

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Caracterização da Distribuição do Tamanho de  
Gotas em Emulsões Água e Óleo Utilizando  
Diferentes Técnicas de Medição**

Autor: **André Giorgi de Oliveira**  
Orientador: **Prof. Dr. Rogério José da Silva**

Itajubá, Julho de 2010  
MG – Brasil

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Caracterização da Distribuição do Tamanho de  
Gotas em Emulsões Água e Óleo Utilizando  
Diferentes Técnicas de Medição**

**Autor: André Giorgi de Oliveira**

**Orientador: Prof. Dr. Rogério José da Silva**

**Curso: Mestrado em Engenharia Mecânica**

**Área de Concentração: Conversão de Energia**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Itajubá, Julho de 2010.  
MG – Brasil

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Caracterização da Distribuição do Tamanho de  
Gotas em Emulsões Água e Óleo Utilizando  
Diferentes Técnicas de Medição**

**Autor: André Giorgi de Oliveira**

**Orientador: Prof. Dr. Rogério José da Silva**

Composição da Banca Examinadora:

**Dra. Glória Maria Santos Lucas – GORCEIX/CENPES/PETROBRAS**

**Prof. Dr. Anderson Paulo de Paiva - IEPG/UNIFEI**

**Prof. Dr. Rogério José da Silva, Presidente - IEM/UNIFEI**

## **Dedicatória**

Aos meus pais Osmar e Deise, ao meu avô Euclides, grandes apoiadores e incentivadores de uma carreira sólida através da formação educacional, imprescindível para alcance de mais este ideal.

## **Agradecimentos**

Primeiramente a Deus Pai, pois sem Ele seria impossível o trabalho e a vida; ao Filho Cristo, por através do nome dele, a benção divina sempre esteve plena e ao Espírito Santo, grande consolador, pela paz interior sempre presente.

Ao meu orientador e amigo Rogério José da Silva pela paciência e persistência no trabalho, onde gerou bons frutos.

Especialmente aos grandes professores Marcos Aurélio e Barca e a Petrobras, por disponibilizar o laboratório e todo material de apoio, inclusive financeiro.

Aos meus pais, Osmar e Deise pelo incentivo e apoio incondicional pela busca de mais uma vitória. A minha irmã Juliana pela força e conselhos.

A minha namorada Semíramis por todo apoio, companheirismo e aprendizado.

Aos amigos da República MMP/Coxa pelo companheirismo, amizade e inesquecíveis momentos de convivência, impossíveis de serem resumidos em uma frase.

Aos meus amigos Eduardo e Michelly por toda força ao longo do curso.

Aos amigos do Laboratório de Separação de Fases, por sem qual ajuda, não seria possível execução deste trabalho.

E ao pessoal de Itajubá, que me acolheu desde a chegada até o presente momento.

*“Não se revolte e nem apresente resistência ao enfrentar infortúnio pense que a árvore que se verga ao vento durante a tempestade continuará em pé no meio daquelas que foram arrancadas por não terem se dobrado”.*  
*Autor desconhecido.*

*“Ele fortalece o cansado e dá grande vigor ao que está sem forças. Até os jovens se cansam e ficam exaustos, e os moços tropeçam e caem; mas aqueles que esperam no SENHOR renovam as suas forças. Voam alto como águias; correm e não ficam exaustos, andam e não se cansam”.*  
*Isaías 40:29-31 (NVI).*

## Resumo

**OLIVEIRA, A. G. de (2010)**, *Caracterização da Distribuição do Tamanho de Gotas em Emulsões Água e Óleo Utilizando Diferentes Técnicas de Medição*, Itajubá, 124 p. Dissertação (Mestrado em Conversão de Energia) - Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá.

As emulsões podem estar presentes desde a perfuração do poço até a distribuição dos derivados de petróleo. A combinação das condições operacionais (pressões, temperaturas, vazões, *etc.*) juntamente com os elementos de processo (válvulas, bombas, poços, *etc.*) pode ser considerado a causa da formação das emulsões de água em óleo durante a produção de petróleo. As gotículas formadas na emulsão variam em tamanho, gerando uma distribuição de tamanhos de gotas. O tamanho de gota interfere diretamente nas propriedades da emulsão, alterando a viscosidade e assim como a estabilidade da emulsão. A caracterização do tamanho de gota é fundamental para levantamentos de propriedades da emulsão, controle da produção, correta especificação e dimensionamento de equipamentos, redução de custos com transporte e tratamentos. Entre as técnicas de medição de tamanho de gota existentes, a difração do *laser* é a mais comumente empregada e utilizada, mas técnicas emergentes se propõem a competir neste ramo: retroespalhamento do *laser* e espectroscopia ultrassônica. Assim o trabalho traz uma abordagem introdutória sobre a geração e implicações das emulsões nas diversas etapas da produção do petróleo. Em seguida, são apresentados os fundamentos de caracterização de tamanho de gota, focando os princípios físicos e teóricos das técnicas de medição. Para visualização do comparativo das técnicas, a descrição dos resultados foi apresentada em gráficos-caixas. Como os resultados encontrados não seguem uma distribuição normal, foi utilizado o teste da mediana de Mood para análise da comparação das técnicas. Chegou-se a conclusão que diferentes técnicas de medição não trazem os mesmos resultados.

### **Palavras-chave:**

Emulsões, difração do *laser*, retroespalhamento do *laser*, espectroscopia acústica, teste da mediana de Mood.

## Abstract

**OLIVEIRA, A. G. de (2010)**, *Characterization of Droplet Size Distribution in Water and Oil Emulsions Using Different Measurement Techniques*, Itajubá, 124p. MSc. Dissertation - Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá.

Emulsions are present from drilling the well to the distribution of petroleum products. Combination of both operating conditions (pressures, temperatures, flow rates, *etc.*) along with the process elements (valves, pumps, wells, *etc.*) can be considered the cause of forming emulsions in oil during oil production. The emulsion droplets formed change in range size, generating a distribution of droplet sizes. The droplet size interferes directly in the properties of the emulsion by changing the viscosity and the stability of the emulsion. The characterization of droplet size is essential to survey properties of the emulsion, production control, correct specification and design of equipment, reduction of transportation costs and treatments. Among the techniques for measuring droplet size in existence, the *laser* diffraction is the most commonly applied and used, but emerging techniques intend to compete in this field: backscattering of *laser* and ultrasonic spectroscopy. Thus the work provides introductory approach on the generation and implications of emulsions at various stages of oil production. Next are presented the basics of characterization of droplet size, focusing on the physical principles and theoretical techniques of measurement. For the visualization of techniques comparison, the results descriptions are showed in box plots. The results is not well adjusted by a normal distribution, the Mood-Brown median was used for analysis of techniques comparison. The conclusion obtained is different techniques will not bring same results.

### **Keywords:**

Emulsions, *laser* scattering, *laser backscattering*, acoustic spectroscopy, Mood-Brown test.

## Sumário

<i>Capítulo 1</i>	<i>1</i>
<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
1.1 APRESENTAÇÃO	1
1.2 OBJETIVO PRINCIPAL	3
<i>Capítulo 2</i>	<i>5</i>
<b>PETRÓLEO E EMULSÕES</b>	<b>5</b>
2.1 TEORIA DAS EMULSÕES	6
2.2 EMULSÕES ÓLEO/ÁGUA	7
2.3 EMULSÕES NA INDÚSTRIA DO PETRÓLEO	9
2.4 EMULSÕES GERADAS EM ROCHAS	10
2.5 BOMBEAMENTO DE POÇOS	12
2.6 IMPORTÂNCIA DA CARACTERIZAÇÃO DO TAMANHO DE GOTAS	13
<i>Capítulo 3</i>	<i>16</i>
<b>FUNDAMENTOS DE CARACTERIZAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE GOTA</b>	<b>16</b>
3.1 INTRODUÇÃO	16
3.2 CARACTERIZAÇÃO DA DTG POR DIFRAÇÃO DO LASER	21
3.3 CARACTERIZAÇÃO DA DTG POR RETROESPALHAMENTO	29
3.4 CARACTERIZAÇÃO DA DTG POR TÉCNICAS ULTRASSÔNICAS	31
<i>Capítulo 4</i>	<i>36</i>
<b>PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>36</b>
4.1 GERAÇÃO DE EMULSÕES	37
4.1.1 Por agitação	37
4.1.1.1 Banco de Testes de Circuito Fechado	38
4.1.2 Por cisalhamento em escoamento	39

4.1.2.1	Operação do banco para emulsões O/A	39
4.1.2.2	Operação do banco para emulsões A/O	41
4.2	MALVERN MASTERSIZER	42
4.3	LASENTEC FBRM	45
4.4	SYMPATEC OPUS	47
	<i>Capítulo 5</i>	55
	<b>RESULTADOS</b>	55
5.1	INTRODUÇÃO	55
5.2	ANÁLISE DOS RESULTADOS DOS EQUIPAMENTOS	56
5.3	COMPORTAMENTO DOS PARÂMETROS DO OPUS	63
5.4	INFLUÊNCIA DA FAIXA DE LEITURA E DA TEMPERATURA	74
5.5	ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS MEDIÇÕES DO MALVERN	79
5.6	ANÁLISE DO LASENTEC	89
	<i>Capítulo 6</i>	95
	<b>CONCLUSÕES</b>	95
	<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	97
A	<b>APÊNDICE A - Resultados</b>	103
B	<b>APÊNDICE B - Teste da Mediana de Mood</b>	121
C	<b>ANEXO I</b>	124
D	<b>ANEXO II</b>	125

## Lista de Figuras

<i>Figura 2.1 – Tipos de emulsões: a) óleo em água (O/A); b) água em óleo (A/O)</i>	7
<i>Figura 2.2 – Quebra de gotas em função do número de Weber crítico</i>	11
<i>Figura 2.3 – DTG correspondentes às emulsões mostradas</i>	14
<i>Figura 2.4 – Viscosidade aparente obtida ao mesclar as emulsões de diâmetros médios diferentes (<math>d_p</math> e <math>d_g</math>)</i>	15
<i>Figura 3.1 – Histograma da distribuição do tamanho de gota</i>	17
<i>Figura 3.2 – Curva cumulativa do tamanho de gota</i>	18
<i>Figura 3.3 – (a) DTG uniforme (b) DTG inclinada</i>	18
<i>Figura 3.4 – Diâmetros característicos equivalentes da partícula</i>	19
<i>Figura 3.5 – Fenômenos de espalhamento ocorridos se a partícula é iluminada com a luz</i>	22
<i>Figura 3.6 – Espalhamento do laser ao encontrar uma partícula</i>	22
<i>Figura 3.7 – Padrão de espalhamento da luz causada por uma partícula grande (lado esquerdo) e por uma partícula pequena (lado direito)</i>	23
<i>Figura 3.8 – Tipos de espalhamentos em função da razão do tamanho de partícula e o comprimento de onda (<math>\lambda</math>)</i>	24
<i>Figura 3.9 – O tamanho de partícula é determinado pela análise do ângulo da luz espalhada pelas partículas/gotas suspensas</i>	27
<i>Figura 3.10 – Operação de um equipamento de o retroespalhamento do laser</i>	29
<i>Figura 3.11 – Medição do comprimento de corda através da duração do pulso do laser retroespalhado</i>	30
<i>Figura 3.12 – Princípio de atenuação ultrassônica</i>	31
<i>Figura 4.1 – Béquer com rotor e emulsão.</i>	37
<i>Figura 4.2 – Banco de teste da emulsão gerada por agitador</i>	38
<i>Figura 4.3 – Misturador Estático (T de mistura) com parafusos giclês</i>	39
<i>Figura 4.4 – Fluxograma simplificado do banco de testes de óleo em água</i>	40
<i>Figura 4.5 – Fluxograma simplificado do banco de testes de água em óleo</i>	41
<i>Figura 4.6 – Malvern Mastersizer 2000</i>	42
<i>Figura 4.7 – Análise de uma amostra A/O no Malvern</i>	43
<i>Figura 4.8 – Comando de edição do Malvern</i>	44
<i>Figura 4.9 – Análise do Malvern após corte de partículas e bolhas.</i>	44

<i>Figura 4.10 – Metler Toledo Lasentec</i>	45
<i>Figura 4.11 – Ajuste do ponto focal da varredura do FBRM</i>	46
<i>Figura 4.12 – Interface do software analisador de partículas Lasentec FBRM</i>	47
<i>Figura 4.13 – Apresentação do equipamento OPUS</i>	48
<i>Figura 4.14 – Definição de Referência e medição normal</i>	50
<i>Figura 4.15 – Interface do OPUS</i>	51
<i>Figura 4.16 – Interface do Teste de Sinal OPUS</i>	52
<i>Figura 4.17 – Resultados em tabela do equipamento OPUS</i>	53
<i>Figura 4.18 – Distribuição do tamanho de gotas e frequência acumulada no OPUS</i>	54
<i>Figura 4.19 – Gráfico de tendência dos parâmetros obtidos no OPUS</i>	54
<i>Figura 5.1 – Faixas de Leituras</i>	78
<i>Figura 5.2 – Edição de resultados do Malvern</i>	79
<i>Figura 5.3 – Modelos de cálculos disponível no Malvern</i>	80
<i>Figura B.1 Tipos de caudas em distribuições simétricas</i>	122

