoplamento, resultando em interações físicas reduzidas. Outra observação foi que, para as menores gotas sofrerem interações físicas, era necessária a presença de gotas maiores. Portanto, é possível afirmar que, para poros maiores do que as gotas, a emulsão deve conter gotas maiores para que ocorra a obstrução das menores. Os

resultados obtidos são preliminares, indicando que ainda há muito a ser refinado nesse tipo de abordagem. O principal objetivo foi apresentar a montagem da bancada, os equipamentos utilizados e a forma como foram empregados para obter os resultados, mostrando uma abordagem distinta e um acompanhamento em tempo real do movimento fluido através do sistema poroso.

Referências Bibliográficas

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.

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.

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.

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.

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.

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