## Lista de Tabelas

<i>Tabela 4-1 – Ensaios realizados com geração de emulsões A/O por agitação</i>	38
<i>Tabela 4-2 – Ensaios realizados com geração de emulsões por escoamento</i>	42
<i>Tabela 5-1 – Teste de Mood para os equipamentos (10fev2009 C30% A/O matutino)</i>	56
<i>Tabela 5-2 – Teste de Mood para os equipamentos (10fev2009 C30% A/O vespertino 2)</i>	58
<i>Tabela 5-3 – Teste de Mood para os equipamentos (11fev2009 C15% A/O vespertino)</i>	59
<i>Tabela 5-4 – Teste de Mood para os equipamentos (12fev2009 C15% A/O matutino)</i>	60
<i>Tabela 5-5 – Teste de Mood para os equipamentos (24abr2009 C30% O/A matutino)</i>	61
<i>Tabela 5-6 – Teste de Mood para os equipamentos (30abr2009 C21% A/O vespertino)</i>	62
<i>Tabela 5-7 – Teste de Mood para frequência do OPUS (05mai2009 C10% A/O matutino)</i>	64
<i>Tabela 5-8 – Teste de Mood para GAP do OPUS (05mai2009 C10% A/O matutino)</i>	64
<i>Tabela 5-9 – Teste de Mood para frequência do OPUS(30abr2009 C21%A/O vespertino)</i>	65
<i>Tabela 5-10 – Teste de Mood para GAP do OPUS (30abr2009 C21% A/O vespertino)</i>	65
<i>Tabela 5-11 – Teste de Mood para Correção de Bolhas(30abr2009C21%A/O vespertino)</i>	66
<i>Tabela 5-12 – Teste de Mood da frequência do OPUS (27mar2009 C35%A/O vespertino)</i>	67
<i>Tabela 5-13 – Teste de Mood do GAP do OPUS (27mar2009 C35% A/O vespertino)</i>	67
<i>Tabela 5-14 – Teste de Mood da Correção de Bolhas (27mar2009 C35% A/O vespertino)</i>	68
<i>Tabela 5-15 – Teste de Mood da frequência do OPUS (23abr2009 C5% O/A vespertino1)</i>	69
<i>Tabela 5-16 – Teste de Mood do GAP do OPUS (23abr2009 C5% O/A vespertino1)</i>	69
<i>Tabela 5-17 Teste de Mood da Correção de Bolhas (23abr2009 C5% O/A vespertino1)</i>	70
<i>Tabela 5-18 – Teste de Mood da frequência do OPUS (23abr2009 C10% O/A matutino)</i>	71
<i>Tabela 5-19 – Teste de Mood da GAP do OPUS (23abr2009 C10% O/A matutino)</i>	71
<i>Tabela 5-20 – Teste de Mood da frequência do OPUS (24abr2009 C35% O/A vespertino)</i>	72
<i>Tabela 5-21 – Teste de Mood da GAP do OPUS (24abr2009 C35% O/A vespertino)</i>	72
<i>Tabela 5-22 – Teste de Mood da Correção de Bolhas (24abr2009 C35% O/A vespertino)</i>	73
<i>Tabela 5-23 – Teste de Mood para Faixa de Leitura (10fev2009 C30% A/O matutino)</i>	75
<i>Tabela 5-24 – Teste de Mood para Temperatura (10fev2009 C30% A/O matutino)</i>	75
<i>Tabela 5-25 – Teste de Mood para Faixa de Leitura (10fev2009 C30% A/O vespertino 1)</i>	76
<i>Tabela 5-26 – Teste de Mood para Temperatura (10fev2009 C30% A/O vespertino 1)</i>	76
<i>Tabela 5-27 – Teste de Mood da Faixa de Leitura (10fev2009 C30% A/O vespertino 2)</i>	77
<i>Tabela 5-28 – Teste de Mood para Temperatura (10fev2009 C30% A/O vespertino 2)</i>	78
<i>Tabela 5-29 – Comparações dos resultados para modelos do Formato da Partícula</i>	81

<i>Tabela 5-30 – Influência da sensibilidade, considerando os ajustes fixos</i>	82
<i>Tabela 5-31 – Influência dos modelos de cálculos, considerando os ajustes fixos</i>	84
<i>Tabela 5-32 – Influência do índice refrativo da fase dispersa, para os ajustes fixos</i>	85
<i>Tabela 5-33 – Influência do índice refrativo da fase dispersa, para os ajustes fixos</i>	86
<i>Tabela A-1 – Resultados do teste realizado em 10/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 30% A/O.</i>	103
<i>Tabela A-2 – Resultados do teste realizado em 10/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 30% A/O.</i>	104
<i>Tabela A-3 – Resultados do teste realizado em 10/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 30% A/O. TURRAX® ligado na primeira rotação (1).</i>	105
<i>Tabela A-4 – Resultados do teste realizado em 11/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 15% A/O.</i>	106
<i>Tabela A-5 – Resultados do teste realizado em 12/02/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 15% A/O. TURRAX® ligado na primeira rotação (1).</i>	107
<i>Tabela A-6 – Resultados do teste realizado em 03/03/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 35% A/O.</i>	108
<i>Tabela A-7 – Resultados do teste realizado em 27/03/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 35% A/O.</i>	110
<i>Tabela A-8 – Resultados do teste realizado em 23/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 10% O/A.</i>	112
<i>Tabela A-9 – Resultados do teste realizado em 23/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 5% O/A.</i>	113
<i>Tabela A-10 – Resultados do teste realizado em 24/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 30% O/A.</i>	114
<i>Tabela A-11 – Resultados do teste realizado em 24/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 35% O/A.</i>	115

<i>Tabela A-12 – Resultados do teste realizado em 30/04/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 42% A/O.</i>	<i>116</i>
<i>Tabela A-13 – Resultados do teste realizado em 30/04/2009 (à tarde), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 21% A/O.</i>	<i>117</i>
<i>Tabela A-14 – Resultados do teste realizado em 30/04/2009 (à tarde), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 10% A/O.</i>	<i>118</i>
<i>Tabela A-15 – Resultados do teste realizado em 05/05/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 10% A/O.</i>	<i>119</i>
<i>Tabela A-16 – Resultados do teste realizado em 05/05/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 40% A/O.</i>	<i>120</i>
<i>Tabela B-1 – Montagem da tabela para teste de Mood</i>	<i>122</i>

## Simbologia

### Letras Latinas

$c$	Velocidade da luz
$C_{PF}$	Concentração de partícula em termos de área de projeção da partícula por unidade de volume do fluido
$d_g$	diâmetro médio de emulsão com gotas grandes
$d_p$	diâmetro médio de emulsão com gotas pequenas
$D_{máx}$	Diâmetro equivalente a uma esfera de mesmo comprimento máximo
$D_{mín}$	Diâmetro equivalente a uma esfera de mesmo comprimento mínimo
$D_{pq}$	Diâmetro equivalente (p e q são parâmetros utilizados dependendo do tipo de diâmetro)
$D_s$	Diâmetro equivalente a uma esfera de mesma área
$D_v$	Diâmetro equivalente a uma esfera de mesmo volume
$D_w$	Diâmetro equivalente a uma esfera de mesmo peso
$E$	Fluxo da luz incidente por unidade de área
$f$	Comprimento focal de uma lente
$f$	Frequência ultrassônica
$g$	Vetor da distribuição de tamanho de partícula
$H_0$	Hipótese Nula
$H_1$	Hipótese Alternativa
$\hat{I}$	Matriz Identidade
$I$	Intensidade ultrassônica recebida

I	Intensidade da Luz espalhada
I(r)	Intensidade da luz ao longo da variação radial da luz
I( $\theta$ )	Padrão de Intensidade
I <sub>0</sub>	Intensidade ultrassônica transmitida
J <sub>1</sub>	Função de Bessel de primeira ordem
K	Matriz de coeficientes de atenuação
$\hat{k}, \hat{K}$	Constantes da equação simplificada de Mie
$\hat{m}$	Índice refrativo complexo
$\hat{n}$	Índice refrativo real
$\hat{n}_1$	Índice refrativo real do primeiro meio
$\hat{n}_2$	Índice refrativo real do segundo meio
$\hat{n}_i$	Índice refrativo imaginário
P	Valor P ( <i>P-value</i> )
$q_2(x)$	Função de distribuição do tamanho de gota baseado em área
r	Varição radial da intensidade da luz/raio específico do anel detector
R	Raio da gota
T	Temperatura
v	Velocidade do som no meio
v <sub>1</sub>	Velocidade da luz no primeiro meio
v <sub>2</sub>	Velocidade da luz no segundo meio
x	Diâmetro da partícula

## Letras Gregas

$\alpha_{\text{tot}}$	Atenuação Total do Ultrassom
$\alpha_{\text{viscoso}}$	Parcela da atenuação do Ultrassom causado por perdas viscosas
$\alpha_{\text{térmico}}$	Parcela da atenuação do Ultrassom causado por perdas térmicas
$\alpha_{\text{espalhamento}}$	Parcela da atenuação do Ultrassom causado por espalhamento
$\alpha_{\text{intrínseco}}$	Parcela da atenuação do Ultrassom causado por mecanismo intrínseco
$\alpha_{\text{estrutural}}$	Parcela da atenuação do Ultrassom causado por mecanismo estrutural
$\alpha_{\text{estatístico}}$	Nível de Significância
$\eta_1$	Viscosidade da fase contínua
$\eta_2$	Viscosidade da fase dispersa
$\eta_R$	Viscosidade relativa
$\gamma_{12}$	Tensão interfacial
$\tau$	Taxa de cisalhamento
$\theta$	Ângulo de espalhamento medido na direção da luz incidente
$\lambda$	Comprimento de onda
$\Theta_1$	Ângulo de Incidência
$\Theta_2$	Ângulo de Refração
$\phi$	Fração volumétrica da fase dispersa
$\rho$	Densidade

## Abreviaturas e Siglas

A/O	Emulsão Água em Óleo
BCP	Bombeamento de Cavidades Progressivas
BCS	Bombeamento Centrífugo Submerso
BM	Bombeamento Mecânico
D(v;0,1)	Diâmetro equivalente ao percentil 10% de uma distribuição em volume
D(v;0,5)	Diâmetro equivalente ao percentil 50% de uma distribuição em volume
D(v;0,9)	Diâmetro equivalente ao percentil 90% de uma distribuição em volume
DOE	Design of Experiments
DTC	Distribuição de Tamanho de Cordas
DTG	Distribuição de Tamanho de Gotas
DTP	Distribuição de Tamanho de Partículas
ECAH	Teoria ultrassônica, (Epstein, Carhart, Allegra e Hawley).
Freq	Frequência
FBRM	Focused Beam Reflectance Method
GL	Grau de Liberdade
GLC	<i>Gas Lift</i> Contínuo
GLI	<i>Gas Lift</i> Intermitente
HLB	Balanco hidrofílico-lipofílico
IRI	<i>Imaginary Refractive Index</i>
ISO	<i>International Standardization Organization</i>
O/A	Emulsão óleo em água
RI	<i>Refractive Index</i>
Vaz	Vazão mássica
We	Número de Weber crítico

# Capítulo 1

## INTRODUÇÃO

### 1.1 APRESENTAÇÃO

A produção do petróleo está acompanhada de água e gás ao longo da vida produtiva do campo petrolífero, além das impurezas contidas nos reservatórios. Quando o campo de produção é “recente”, geralmente a quantidade de água é mínima quando comparada ao petróleo. A partir do momento em que a produção do petróleo de um campo produtor começa entrar em declínio, a quantidade de água extraída junto com o petróleo aumenta. Por esta razão, o campo produtor passa a ser chamado de campo maduro. A quantidade de água produzida associada aos hidrocarbonetos varia em função de diversos fatores como:

- Características dos reservatórios;
- Idade dos poços produtores;
- Métodos de recuperação utilizados (injeção de água ou vapor).

Além da água não possuir valor comercial, a presença desta no petróleo provoca uma série de problemas nas etapas de produção, transporte e refino. Na produção e transporte, os

maiores inconvenientes estão ligados a: superdimensionamento de instalações de coleta, armazenamento e transferência (bombas, linhas, tanques, *etc.*); maior consumo de energia e segurança operacional (corrosão/incrustação). Na etapa de extração, o petróleo e a água migram das rochas do reservatório até a superfície, misturando-se e formando emulsões em forma de gotículas ao longo do percurso. Estas emulsões apresentam variação na estabilidade em função do regime de fluxo e da presença de agentes emulsificantes que dificultam a coalescência das gotículas de água.

Uma parte da água que vem associada ao petróleo é facilmente separada por uma decantação simples (água livre) nos separadores. O restante da água está emulsionada no petróleo e é separada através de processos físicos e químicos, nas instalações e equipamentos destinados a este fim. A água separada não pode ser descartada sem um tratamento de separação prévio para remoção do óleo emulsionado. A legislação brasileira, através do artigo 5º da Resolução CONAMA Nº 393 (em vigor desde agosto de 2007), permite descarte de águas oleosas com concentração de 29 ppm para uma média mensal. O valor máximo diário permitido de descarte dessas substâncias pode chegar a 42 ppm, desde que a média mensal seja cumprida. Apesar de não existir norma reguladora para re-injeção, é adotado uma contaminação por óleo de até 10 ppm.

A emulsão faz parte da rotina da indústria do petróleo, onde está presente desde a perfuração do poço (fluido de perfuração) até a distribuição de seus derivados. As gotículas formadas da emulsão variam em tamanho, gerando uma distribuição de tamanhos de gotas. O tamanho de gota interfere diretamente nas propriedades da emulsão, alterando a viscosidade assim como a sua estabilidade. A caracterização da distribuição do tamanho de gota participa dos diversos campos na linha produtiva como forma de monitoramento de equipamentos de separação água-óleo. Portanto, a caracterização do tamanho de gota é fundamental para levantamentos de propriedades da emulsão, controle da produção, correta especificação e dimensionamento de equipamentos, redução de custos com transporte e tratamentos.

Para caracterização do tamanho de gota e sua distribuição, podem ser utilizados equipamentos analisadores de tamanho de gota. Existem diversos equipamentos com variados princípios físicos de medição. Assim, os resultados obtidos contêm diferenças, mesmo aquelas obtidas a partir do mesmo princípio físico. No momento, segundo Papini (2003), um dos princípios físicos mais utilizados para análise de tamanho de gotas e de partículas é o

princípio da difração do *laser*. Outros princípios físicos são abordados no trabalho: o retroespalhamento do *laser* e espectroscopia acústica. O primeiro trabalha com o *laser* emitido que atravessa lentes colimadoras e logo após, uma lente rotativa. Esta direciona o *laser* num plano focal, fazendo com que o *laser* percorra uma trajetória circular e com uma velocidade constante. Ao encontrar uma partícula, o *laser* é refletido de volta para o equipamento, percorrendo o mesmo caminho de forma inversa até encontrar um fotodetector. A duração de cada pulso do *laser* refletido é associada ao tamanho de partícula. O segundo princípio é uma técnica de medição emergente que trabalha com a atenuação e velocidade ultrassônica. As teorias envolvendo ultrassom ainda se encontram em fase de desenvolvimento e aperfeiçoamento para aplicação proposta.

Assim, neste trabalho, procurou-se caracterizar as emulsões geradas em laboratório utilizando três equipamentos comerciais disponíveis baseados nos princípios físicos apresentados anteriormente. São poucos os trabalhos que possuem essa proposição. Vale ressaltar que os resultados obtidos aqui são apresentados em caráter preliminar e somente válidos para o petróleo que será chamado óleo tipo 1 e água fornecida pela Copasa de Itajubá, associados às condições ambientais do outono (período em que os testes foram realizados). Os sistemas de medição estudados são representados pelos equipamentos Malvern Mastersizer 2000; Metler Toledo Lasentec FBRM e Sympatec OPUS.

## **1.2 OBJETIVO PRINCIPAL**

Pretende compreender os mecanismos e princípios das principais técnicas de medição de tamanho de gota como difração do *laser*, retroespalhamento do *laser* e espectroscopia ultrassônica. Desta forma, serão utilizadas ferramentas estatísticas para coleta de informações adicionais que resulte em conclusões válidas e objetivas. Os sistemas de medição estudados são representados pelos equipamentos Malvern Mastersizer 2000; Metler Toledo Lasentec FBRM e Sympatec OPUS.

## 1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

- Este trabalho está dividido em sete capítulos. Este trabalho está dividido em seis capítulos. O primeiro capítulo é destinado à introdução, fornecendo as primeiras impressões da pesquisa, os objetivos, a relevância e a estrutura da dissertação. O capítulo dois apresenta uma revisão bibliográfica sobre emulsões e sua ocorrência na indústria do petróleo, incluindo abordagem de conceitos, classificações, exemplos de tipos e usos e enaltecendo a importância da distribuição do tamanho de gota e sua caracterização. No capítulo três são introduzidos os princípios básicos da análise de tamanho de partícula. Também é apresentada uma revisão bibliográfica sobre principais técnicas de medição de tamanho de gotas. O capítulo quatro aborda a descrição do trabalho experimental, dos equipamentos de medição utilizados, softwares e metodologia dos experimentos. O capítulo cinco aborda as análises dos resultados experimentais obtidos com a pesquisa e o capítulo seis aborda as conclusões e recomendações para futuros trabalhos. No Apêndice A estão localizados todos os resultados experimentais. No Apêndice B traz uma abordagem sobre o Teste da Mediana de Mood. No Anexo A, estão as propriedades do óleo utilizado e no Anexo B, as propriedades do óleo mineral EMCA.

## Capítulo 2

# PETRÓLEO E EMULSÕES

O petróleo é definido por Skrifvars *et al.* (1999) como uma mistura complexa de inúmeras substâncias químicas que se agrupam em diversas frações que podem ser separadas devido a suas faixas de ebulição distintas. A proporção e o comportamento destes componentes, entretanto, diferem significativamente a depender da geoquímica (natureza do solo, condições de formação e matéria-prima original) do óleo. A distinção entre as características do petróleo e de suas frações é de importância fundamental para se classificar os diversos tipos de óleo. Conforme detalhado por Melo (2007), o petróleo ou o óleo cru é uma mistura de elementos alifáticos, aromáticos e também de substâncias compostas como os nitrogenados, oxigenados ou sulfurados como as resinas e os asfaltenos. O petróleo pode conter traços de elementos metálicos, como porfirinas de vanádio, níquel, ferro e cobre.

Os óleos crus são classificados quimicamente de acordo com as estruturas das moléculas na mistura. Os métodos de classificação utilizam denominação parafínica, naftênica, aromática e asfaltênica. Os óleos obtidos de diferentes plataformas e reservas de petróleo têm suas próprias características físico-químicas. Alguns são negros, pesados e grossos, como piche, outros são marrons, com baixa viscosidade e menor densidade (McCain, 1990).

## 2.1 TEORIA DAS EMULSÕES

Uma emulsão é definida como uma mistura de dois líquidos imiscíveis ou parcialmente miscíveis onde uma das fases encontra-se dispersa na outra sob a forma de gotas de tamanho microscópico ou coloidal (Salager, 1999; Rosa, 2003).

O tamanho destas gotas pode variar de 0,5 µm até centenas de microns (Langevin *et al.*, 2004). Uma emulsão estável é aquela que mantém suas gotas dispersas na fase contínua por um tempo considerável, sem que haja separação de fases. As emulsões estáveis são definidas por Lee (1999) como aquelas nas quais a água permanece dispersa por cinco dias ou mais. Três fatores básicos são necessários para formação de uma emulsão (Bradley, 1999; Silva, 2004; Cunha, 2007; Melo, 2007):

- Os líquidos devem ser imiscíveis ou parcialmente miscíveis;
- Adição de energia (na forma de agitação ou de turbulência) deve ocorrer para dispersar um líquido no outro líquido;
- Um agente emulsificante<sup>1</sup> deve estar presente.

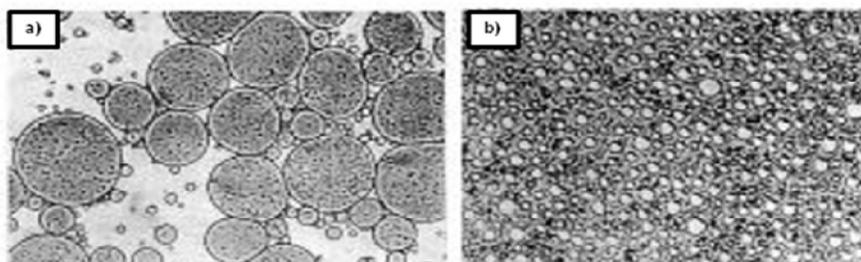
A presença de agente emulsificante para alguns autores como Langevin *et al.* (2004), é de forma geral, não obrigatória para a emulsificação. No caso de emulsões de água em petróleo, os emulsificantes naturais já existem na composição das partículas. Há algumas emulsões estabilizadas por partículas sólidas finas, que são conhecidas como “emulsões *pickering*” (Aveyard *et al.*, 2003; Cunha, 2007). Isto ocorre através do mecanismo de adsorção destes na interface das gotas de água. Essas partículas formam uma barreira fina entre as gotículas vizinhas dificultando a sua coalescência (Luna, 2005).

---

<sup>1</sup> **Agente emulsificante** (ou surfactante ou tensoativo) é um composto caracterizado pela capacidade de alterar as propriedades superficiais e interfaciais de um líquido. A estrutura química espacial é caracterizada com uma extremidade polar (solúvel em água) da molécula e uma parte apolar (não solúvel em água) da molécula.

## 2.2 EMULSÕES ÓLEO/ÁGUA

Em uma emulsão, o líquido que se mantém na forma de gotículas dispersas é a fase descontínua (também chamada fase dispersa ou interna). O líquido que está ao redor das gotas é a fase contínua ou externa. Uma emulsão formada por óleo e por água deverá ter ou óleo ou água como fase dispersa, dependendo das características do agente emulsificante, de acordo com a Regra de Bancroft. Em muitos casos, entretanto, a água é dispersa como gotas no óleo, como na Figura 2.1.



**Figura 2.1 – Tipos de emulsões: a) óleo em água (O/A); b) água em óleo (A/O)**  
Fonte: Oliveira e Carvalho (1998)

De acordo com Bastidas (2007), através da regra de Bancroft, há uma sugestão que a fase externa será preferencialmente aquela onde o surfactante é mais solúvel. Esta regra está sujeita a algumas limitações como, por exemplo, a proporção entre as fases imiscíveis, já que se refere a uma tendência, mas representa a importância do surfactante na estabilidade da emulsão.

Certos fatores influenciam nas características da emulsão:

- **Propriedades do óleo e da água:** a diferença de densidades entre a fase aquosa e oleosa afeta a taxa de separação, conseqüentemente a estabilidade. A viscosidade influencia fortemente a energia requerida para formar as gotas e a velocidade de difusão das gotas na fase externa (Bastidas, 2007). Assim a coalescência entre as gotas é afetada, modificando o seu tamanho final. Não somente as propriedades físicas influenciam as características das emulsões, mas substâncias tensoativas naturalmente presentes no petróleo como asfaltenos e resinas contribuem para a sua estabilidade bem como os sólidos finos que migram para a superfície, criando uma barreira.

- **Tempo de agitação:** O tamanho final das gotas é influenciado pelo tempo de agitação juntamente com a intensidade. Os tamanhos das gotas diminuem com o tempo de agitação, até alcançarem um valor de diâmetro de gotas assintótico (Salager, 1993).
- **Intensidade de agitação:** No caso de agitadores, o aumento de velocidade de agitação causa a diminuição do tamanho de gotas (Salager, 1993). No caso de escoamento de sistemas bifásicos em tubulações, válvulas e acessórios, cisalhamentos mais intensos são impostos devido às perdas de carga, principalmente em válvulas *chokes* (geometria interna das válvulas) e também devido às bombas (movimento relativo entre o rotor e o estator).
- **Fração relativa de fase aquosa e oleosa:** também chamada WOR (*water-oil-ratio*) ou razão de água-óleo. Causa grande influência no tipo de emulsão a ser formada, em conjunto com o tipo de surfactante, pH e temperatura (Bastidas, 2007).
- **Tipos e quantidade de emulsificantes:** podem ser aniônicos, catiônicos, não-iônicos e anfóteros. Entre os vários fatores, a adsorção de surfactantes na interface das gotas determina o seu tamanho, devido à relação com a redução da tensão interfacial. Com uma quantidade maior de surfactante absorvido, a estabilidade da emulsão é aumentada, reduzindo a coalescência (Langenvin, 2004).

Conforme Iida (2007) existe uma dificuldade na predição do comportamento das emulsões, tornando a tarefa difícil para projetistas e engenheiros devido à existência de vários tipos de petróleo, a tendência de formar emulsões varia. Isto se deve a existência de alguns compostos que formam filmes na interface óleo-água. Muitos destes estão presentes no petróleo, tais como asfaltenos (componentes polares de alto peso molecular), resinas, ácidos graxos (ácidos naftênicos) porfirinas metálicas, cristais e ceras de parafinas, *etc.* De acordo com Langenvin (2004), esses compostos sozinhos (com exceção dos asfaltenos) não produzem emulsões estáveis na maioria das vezes. Quando estes associados com asfaltenos acabam afetando a estabilidade da emulsão. As resinas solubilizam os asfaltenos no óleo, e removem estes da interface, reduzindo assim a estabilidade da emulsão. Os ácidos naftênicos e outros ácidos graxos possuem uma participação significativa na estabilidade da emulsão perante o pH da água.

## 2.3 EMULSÕES NA INDÚSTRIA DO PETRÓLEO

As emulsões de petróleo e água podem ser encontradas em diversos estágios, durante a perfuração, produção, transporte e processamento do petróleo e em várias localizações como reservatórios de hidrocarbonetos, poços de produção, instalações de superfícies, sistema de transporte e refinarias (Langevin *et al.*, 2004; Schramm, 2005). O Quadro 2-1 mostra a possibilidade da existência de emulsões em algumas etapas na indústria do petróleo.

**Quadro 2-1 – Algumas emulsões na indústria do petróleo**

<b>Indesejável</b>	Emulsões produzidas (poços)	A/O
	Emulsões óleo-combustível	A/O
	Emulsões do processo de flotação do óleo	A/O; O/A
	Emulsões de óleo derramado	A/O
	Emulsões de fundo de tanque	O/A
<b>Desejável</b>	Emulsões de óleos pesados	O/A
	Emulsões de estimulações <sup>2</sup> de poços	O/A; A/O
	Emulsões do processo de flotação de óleo e óleo-areia	O/A
	Emulsões de fluidos de perfuração: Lodo de emulsão-óleo	O/A
	Lodo de base óleo	A/O
	Emulsão asfáltica	O/A
	Emulsões <i>in situ</i> de recuperação avançada de óleo	O/A
	Emulsão de combustível (70 % óleo pesado)	O/A
	Transporte de emulsão de combustível (70 % óleo pesado)	O/A
	Lamas de tratamento por estimulação ácida	O/A; A/O

Fonte: Schramm (2005).

<sup>2</sup> **Estimulação de poços** – Operações realizadas em poços, de forma aumentar a sua permeabilidade, facilitando o escoamento do fluido da rocha para o poço. São classificados em três categorias: acidificação da matriz; fraturamento hidráulico e fraturamento ácido.

Segundo Kunert *et al.* (2006), essas emulsões podem ser geradas através de equipamentos tais como: tubulações, vasos de carga pressurizados e separadores bi e trifásicos, bombas centrífugas, medidores de vazão e válvulas *choke*. Estes são tipicamente encontrados nas instalações de produção de petróleo. Apesar dos autores afirmarem que pouco se conhece sobre o seu efeito cisalhante individual em condições operacionais, muito se avançou em pesquisas neste assunto. Alguns fabricantes destes equipamentos já fornecem em seus catálogos informações sobre intensidade de cisalhamento que os mesmos podem impor.

Muitas dessas emulsões formadas são de difíceis tratamentos, pois segundo Lucas e Oliveira (2008), são resultadas de combinações das condições operacionais (válvulas, bombas, poços, *etc.*) conjuntamente com os parâmetros físico-químicos (distribuição de tamanho de gotas (DTG), composição química das fases, viscosidade, *etc.*).

## **2.4 EMULSÕES GERADAS EM ROCHAS**

### **2.4.1 Recuperação primária e secundária do óleo**

A recuperação primária do óleo é definida como a obtenção do óleo com a sua própria pressão no interior dos reservatórios. Quando se usa o termo recuperação secundária e terciária do óleo, se refere à aplicação de pressão nos reservatórios através de água e produtos químicos para forçar o óleo escoar através de poros permeáveis das formações rochosas até este encontrar um poço de produção.

Embora se acredite que possam existir emulsões nos reservatórios, a formação de emulsões é esperada principalmente na face da boca do poço. Quando a produção se dá via injeção de água, as emulsões irão se formar no próprio reservatório, já que as chances de cisalhamento dos fluidos aumentam com a presença dos poros da rocha. Schramm (2005) explica que a energia necessária para emulsificação, em parte é devida ao aumento da superfície que é criado na formação de minúsculas gotas e outra parte por causa da deformação de grandes gotas antes da divisão em gotas pequenas. O tipo de emulsão depende

de vários fatores, incluindo a fração volumétrica de ambas as fases, tipo e concentração de emulsificantes, *etc.* (Kokal, 2002). A formação de emulsão também é influenciada pelo número de Weber crítico,  $We$ , fornecido pela Equação (2.1):

$$We = (\eta_1 \tau \cdot R) / \gamma_{12} \quad (2.1)$$

Onde  $\eta_1$  é a viscosidade da fase contínua,  $\tau$  é a taxa de cisalhamento,  $R$  é o raio da gota, e  $\gamma_{12}$  é a tensão interfacial.

A Figura 2.2 mostra que para dada razão de viscosidade  $\eta_2 / \eta_1$  entre as fases dispersa ( $\eta_2$ ) e contínua ( $\eta_1$ ), a redução da tensão interfacial causa o aumento o número de Weber, diminuindo a energia necessária para causar quebra de gota. A Figura 2.2 também mostra que para um dado sistema de escoamento em um reservatório de óleo pesado, a razão de viscosidade pode ser menor, e uma emulsão com maior facilidade de formação, se esta é uma emulsão A/O ao invés de O/A.



**Figura 2.2 – Quebra de gotas em função do número de Weber crítico**  
 Fonte: Schramm (2005).

Segundo Lucas e Oliveira (2008), a geração de emulsões do tipo água-em-óleo (A/O) é muito comum nos processos de produção do petróleo. A principal ocorrência se dá em campos de produção maduros, devido à injeção de água para recuperação secundária. A formação de emulsões estáveis associadas ao aumento da viscosidade pode afetar a capacidade dos sistemas produtivos.

## 2.4.2 Recuperação avançada do óleo

A recuperação avançada de petróleo (*enhanced oil recovery*), de acordo com Pires (2003), é caracterizada pela injeção de substâncias naturalmente não presentes no reservatório. Geralmente existem três categorias: químicos, solventes ou térmicos. Entre os químicos, pode ser citada a injeção de polímeros, surfactantes e de produtos alcalinos. A injeção de solventes engloba os casos de hidrocarboneto miscível, CO<sub>2</sub> miscível ou imiscível, nitrogênio e gás de combustão (miscível ou imiscível). Os métodos térmicos incluem a injeção de vapor, água quente e combustão *in situ*. Segundo Salager (2005), há tendência de formar emulsões neste tipo de recuperação, devido à redução drástica da tensão interfacial causada pelos surfactantes e ao escoamento do óleo pelos poros da rocha, onde os líquidos estão submetidos a forças cisalhantes.

## 2.5 BOMBEAMENTO DE POÇOS

O bombeamento de poços é obtido por equipamentos de elevação artificial. De acordo com Barbosa (2008), o bombeamento de poços possui propósito de garantir a manutenção de escoamento de óleo da formação (reservatório) para o poço, e deste até superfície, superando as perdas de carga ao longo da coluna ou tubos de produção. Os diversos métodos de elevação utilizados na indústria do petróleo são entre outros: *gas-lift* contínuo e intermitente (GLC e GLI); bombeio por cavidade progressiva (BCP); bombeio mecânico (BM); bombeio centrífugo submerso (BCS); *plunger lift* (PL).

Cada tipo tem uma parcela maior ou menor de contribuição em termos de emulsificação. A turbulência gerada pelo movimento relativo entre rotor e estator ou também acessórios perturbadores de escoamento, causa cisalhamento intenso nos fluidos e, conseqüentemente, a emulsificação.

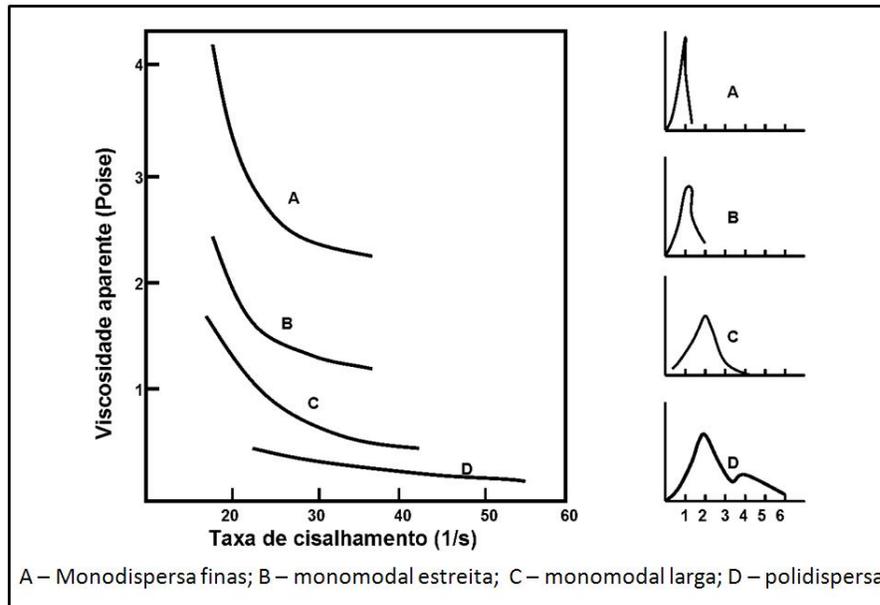
## 2.6 IMPORTÂNCIA DA CARACTERIZAÇÃO DO TAMANHO DE GOTAS

O conhecimento do tamanho de gota em uma emulsão e sua distribuição estatística corrobora para a caracterização e levantamento de propriedades macroscópicas citadas por Chanamay *et al.* (1998), como cor, opacidade, reologia e a estabilidade da emulsão. Vale lembrar que não basta só conhecer a distribuição de tamanho de gotas (DTG), mas também as propriedades físico-químicas. Estas são predominantes sobre as características da emulsão.

A caracterização da DTG, geralmente tem importância para formas de monitoramento e controle em processos de produção dentro da etapa produtiva. Assim, na produção do petróleo, o incremento da viscosidade é um fator crítico para a manutenção do escoamento, devido à forte influência da DTG. A viscosidade também interfere no interior dos dutos, gerando custos operacionais adicionais relacionados com a energia.

A DTG é afetada por tensão interfacial, turbulência, temperatura, cisalhamento imposto no sistema (bombeamento, queda de pressão, *etc.*) e outros fatores. As gotas raramente são uniformes. Geralmente a DTG é polidispersa nas emulsões de petróleo, ou seja, há uma grande dispersão de tamanhos de gotas.

Montalvo (2008) destaca as pesquisas iniciais realizadas por Littleton e Traxler (1940), mostrando que as emulsões com DTG mais homogênea possuem viscosidades maiores do que as emulsões de mesmas concentrações com DTG heterogêneas. Montalvo também cita a pesquisa de Richardson (1950), onde este verificou diversas emulsões com DTGs diferentes, relacionando a viscosidade com as taxas de cisalhamento. As quatro emulsões são mostradas na Figura 2.3, cujas curvas levantadas por Richardson indicam que o incremento da polidispersidade diminui a relação viscosidade-taxa de cisalhamento. É notado que a distribuição monodispersa induz a uma viscosidade maior, concordando com os resultados de Littleton e Traxler.

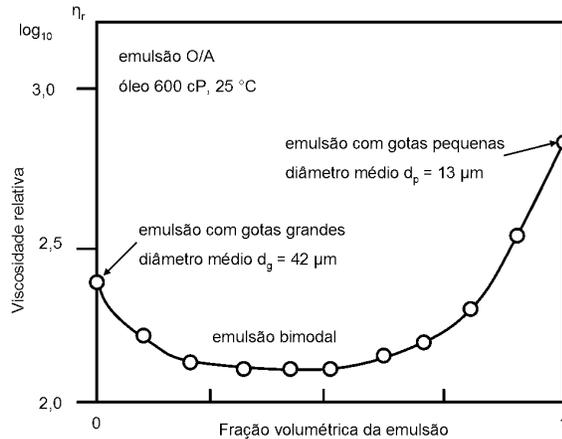


**Figura 2.3 – DTG correspondentes às emulsões mostradas**

Fonte: Montalvo (2008).

A mesma conclusão foi obtida por Salager (1999), conferindo que gotas menores implicam em viscosidades maiores e que distribuições mais polidispersas resultam em emulsões menos viscosas. A polidispersidade se refere, não somente à amplitude da distribuição, mas também a sua forma. Quando se mesclam as emulsões de mesmo conteúdo de fase interna, mas de tamanhos muito diferentes, a distribuição resultante apresenta dois picos; isto se denomina uma emulsão bimodal. Se estes dois picos são suficientemente separados pode-se obter uma redução considerável da viscosidade, devido às gotas pequenas preencherem o espaço deixado pelas gotas grandes, ocorrendo conseqüentemente a transferência de massa das gotas menores para as maiores (fenômeno de *Ostwald Ripening*). A explicação para esta redução da viscosidade pode ser visto no trabalho de Ramírez *et al.* (2002).

Para avaliar a influência do tamanho de gota sobre a viscosidade em uma emulsão, Salager (1999) pesquisou emulsões com o mesmo conteúdo de fase interna, mas distintas quanto ao tamanho de gotas. Assim, as emulsões de gotas pequenas tinham viscosidade maior e vice-versa. Ao mesclar essas emulsões em diferentes proporções, foram obtidas menores viscosidades em relação às emulsões originais, devido à polidispersidade da DTG (Figura 2.4).



**Figura 2.4 – Viscosidade aparente obtida ao mesclar as emulsões de diâmetros médios diferentes ( $d_p$  e  $d_g$ )**  
 Fonte: Salager (1999).

A separação de emulsões é extremamente sensível ao tamanho de gotas, pois várias classes de equipamentos possuem limitações quanto ao tamanho para tratamento. De acordo com Stewart e Arnold (2009), os equipamentos que operam segundo o método gravitacional, conseguem tratar gotas com tamanho mínimo de 100 micrometros. O método por placas coalescedoras consegue tratar emulsões com gotas de tamanho a partir de 30 micrometros. Os hidrociclones, emulsões com tamanhos a partir de 15 micrometros e os equipamentos que trabalham com flotação e centrífugas removem gotas de no mínimo 10 micrometros. Abaixo destes valores, é necessário o uso de processos avançados de separação.

De acordo com Bastidas (2007), a separação de gotas muito pequenas só é possível com a adição de grandes quantidades de aditivos às altas temperaturas e com longos tempos de residência, com provável uso de campos eletrostáticos, acarretando aumento de custos operacionais e superação de desafios tecnológicos. Os custos com agentes desmulsificantes podem encarecer entre 5 a 10 vezes, quando o tamanho de gotas é pequeno. Além disso, gotas muito pequenas requerem longos tempos de residência nos equipamentos de separação, podendo impossibilitar a produção de vários poços simultaneamente por causa da acumulação de grandes volumes de água. Isto, além da redução da rentabilidade, traz impactos negativos ao longo tempo na gestão do reservatório.

## Capítulo 3

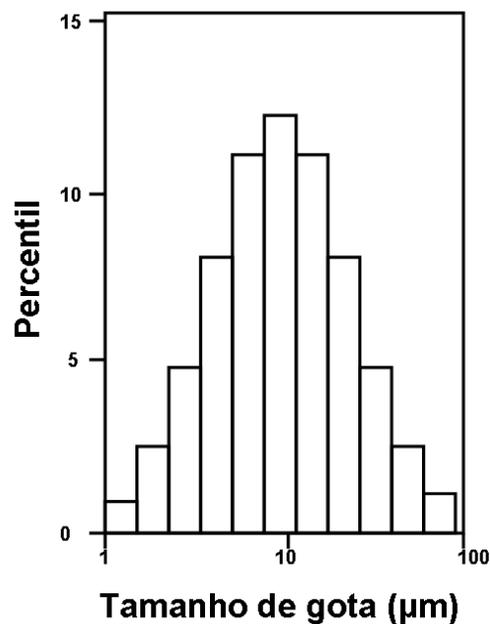
# FUNDAMENTOS DE CARACTERIZAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE GOTA

### 3.1 INTRODUÇÃO

De acordo com Jilavenkatesa *et al.* (2001), a análise da emulsão necessita de dois parâmetros importantes: diâmetro de gota da fase dispersa e sua concentração. Estes dois parâmetros possuem relação com a viscosidade, estabilidade e coalescência. O conhecimento do tamanho de gota e a distribuição do tamanho podem ser determinados utilizando-se vários equipamentos comerciais disponíveis. É importante compreender que diferentes equipamentos podem basear-se em princípios físicos diferentes de medição de tamanho de gotas acarretando em possíveis diferenças nos resultados dos tamanhos. Entretanto, mesmo quando se utilizam equipamentos com mesmos princípios físicos, os algoritmos e componentes internos variam conforme cada fabricante, trazendo discrepâncias no tamanho medido. Por isso, a comparação entre os resultados de tamanho e distribuição de tamanhos de diferentes equipamentos deve ser conduzida com extrema cautela.

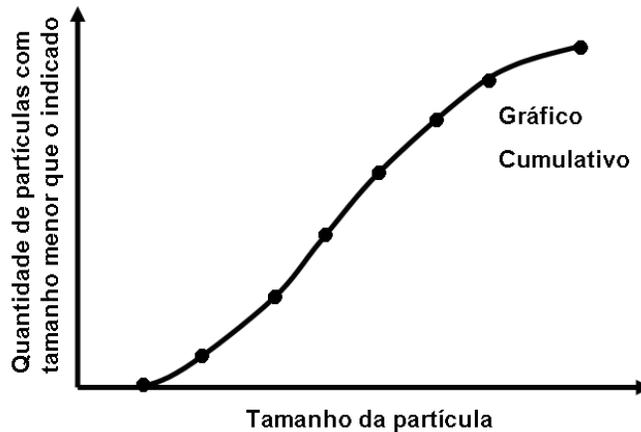
### 3.1.1 Princípios

Para representar o tamanho de gota e a sua DTG, os dados medidos e coletados nos equipamentos de medição e a caracterização são tratados estatisticamente e representados graficamente. Um histograma típico para a distribuição do tamanho de gota é apresentado na Figura 3.1. O histograma divide os resultados encontrados em faixas discretas de tamanhos ao longo do eixo horizontal. O número e tamanho de faixas são determinados pelo equipamento a ser utilizado. A altura das barras verticais corresponde ao percentil volumétrico das gotas em cada faixa. A curva de distribuição de partículas é construída pela conexão dos topos das barras com o ponto mediano de cada faixa de tamanho.



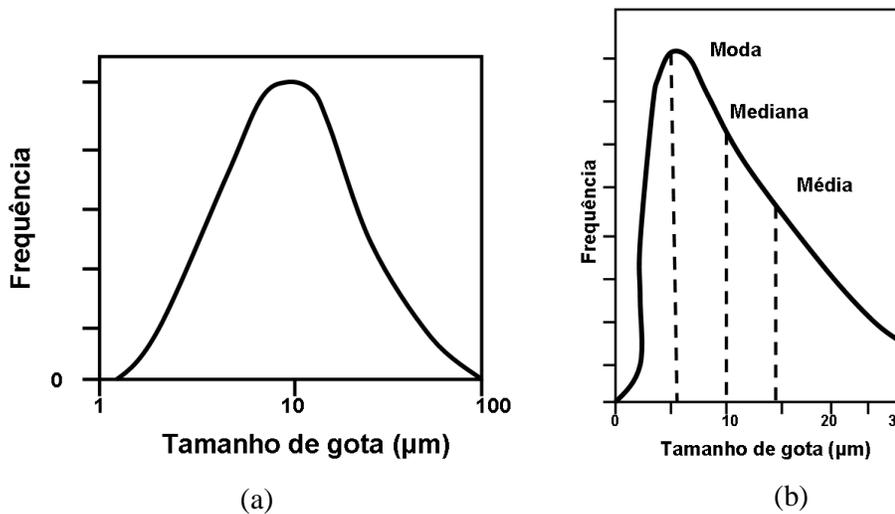
**Figura 3.1 – Histograma da distribuição do tamanho de gota**

A distribuição de tamanho de gota baseada em volume é apresentada na Figura 3.2. O percentil em volume das partículas é igual ou menor que cada tamanho específico que é plotado. A escala do eixo vertical varia de 0 a 100% e os valores são plotados cumulativamente. As curvas de distribuição de percentil em volume são geralmente úteis para projetos de equipamentos *deooling* (Stewart; Arnold, 2009).



**Figura 3.2 – Curva cumulativa do tamanho de gota**

A DTG é chamada normal quando pode ser descrita com uma forma simétrica de sino chamada curva Gaussiana (Figura 3.3a). Quando a DTG é assimétrica (Figura 3.3b), uma curva de frequências de partículas versus o tamanho de gota em escala logarítmica pode representar uma curva de distribuição Gaussiana. A DTG é então chamada log-normal.

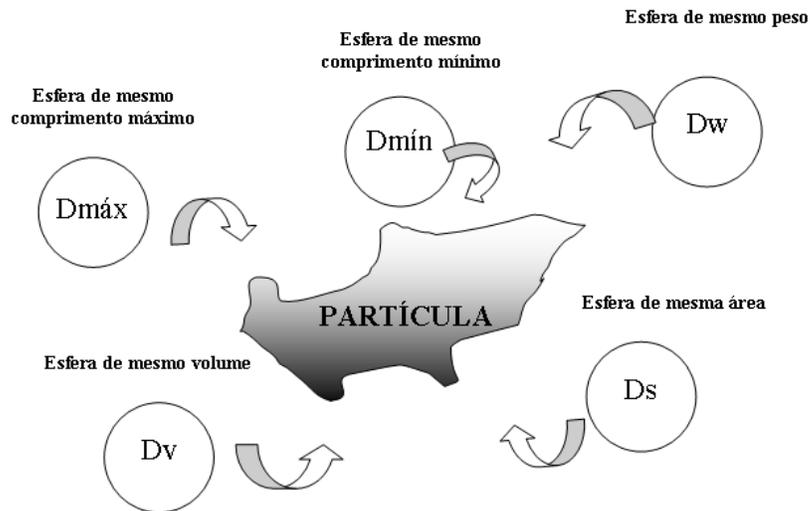


**Figura 3.3 – (a) DTG uniforme (b) DTG inclinada**

Um método usado para validação da DTG deve ser calibrado e sua resolução estabelecida com as normas. Uma faixa completa de dispersões orgânicas e inorgânicas bem definidas foi desenvolvida para estudos quantitativos das dispersões e calibração dos métodos de medição de tamanho de partícula (Kissa, 1999).

### 3.1.2 Diâmetro Equivalente

Um fator de grande importância considerado por Papini (2003) para determinação da distribuição do tamanho de partícula (DTP) é a dimensão da partícula que está sendo medida. Uma esfera pode ter o seu tamanho definido por um único valor: o diâmetro. Porém partículas com formatos irregulares necessitam de mais de uma medida para a quantificação do seu tamanho. Para expressar este valor em um único número, normalmente adota-se o valor de uma esfera equivalente. Dependendo do que é medido (número, área de superfície, volume, massa, *etc.*), o diâmetro desta esfera apresenta valores diferentes. A Figura 3.4 ilustra alguns dos diferentes diâmetros médios equivalentes que podem ser gerados a partir de um grão de areia com forma irregular:



**Figura 3.4 – Diâmetros característicos equivalentes da partícula**

Fonte: Paiva (2004).

A definição mais utilizada para o diâmetro equivalente é dada pela Equação (3.1):

$$D_{pq} = \left( \frac{\sum_{i=1}^m n_i D_i^p}{\sum_{i=1}^m n_i D_i^q} \right) \quad (3.1)$$

onde  $P$  e  $q$  são parâmetros utilizados dependendo do tipo de diâmetro equivalente necessário como mostrado no Quadro 3-1:

**Quadro 3-1 – Diâmetros Equivalentes**

<b>P</b>	<b>q</b>	<b>Símbolo</b>	<b>Nome</b>	<b>Definição</b>	<b>Aplicação</b>
1	0	$D_{10}$	Aritmético	$\frac{\sum n_i D_i}{\sum n_i}$	Comparação
2	0	$D_{20}$	Superfície	$\left(\frac{\sum n_i D_i^2}{\sum n_i}\right)^{1/2}$	Controle de área de superfície
3	0	$D_{30}$	Volume	$\left(\frac{\sum n_i D_i^3}{\sum n_i}\right)^{1/3}$	Controle de volume (Hidrologia)
2	1	$D_{21}$	Superfície relativa	$\frac{\sum n_i D_i^2}{\sum n_i D_i}$	Absorção
3	1	$D_{31}$	Volume relativo, Probert	$\left(\frac{\sum n_i D_i^3}{\sum n_i D_i}\right)^{1/2}$	Evaporação Difusão molecular
3	2	$D_{32}$	Volume-superfície (Média Sauter)	$\frac{\sum n_i D_i^3}{\sum n_i D_i^2}$	Transferência de massa Reação
4	3	$D_{43}$	Massa, de Brouckere ou Herdan	$\frac{\sum n_i D_i^4}{\sum n_i D_i^3}$	Combustão Equilíbrio

Fonte: Morales (2009).

Os percentis  $D(v; 0,1)$ ;  $D(v; 0,5)$  e  $D(v; 0,9)$  são utilizados também como medidas estatísticas de tamanho de partículas. Neste trabalho, a medida utilizada na etapa experimental será  $D(v; 0,5)$ .

O percentil  $D(v; 0,5)$  é a mediana da distribuição de tamanho de gota de uma emulsão, ou seja, é o tamanho de gota que separa a população de estudo em duas partes iguais, tal que 50% das gotas são menores que o valor de  $D(v; 0,5)$ , ponderados por volume ou por massa.

A distribuição de tamanho de gota (DTG) é bem ajustada por uma distribuição de probabilidade Log-normal (Salager, 1993). Segundo Paiva (2004), quando uma distribuição é assimétrica, as medidas de posição (Média, Moda e Mediana) não coincidem em valor. Como a média é uma medida muito influenciada por valores extremos é preferível utilizar-se a Mediana no caso de distribuições assimétricas. Esta é razão pela qual  $D(v; 0,5)$  será utilizado como medida de tamanho de gota.

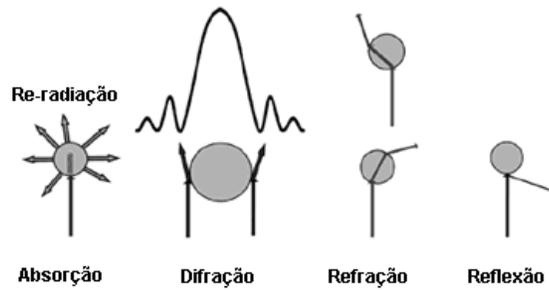
## 3.2 CARACTERIZAÇÃO DA DTG POR DIFRAÇÃO DO LASER

A hipótese fundamental na difração do *laser* é o padrão de espalhamento de luz formada no detector que é um somatório de padrões de espalhamento produzido por cada partícula que está sendo amostrada (Kippax, 2005). A deconvolução de um padrão resultante gera informações sobre padrões de espalhamento produzidos por cada gota e na inversão sobre o tamanho da gota. Para que o resultado seja real, não pode acontecer o espalhamento múltiplo da luz. Segundo Keck e Müller (2008) o espalhamento é um fenômeno onde a luz é espalhada através de uma partícula (ou gota) que interage com a outra partícula (ou gota) espalhando novamente. Isto coloca uma limitação própria na concentração de gotas a ser analisada. A concentração limite é determinada pelo projeto do instrumento e varia dependendo da natureza da fonte de luz incidente, geometria ótica e sistema de detecção de luz.

A interação de uma gota e uma luz incidente, além da difração, gera quatro diferentes fenômenos próprios relacionados (Figura 3.5), chamados:

- *absorção* (transferência de energia carregada pela onda de luz para partículas) da luz incidente;
- *refração* (desvio da luz devido a mudança na sua velocidade);
- *reflexão* (mudança brusca de direção da onda frontal em uma interface entre dois meios similares, como exemplo onda frontal retorna no meio que esta foi originada);
- *re-irradiação* (também fluorescência, como calor ou luz).

A magnitude dos fenômenos varia com a natureza da luz e o tamanho da gota.

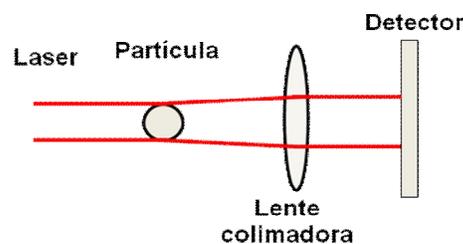


**Figura 3.5 – Fenômenos de espalhamento ocorridos se a partícula é iluminada com a luz**  
 Fonte: Keck e Müller (2008)

A difração da luz ocorre na superfície de uma gota e pode ser vista como um desvio das ondas de luz pela superfície da gota. A difração aparece devido às leves diferenças no caminho das ondas criadas nas interações com a superfície da gota. Estas diferenças no comprimento do caminho causam interferências construtivas e destrutivas entre as ondas sinusoidais (senóides) de luz levando aos padrões de difrações característicos.

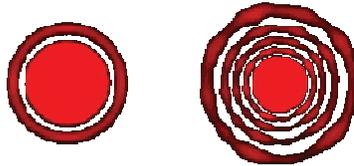
De acordo com Salager (1993), quando um feixe paralelo de luz monocromática (*laser*) atravessa uma pequena região com partículas ou gotas, serão formados padrões difratados sobrepostos em uma imagem, maiores que esta.

Isto se deve ao fato do feixe do *laser* atravessar as partículas em movimento, espalhando-se com um ângulo que está diretamente relacionado ao seu tamanho (Figura 3.6). Se o tamanho de partícula decresce, o ângulo espalhado observado aumenta logarithmicamente. A intensidade do espalhamento é também dependente do tamanho da partícula, diminuindo com o volume da partícula. Grandes partículas espalham a luz com ângulos pequenos e com alta intensidade; as pequenas partículas espalham a luz com ângulos maiores com menor intensidade (Kippax, 2005).



**Figura 3.6 – Espalhamento do *laser* ao encontrar uma partícula**

As ondas difratadas são espalhadas em diversas direções. A direção da dispersão depende do tamanho da forma da partícula. As partículas grandes e esféricas espalham geralmente na direção frontal. Sendo o tamanho menor, o espalhamento ocorre com um ângulo maior (Figura 3.7). O espalhamento é um fenômeno complexo e influenciado pela natureza da luz incidente, propriedades óticas da partícula, rugosidade e superfície.



**Figura 3.7 – Padrão de espalhamento da luz causada por uma partícula grande (lado esquerdo) e por uma partícula pequena (lado direito)**

Fonte: Kippax (2005)

De acordo com Scott (2008), a partícula difrata ou então espalha a luz para formar um padrão de intensidade  $I(\theta)$ , onde  $\theta$  denota o ângulo de espalhamento medido na direção da luz incidente. Sabe-se que através da teoria de espalhamento da luz de Mie, o tamanho de cada partícula determina o padrão  $I(\theta)$  observado, e um conjunto de partículas irão criar um padrão composto no qual a distribuição de tamanho pode ser inferido. A cada momento, o padrão de difração gerado instantaneamente é uma resposta composta por milhares de partículas individuais iluminadas pelo feixe de *laser*. Esta luz é colimada<sup>3</sup> e focalizada através de uma lente, para os fotodetectores (montados no plano focal). Cada ângulo particular  $\theta$  é focalizado em um anel detector de raio específico  $r$ . Desta forma, todos os conjuntos de partículas iluminadas são analisados, e através desta lente, o padrão de difração aparece como uma série de anéis concêntricos (colimados e focalizados).

Os arranjos dos detectores captam a variação radial da intensidade da luz  $I(r)$ , onde para uma lente de comprimento focal  $f$  (Equação (3.2)):

$$r = f \tan(\theta) \quad (3.2)$$

Na prática, o padrão de difração é integrado sobre um período de vários segundos (ou equivalentemente, a média sobre várias medições) na tentativa de melhorar a razão sinal/ruído. Se uma amostra fresca (ou recente) escoar através da célula, esta integração

---

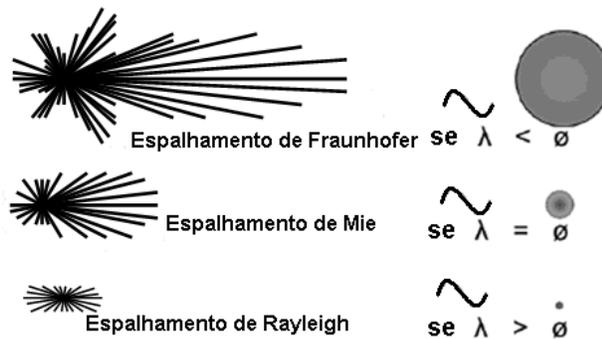
<sup>3</sup> **Colimar:** alinhar

também garante uma medição de maior representatividade pela renovação da amostra dentro da célula incluindo maior número de partículas na análise.

A forma do padrão de espalhamento depende do tamanho da partícula, e da razão do tamanho de partícula com a onda incidente. Assim, a forma do padrão espalhado não será apenas modificada devido às mudanças no tamanho de partícula com uma onda constante, mas também muda se o tamanho de partícula é mantido e apenas o comprimento de onda incidente é modificado (Keck; Müller, 2008).

Dependendo da razão entre a partícula e o comprimento de onda distingue-se três formas maiores de padrões de espalhamento: espalhamento de Fraunhofer; espalhamento de Mie e espalhamento de Rayleigh.

Uma partícula cujo tamanho é maior que o comprimento de onda da luz incidente irá mostrar o padrão espalhamento de Fraunhofer; quando as partículas com tamanho bem menor (por exemplo, 10 vezes) que o comprimento de onda será chamado de espalhamento de Rayleigh. Todas as partículas que situam nesta região intermediária, possuem espalhamento de Mie. Na Figura 3.8, os três diferentes padrões de espalhamentos estão exemplificados.



**Figura 3.8 – Tipos de espalhamentos em função da razão do tamanho de partícula e o comprimento de onda ( $\lambda$ )**

Fonte: Keck e Müller (2008)

Neste trabalho só será abordado o espalhamento de Mie, pois os outros tipos de espalhamentos são utilizados em outras aplicações.

### 3.2.1 Espalhamento de Mie

A teoria de espalhamento de Mie é uma solução matemática para o espalhamento de luz incidente por partículas esféricas. A teoria é apresentada como o espalhamento ocasionado por partículas com diferentes formas e proporção de aspectos. Esta teoria indica a necessidade do conhecimento das componentes real e imaginária dos índices refrativos do material, para determinar-se o tamanho de partícula e sua distribuição de tamanho (Scott, 2008).

Trata-se de uma teoria cujos princípios baseiam em duas suposições: as partículas que espalham a luz são assumidas como esferas, e a possibilidade de espalhamento múltiplo é descartada. A segunda suposição considera que os resultados são válidos apenas para regimes de espalhamento simples e não pode realmente descrever o espalhamento em suspensões concentradas. A teoria pode ser ampliada para considerar espalhamento de partículas com diferentes formas e aspectos (Scott, 2008).

Esta teoria permite prever os valores máximos e mínimos de intensidade da luz espalhada pelas partículas presentes no meio, a partir da resolução de equações que descrevem a interação da radiação eletromagnética com a matéria (Papini, 2003).

A maioria dos instrumentos utiliza esta teoria (com variações específicas) para modelar os padrões de difrações que são geradas. A teoria de Mie é aplicável quando o tamanho da partícula é igual ou menor que o comprimento da luz incidente.

O padrão criado pela partícula e captado no sistema de detectores não é um padrão de difração simples, mas um padrão de espalhamento complexo. Infelizmente, não há detector que possa diferenciar a luz espalhada e outros fenômenos óticos. Entretanto, outros fenômenos de espalhamento de luz precisam ser conhecidos para calcular o resultado correto da análise da DTG e da difração do *laser*.

Keck e Muller (2008) mostram que a solução para este caso, é a aplicação da chamada fórmula de Mie para análise. A fórmula descreve diversos fenômenos que ocorrem se a luz atinge uma partícula esférica. A fórmula em si é muito complexa, contendo funções de Bessel. Uma versão simplificada da fórmula de Mie é mostrada na Equação (3.3).

$$I(\theta) = E \left\{ \underbrace{\hat{k}^2 R^4 [J_1]^2 \theta^1}_{\text{Termo de Fraunhofer}} + [\hat{K}_1 \theta]^1 + [\hat{K}_2 \theta]^3 + [\hat{K}_3 \theta]^5 + \underbrace{\hat{k}^4 R^6 (\hat{m} - 1)^2 \theta^6 / 8\hat{m}^2}_{\text{Termo de Rayleigh}} \right\} \quad (3.3)$$

Onde: I intensidade da luz espalhada; E fluxo da luz incidente por unidade de área;  $\hat{k}, \hat{K}$  constantes; R raio da partícula;  $J_1$  função de Bessel de primeira ordem;  $\theta$  ângulo de espalhamento;  $\hat{m}$  índice refrativo complexo.

A abordagem da difração do *laser* deve ser explicada simplificando a fórmula (ignorando problemas matemáticos complexos envolvidos). Pela extração das partes complexas da fórmula, apenas três parâmetros permanecem: raio da partícula (R) que é o parâmetro de interesse a ser medido; o ângulo de espalhamento ( $\theta$ ), no qual é medido no detector e o parâmetro ótico (m) que é o índice refrativo real e imaginário (expresso como um índice refrativo complexo).

O raio da partícula pode ser medido utilizando-se a fórmula de Mie se o ângulo do espalhamento e os parâmetros óticos são conhecidos. Assim quando os parâmetros óticos não são conhecidos, nenhum resultado pode ser esperado dessa teoria.

Os parâmetros óticos estão expressos em dois termos, o índice refrativo real  $n$ , nos quais chamado de índice refrativo (RI) e o índice refrativo imaginário  $\hat{n}_i$  (IRI). Ambos os índices são combinações que muitas vezes não são conhecidas ou consideradas, se alteram com as mudanças na temperatura e comprimento de onda. O RI representa a razão da velocidade da luz  $c$  no meio de referência (vácuo) para a velocidade  $v$  no próprio meio (por exemplo, na partícula). Na medição, o meio de referência é o meio de dispersão, por exemplo, água ou ar. A mudança na velocidade da luz devido à alteração do meio também causa mudança na direção da luz, é conhecido como ângulo de refração. O ângulo de refração pode ser calculado utilizando-se a Lei de Snell (Keck; Müller, 2008), como na Equação (3.4):

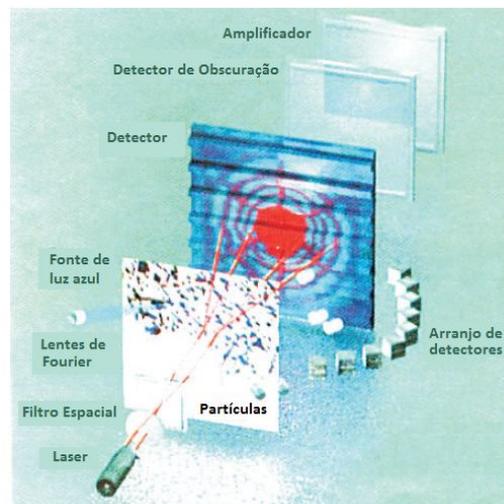
$$\frac{\text{sen}\Theta_1}{\text{sen}\Theta_2} = \frac{v_1}{v_2} = \frac{\hat{n}_2}{\hat{n}_1} \quad (3.4)$$

Onde:  $\Theta_1$  é o ângulo de incidência;  $\Theta_2$  é o ângulo de refração;  $v_1$  é a velocidade da luz no primeiro meio;  $v_2$  é a velocidade da luz no segundo meio;  $\hat{n}_1$  é o índice refrativo real do primeiro meio e  $\hat{n}_2$  é o índice refrativo real do segundo meio.

### 3.2.2 Instrumentação

Os instrumentos de difração da luz consistem de uma fonte de luz, tipicamente fonte de *laser* de baixa potência (aproximadamente 10 mW Hélio-Neon, na região de 632 nm de comprimento de onda), elementos óticos para processar o feixe incidente e uma simples cuba com a amostra introduzida (Jillavenkatesa *et al.*, 2001).

O sistema de detectores usado nestes instrumentos é composto por elementos individuais de detectores em arranjos multi-elementos, os quais são dispostos em distâncias discretas, limitando-se o número de detectores (Figura 3.9). A determinação do tamanho de gotas está limitada ao desenvolvimento de *hardware* e algoritmos de processamento de sinal adequados. A conversão de espalhamento em distribuição de tamanho requer o uso de modelos óticos e procedimentos de inversão.



**Figura 3.9 – O tamanho de partícula é determinado pela análise do ângulo da luz espalhada pelas partículas/gotas suspensas**

Fonte: Malvern

### 3.2.3 Procedimentos Gerais

A amostra de emulsão deve ser diluída, segundo Salager (1993): “Como a grande maioria dos métodos, o analisador por difração de luz requer uma emulsão diluída, para evitar difrações múltiplas”. O sistema a ser estudado, necessita ser transparente, no qual pode ser requerida a diluição da emulsão (Johns; Hollinwgsworth, 2007; Novales *et al.*, 2003). É importante saber se o tamanho de partícula não se altera durante a diluição (Schokker; Dalgleish, 1998).

Um sinal *background* ou sinal mínimo é obtido imediatamente após o alinhamento ótico. Através da obtenção do sinal *background*, os níveis presentes em cada detector na ausência de luz são verificados. Quando se analisa uma amostra, os sinais presentes nos detectores devido à difração são comparados com os determinados durante a varredura *background*. Além disso, a intensidade do *laser* é determinada durante a varredura. Pela comparação, a intensidade de sinal do feixe de *laser*, sem qualquer amostra presente na intensidade do sinal com uma amostra carregada na célula de amostra, o nível de obscuração (extensão da atenuação da intensidade do feixe incidente devido à presença de partículas) pode ser calculado. Os valores de obscuração são requeridos para calcular a concentração de amostra presente. A maioria dos equipamentos é projetada para operar com uma faixa própria de valores de obscuração.

As concentrações altas de partículas ou de substâncias devem causar níveis altos de obscuração podendo levar ao espalhamento múltiplo enquanto poucos sólidos presentes correspondem a níveis baixos de obscuração que deve causar inadequado enfraquecimento de sinal nos detectores. O impacto da mudança nos níveis de obscuração depende do sistema de emulsão, modelo ótico e algoritmo usado para deconvolução e inversão.

Os equipamentos analisadores de tamanho de partículas/gotas seguem a norma ISO 13320. Esta norma é resultado de um longo trabalho de um comitê composto por representantes de todos maiores fabricantes destes equipamentos, trazendo uma harmonização para os analisadores de tamanho de partículas. Assim, uma metodologia mais adequada para o controle da qualidade é o resultado deste esforço.

### 3.3 CARACTERIZAÇÃO DA DTG POR RETROESPALHAMENTO

A técnica retroespalhamento (ou *backscattering*) da luz permite a medição da distribuição de tamanho de partículas (DTP) em processos densos. As técnicas de retroespalhamento são úteis para medir tamanhos de partículas em linhas de processos, monitorando polimerização de suspensão, e para determinação de tamanho de agregados durante a floculação. Os métodos de retroespalhamento são adequados para grandes partículas e agregados na faixa de 50 a 5000 micrometros (Kissa, 1999). Diferentemente do espalhamento direto, o retroespalhamento através de uma simples partícula não é determinado pelos efeitos de difração e sim pela reflexão da partícula na interface do meio e reflexões múltiplas entre partículas.

Um exemplo da técnica do retroespalhamento do *laser* é mostrado na Figura 3.10. O *laser* é focado através de uma janela de safira dentro do processo onde forma um ponto focal com 0,8  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Através das lentes óticas rotativas no equipamento, este ponto varre um caminho circular com uma velocidade tangencial constante em torno de 2 m/s; quando este ponto encontra uma partícula, a luz é refletida e detectada através de um fotodiodo. O sinal retroespalhado resultante (Figura 3.11) é analisado para determinar a largura (comprimento de corda) dos pulsos, o qual é proporcional ao tamanho das partículas encontradas pelo ponto de varredura.

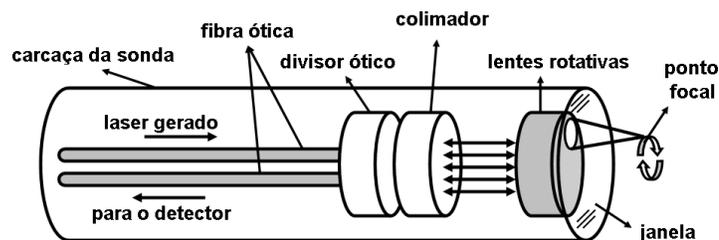
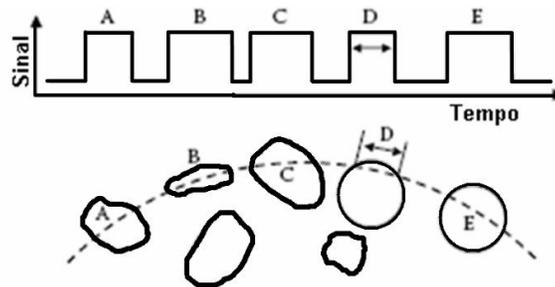


Figura 3.10 – Operação de um equipamento de o retroespalhamento do laser  
Fonte: Scott (2008).



**Figura 3.11 – Medição do comprimento de corda através da duração do pulso do *laser* retroespalhado**

Fonte: Scott (2008).

O tamanho da partícula é calculado através da duração do sinal oriundo do plano focal. A intensidade do sinal ótico coletado no ponto focal não afeta o cálculo, exceto para estabilizar a presença de partícula e excluir partículas fora do plano focal. Se a distinção de partículas pela varredura do *laser* não é nítida (fora do plano focal) e também se o grau do desvio da intensidade do sinal não for adequado, o sinal é rejeitado. A contagem total de partícula depende de vários parâmetros, incluindo o índice refrativo do meio da dispersão, da intensidade da agitação da amostra e posição do plano focal (Kissa, 1999).

Uma distribuição de frequências numérica é fornecida, onde o número de comprimentos de cordas medidos sobre um tempo específico é arranjado em grupos de comprimentos de cordas. É possível agrupar em 38 ou em 90 canais logarítmicos. A distribuição do tamanho de corda (DTC) resultante é uma função de número, forma e tamanho de partícula e estruturas de partículas.

É importante salientar que a DTC não corresponde diretamente a DTP. Através de cálculos, o significado estatístico de DTC necessita de modelos desenvolvidos para converter e relacionar com a DTP (del Rio, 2004).

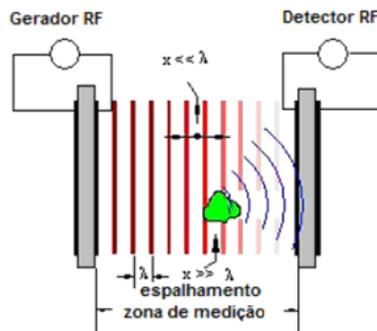
Este método é uma ferramenta válida para estudos das dispersões sólidas e líquidas. A vantagem da técnica do retroespalhamento é que este permite determinações de mudanças *in situ* no número, forma e dimensão durante o processo, como por exemplo: cristalização, polimerização, floculação, *etc.* Isto é particularmente útil para determinação da taxa e graus de mudança no tamanho. Entretanto, a determinação do tamanho de partícula é obtida através do comprimento de corda e não uma medida absoluta para comparação de propriedades físicas de materiais (Dowding *et al.*, 2001).

Sparks e Dobbs (1993) concluíram que o retroespalhamento do *laser* fornece resultados de precisão razoável e reproduzível quando as partículas são opacas e altamente refletivas, como hidratos de alumina. Entretanto, Monnier *et al.* (1996) alertam que o número de partículas calculadas é influenciado por várias variáveis e uma calibração em cada caso deve ser necessária.

### 3.4 CARACTERIZAÇÃO DA DTG POR TÉCNICAS ULTRASSÔNICAS

As técnicas ultrassônicas podem ser utilizadas para determinar todas as propriedades de dispersões coloidais, sem a necessidade da etapa de diluição utilizada na maioria das técnicas alternativas (Hibberd *et al.*, 1999). A espectroscopia ultrassônica é um método rápido de medição não-destrutiva da distribuição do tamanho de gotas em emulsões concentradas *in situ*. A velocidade ultrassônica e o coeficiente de atenuação de uma emulsão são medidos em uma ampla faixa de frequências e a teoria do espalhamento múltiplo é utilizada para converter essas medições em uma distribuição de tamanho de gotas (McClements; Coupland, 1996).

Quando as ondas ultrassônicas atravessam um sistema de dispersão, elas são espalhadas pelas partículas dispersas, tal como uma emulsão ou uma suspensão. Assim ocorre uma redução na intensidade do sinal transmitido (Figura 3.12). Esta atenuação do sinal ultrassônico é relacionada com a concentração da fase dispersa e com os tamanhos de gotas presentes.



**Figura 3.12 – Princípio de atenuação ultrassônica**  
Fonte: Geers e Witt (2003).

Como o ultrassom se propaga através de uma suspensão de partículas, a amplitude e a fase da frequência são afetadas pelas propriedades do material no sistema, incluindo a DTP. Um referencial teórico é necessário para interpretar as mudanças observadas no sinal ultrassônico. A predição da atenuação dependente da frequência com relação à DTP é chamada de "problema direto". O "problema inverso" da estimação da DTP é através do espectro de atenuação ultrassônica observado.

Os processos de dissipação de energia fazem parte da propagação acústica, uma vez que as ondas acústicas, por natureza, representam que a propagação de perturbações do equilíbrio. A interação do ultrassom com um sistema heterogêneo disperso provoca vários efeitos termodinâmicos, hidrodinâmicas e eletrodinâmicos. O conjunto é bastante complexo, no entanto, é possível fazer simplificações. Desta forma, segundo Dukhin *et al.* (2000), as interações entre ultrassom e um meio disperso podem ser descritos através de seis mecanismos: viscosos; térmico; difusão; intrínseca; estruturais e eletrocinética. Apesar disso, não há uma teoria que explique esses seis mecanismos. Além disso, no caso de sistemas altamente concentrados, as interações interpartículas geram espalhamento acústico múltiplo.

Uma primeira abordagem consiste em simplificar a teoria, aplicando a hipótese de ondas longas (onda de comprimento longo) exigindo que o comprimento de onda,  $\lambda$  tenha valor bem maior que o raio da partícula:  $\lambda \gg R$ . Esta abordagem limita o tamanho das partículas de uma determinada faixa de frequências. O trabalho de Dukhin *et al.* (2000) demonstrou que é necessário que o tamanho de partícula seja inferior a alguns décimos de microns em uma faixa de frequências de 1 a 100 MHz. Pode-se então considerar todos os mecanismos separadamente e expressar a atenuação total medida, como a soma de cinco atenuações parciais (Equação (3.5)):

$$\alpha_{total} = \alpha_{viscoso} + \alpha_{térmico} + \alpha_{espalhamento} + \alpha_{intrínseco} + \alpha_{estrutural} \quad (3.5)$$

Onde:  $\alpha_{total}$  atenuação total medida;  $\alpha_{viscoso}$  atenuação causada por efeitos viscosos;  $\alpha_{térmico}$  atenuação causada por efeitos térmicos;  $\alpha_{espalhamento}$  atenuação causada pelo espalhamento do ultrassom;  $\alpha_{intrínseco}$  atenuação causada por perdas de energia acústica das ondas sonoras com o meio e fase dispersa;  $\alpha_{estrutural}$  atenuação causada por mecanismos estruturais desconhecidos.

A segunda abordagem é baseada na hipótese de ondas curtas (ondas de comprimento curto). Foi introduzida por Riebel e Löffler (1989) e só funciona para partículas acima de 10  $\mu\text{m}$ , que será abordado posteriormente.

### 3.4.1 Teoria ECAH

A teoria mais utilizada das ondas acústicas em um sistema heterogêneo foi desenvolvida por Epstein e Carhart no ano de 1953 e por Allegra e Hawley em 1972. Esta teoria, denominada teoria ECAH (iniciais dos autores anteriormente citados), leva em conta quatro mecanismos de dissipação mais importantes: espalhamento, viscoso, térmico e intrínseco. Ela descreve a atenuação de som por um sistema monodisperso de partículas esféricas em meio diluído.

A atenuação no regime da onda de comprimento longo é descrita pelo modelo ECAH, no qual se considera uma onda de pressão plana colidindo com uma partícula esférica. As ondas de compressão, de cisalhamento e térmicas, produzidas dentro das partículas são descritas por três equações de ondas, nas quais cada possui o seu número de onda complexo. As ondas são expandidas em ondas parciais (harmônicas esféricas), com funções de onda separadas no fluido e na partícula.

Scott (2008) mostra que o modelo ECAH utiliza no total dezesseis constantes físicas, várias delas são dependentes da temperatura. Geralmente, é muito difícil encontrar valores confiáveis para todos os 16 parâmetros, especialmente no caso de compostos ou novos materiais. No caso de muitos materiais industrialmente significantes, apenas algumas destas constantes são necessárias para medir corretamente. As dezesseis constantes são:

- **Propriedades dos fluidos:** Velocidade do som, densidade, viscosidade de cisalhamento, condutividade térmica, capacitância térmica, atenuação do som, dilatação térmica e taxa de calor específico.
- **Propriedades da partícula:** Velocidade do som, densidade, rigidez de cisalhamento, condutividade térmica, capacitância térmica, atenuação do som, dilatação térmica e taxa de calor específico.

A teoria ECAH considera três equações de conservação (da massa, do momento e da energia), que são combinadas em uma complexa equação para a velocidade de propagação e atenuação do som em uma suspensão. Na interface sólido-líquido da esfera em suspensão, seis ondas são geradas quando a onda de compressão atinge a partícula (Tourbin, 2006).

### 3.4.2 Princípio de Riebel e Löffler

Riebel e Löffler (1989) apresentam uma abordagem diferente da atenuação ultrassônica, baseado na equação de Lambert-Beer. A atenuação do ultrassom por partículas suspensas é basicamente análoga a atenuação da luz e outras radiações em suspensões. Primeiro, é expressa em termos da concentração de partícula em termos de área de projeção da partícula por unidade de volume do fluido (Equação (3.6)):

$$C_{PF} = \frac{\textit{área de projeção da partícula}}{\textit{volume da suspensão}} \quad (3.6)$$

Para a descrição da intensidade da interação partícula-onda em termos da atenuação relativa do meio K, tem-se:

$$K = \frac{\textit{atenuação do meio}}{\textit{área de projeção da partícula}} \quad (3.7)$$

Utilizando as Equações (3.6) e (3.7), a equação de Lambert-Beer para ondas planas é dada pela Equação (3.8):

$$\frac{dI}{I} = -(\alpha_F + K C_{PF}) dl \quad (3.8)$$

Onde  $\alpha_F$  é o coeficiente de atenuação do fluido suspenso. Aplicando a integral nesta equação e comparando a intensidade ultrassônica  $I$  recebida através da suspensão com a intensidade  $I_0$  transmitida através do fluido puro suspenso permite que  $\alpha_F$  seja eliminado, com  $l$  sendo a distância de transmissão para a atenuação do ultrassom que atravessa a suspensão de partículas monodispersas, resultando a Equação (3.9):

$$-\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = K C_{PF} \Delta l \quad (3.9)$$

O termo do lado esquerdo da equação é chamado atenuação ultrassônica e o termo  $I/I_0$  é referenciado como transmissão ultrassônica. Em suspensões polidispersas, a contribuição pelos tamanhos de partícula  $x$  para a atenuação global da onda ultrassônica de frequência  $f_i$  é linearmente ligado com a sua concentração  $C_{PF} q_2(x) dx$  e sua atenuação específica do meio  $K(f_i, x)$  (Equação (3.10)):

$$-\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{f_i} = \Delta l C_{PF} \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} K(f_i, x) q_2(x) dx \quad (3.10)$$

Todas as variações da Equação de Lambert-Beer ((3.8), (3.9) e (3.10)) são implicitamente baseadas na suposição de que não há interação entre as partículas suspensas. A validade da Equação de Lambert-Beer deverá ser limitada quando houver espalhamento múltiplo ou interações interpartículas diretas.

## **Capítulo 4**

### **PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

Os experimentos constantes do presente trabalho foram desenvolvidos no Laboratório de Separação de Fases (SEPFAS) da Universidade Federal de Itajubá. O banco de teste é formado por um tanque de óleo de 5 mil litros; um tanque de água de 20 mil litros; um tanque de rejeito de 5 mil litros; por duas bombas helicoidais de cavidade progressiva de pequena capacidade volumétrica, onde cada qual bombeia fluidos diferentes; uma bomba helicoidal de grande capacidade volumétrica; painéis de inversor de frequências; válvulas de esfera e válvulas globo; misturadores giclês; medidores de vazão do tipo Coriolis e drenos para desvios de excessos de vazão.

## 4.1 GERAÇÃO DE EMULSÕES

### 4.1.1 Por agitação

A geração de emulsões foi realizada em uma furadeira de bancada (adaptada para operar como misturador). A fase contínua era colocada no béquer de 600 ml, com volume calculado. O rotor do agitador foi montado no mandril da furadeira e depois montado dentro do béquer (Figura 4.1). A furadeira era ligada a um inversor de frequência, permitindo o controle da rotação do eixo do misturador. A adição da fase dispersa era efetuada através de uma seringa, com doses previamente calculadas para controle da concentração desejada. O tempo de adição era em torno de 2 a 3 minutos para incorporar a fase dispersa na emulsão. O tempo total de agitação foi estabelecido em 4 minutos. As concentrações testadas foram 15% e 30% em massa, com rotações pré-definidas de 750 e 1000 rpm.



**Figura 4.1 – Béquer com rotor e emulsão.**

A emulsão depois de pronta era introduzida no banco de testes. A cada 12 minutos era colocada uma nova emulsão, evitando-se uma possível influência do fenômeno da coalescência na alteração da distribuição de tamanho.

### 4.1.1.1 Banco de Testes de Circuito Fechado

Conforme a Figura 4.3, o banco de testes operando em circuito fechado é formado por uma cuba com um agitador, onde era acoplado o equipamento de medição por retroespalhamento do Lasentec. Nesta cuba possuía uma saída ligada a uma mangueira que transportava a emulsão para a bomba peristáltica e desta transferia-se o fluido para o equipamento ultrassônico Opus. Neste foram realizadas as medições ultrassônicas com o fluido em escoamento, retornando-se o fluido em seguida para a cuba. A saída da mangueira do retorno era aberta, possibilitando a coleta para medição *off-line* por difração do laser no Malvern. Os ensaios foram realizados conforme a Tabela 4-1.

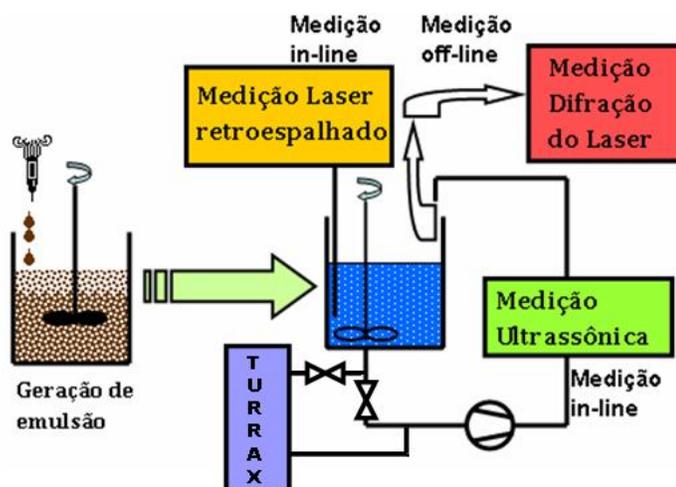


Figura 4.2 – Banco de teste da emulsão gerada por agitador

Tabela 4-1 – Ensaios realizados com geração de emulsões A/O por agitação

Ensaio	Período	Conc. (%)	Rotação (rpm)	Rotação TURRAX®
10/02/2009	Matutino	30	1000	-
10/02/2009	Vespertino 1	30	1000	-
10/02/2009	Vespertino 2	30	1000	Baixa
11/02/2009	Vespertino	15	750	-
12/02/2009	Matutino	15	750	Baixa

## 4.1.2 Por cisalhamento em escoamento

A geração de emulsões em escoamento foi preparada através do uso de bombas helicoidais para cada fase. A fase contínua atravessa um canal principal do misturador estático e a fase a ser dispersa é forçada a entrar pelos orifícios dos parafusos giclês dispostos perpendicularmente ao canal (Figura 4.3). O fluido é atomizado e arrastado pela fase contínua. Cada orifício possui diâmetro de 1 e 1,5 mm para ensaios de emulsões O/A e dois orifícios de 1 mm cada para emulsões A/O.

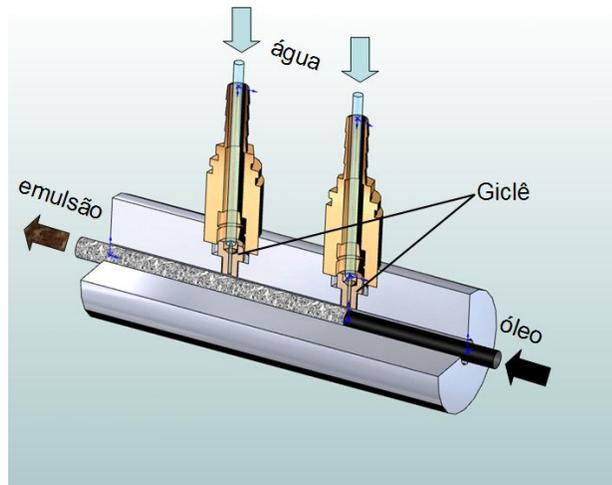
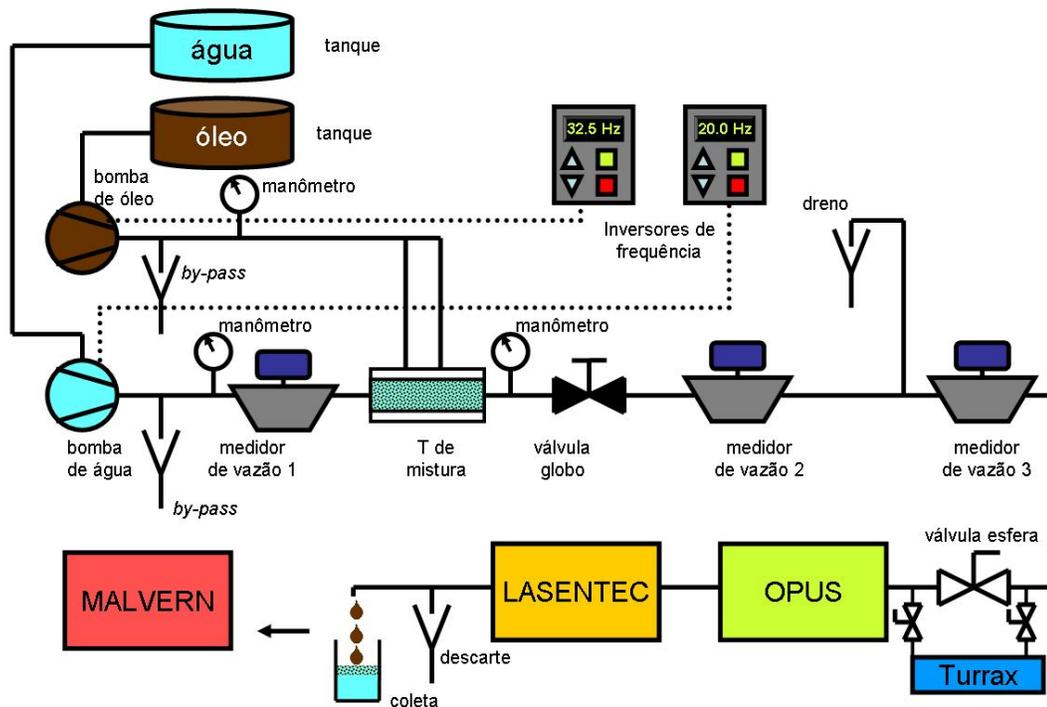


Figura 4.3 – Misturador Estático (T de mistura) com parafusos giclês

### 4.1.2.1 Operação do banco para emulsões O/A

No caso de emulsões O/A, a geração era feita utilizando bombas helicoidais, ligadas ao inversor de frequência que controlava a rotação das bombas. Inicialmente, a partida da bomba de água era realizada com o *by-pass* aberto. Logo, era realizada uma checagem das válvulas, verificando-se se as mesmas estavam abertas, e então, fechava-se lentamente o *by-pass*, com supervisão da alteração da pressão. Assim, o fluido era conduzido até a linha principal. Esta linha tinha dois drenos de controle. Todo excesso de emulsão era retornado ao tanque através dos drenos. Isto era feito para controle de vazão/velocidade. A água era recalçada da bomba helicoidal, passava pelo primeiro medidor de vazão e logo encontra o misturador. O óleo era transferido da bomba helicoidal, passava pelas válvulas de esfera, até chegar ao misturador.

Logo a seguir, existia uma válvula globo para controlar a descarga, na qual com a perda de carga imposta (pressão de 6 kgf/cm<sup>2</sup> para ambas as emulsões), as gotas sofriam cisalhamento. Existia um segundo medidor, que media a vazão da emulsão. A partir deste valor da vazão, subtraía-se do valor no primeiro medidor, tendo assim o valor de óleo adicionado ao sistema. A partir daí, o fluido era transferido para os equipamentos de medições. Ao longo da linha existiam drenos, que controlavam a vazão enviada para os medidores, desviando o resto da emulsão. A vazão que chegava aos equipamentos é medida pelo terceiro medidor de vazão. O banco de teste de emulsões O/A é representado no fluxograma da Figura 4.4:



**Figura 4.4 – Fluxograma simplificado do banco de testes de óleo em água**

A emulsão gerada passava pelo medidor OPUS, atravessando um canal, onde existia um GAP (abertura) ajustável e que recebia as ondas ultrassônicas, onde o receptor captava as ondas com as amplitudes originais atenuadas e enviava o sinal ao computador para análise. A medição era realizada de forma contínua, com o fluido em escoamento.

Após a emulsão deixar o OPUS, esta continuava o escoamento até encontrar o equipamento da Lasentec, onde novamente era submetido a medições, através de varreduras

circulares de um *laser*, sendo este refletido de volta para a lente e detectada no sensor, convertida a um sinal e devolvida ao computador, para análises estatísticas.

Após todas essas etapas, a emulsão deixava o banco, saindo por um canal para a cuba de descarte. Na saída deste canal, era coletada a emulsão em um béquer, e imediatamente, ela é levada ao equipamento Malvern. A emulsão sem diluição escoava em um canal, onde um *laser* atravessava o fluido, na qual aquele sofria o espalhamento e era detectado nos sensores multicanais, convertido em sinais e transferido ao software para análises estatísticas. Esta emulsão era medida diretamente no equipamento, ao contrário das emulsões A/O que necessitavam de diluição.

#### 4.1.2.2 Operação do banco para emulsões A/O

O banco de teste para emulsões A/O possui poucas alterações em relação ao banco anterior, sendo que o óleo atravessava o canal principal do misturador e a água era adicionada através dos giclês, sendo que a abertura dos dois giclês era 1 mm cada (Figura 4.5). E o restante do banco de teste seguia a mesma configuração. Na coleta *off-line* para o Malvern, a emulsão era coletada em uma vareta de vidro e foram adicionando-se de duas a quatro gotas desta amostra a um béquer com 80 ml de óleo mineral EMCA USP. Logo em seguida, a emulsão diluída em EMCA era agitada através de um agitador magnético para a diluição desta amostra e assim levada ao equipamento do Malvern para medições. A diluição era necessária devido à alta obscuração da emulsão, impossibilitando a chegada do *laser* aos sensores.

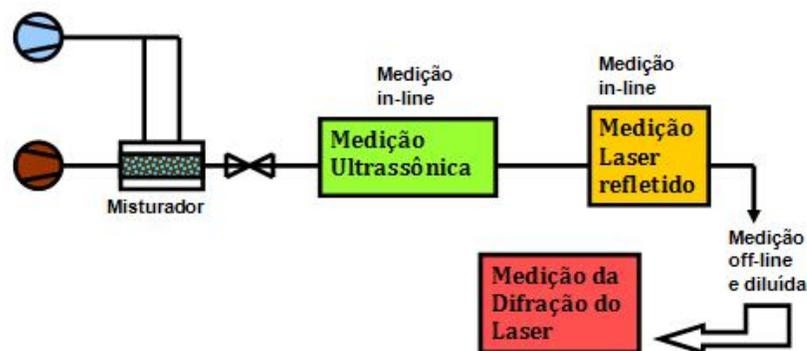


Figura 4.5 – Fluxograma simplificado do banco de testes de água em óleo

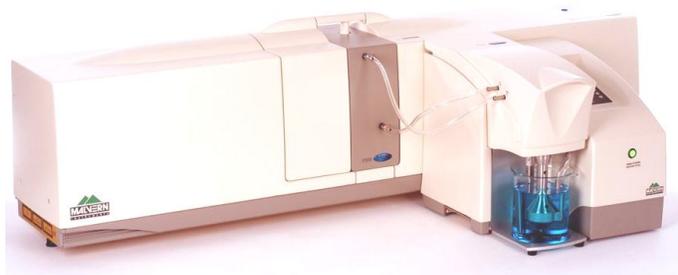
Os ensaios foram realizados conforme a Tabela 4-2.

**Tabela 4-2 – Ensaios realizados com geração de emulsões por escoamento**

Ensaio	Período	Tipo de Emulsão	Conc. (%)	P <sub>Óleo</sub> (kgf/cm <sup>2</sup> )	P <sub>Água</sub> (kgf/cm <sup>2</sup> )	Vazão (l/min)	D <sub>O</sub> rifício (mm)	Rotação TURRA X®
03/03/2009	Matutino	A/O	35	-	-	30,0	-	-
27/03/2009	Vespertino	A/O	35	-	-	30,0	-	-
23/04/2009	Matutino	O/A	10	-	-	2,5	1,5	-
23/04/2009	Vespertino1	O/A	5	-	-	2,5/3,5	1,5	Média
24/04/2009	Matutino	O/A	30	7,0	1,5	2,5	1,5	-
24/04/2009	Vespertino	O/A	35	-	-	1,9 a 4	1,5	Média/ -
30/04/2009	Matutino	A/O	42	9,0	5,0	3,5 a 4,4	2x 1,0	- /Baixa/ Alta/ -
30/04/2009	Vespertino1	A/O	21	9,0	5,0	3,0	2 x 1,0	-
05/05/2009	Matutino1	A/O	10	4,5	4,5	2,5 a 3,3	2 x 1,0	-
05/05/2009	Matutino2	A/O	40	5,0	9,0	3,2 a 3,5	2 x 1,0	-

## 4.2 MALVERN MASTERSIZER

O Malvern Mastersizer 2000 é o equipamento que emprega técnica da difração do *laser* para medição da DTG (Figura 4.6). Possui capacidade para caracterização de tamanhos no intervalo de 0,02 a 2000 micrometros, dependendo do sistema analisado. Este equipamento é controlado por um computador, com software apropriado para aquisição dos sinais e tratamentos estatísticos. Por padrão, o princípio de funcionamento do equipamento segue a teoria de Mie.



**Figura 4.6 – Malvern Mastersizer 2000**

A análise é feita por estimativa estatística enquanto o fluido percorre o equipamento. De acordo com Paiva (2004), no caso de emulsões A/O, deve-se utilizar o ciclo aberto para evitar que o bombeamento introduza bolhas de ar no fluxo, o que causaria possíveis

interferências pela presença do ar. Para particulados sólidos, pode-se empregar o ciclo fechado, uma vez que a introdução de bolhas não interfere significativamente.

O índice refrativo da água é 1,330 e 1,465 para o dispersante (óleo mineral USP - EMCA) para emulsões A/O. No caso de emulsões O/A, o índice refrativo para o petróleo é 1,520 e para o dispersante (água) é 1,330.

No Malvern, muitas vezes a análise efetuada exibe distribuições multimodais, como na Figura 4.7, onde existem três distribuições distintas. A curva à esquerda representa a distribuição de micro partículas, enquanto a curva a direita representa bolhas de ar presente no óleo mineral USP (EMCA). Procurou-se evitar o contato do EMCA com as partículas; também se procurou deixar em “descanso” o óleo mineral com a barra magnética introduzida, para evitar formação de bolhas de ar. Utilizando-se um período de 24 horas para o descanso, para as bolhas incorporadas se desprenderem do óleo e são liberadas para a atmosfera. A curva do meio representa a distribuição de gotas de água em óleo.

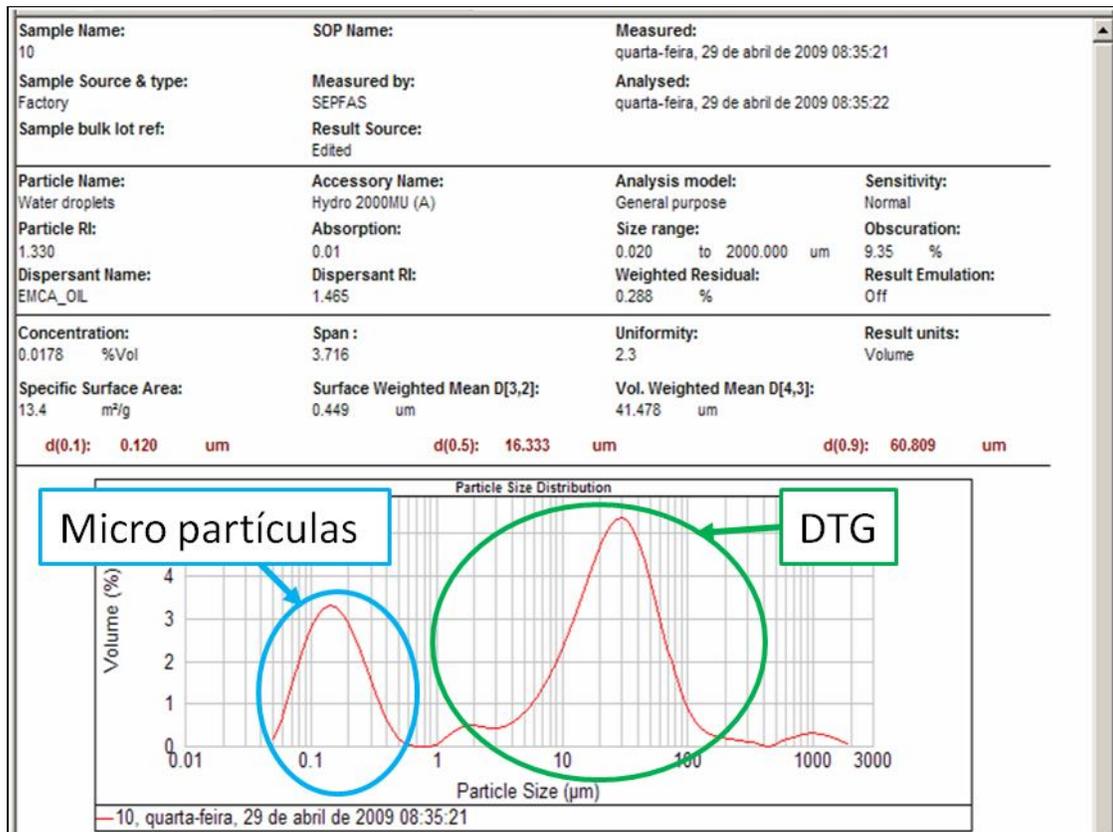


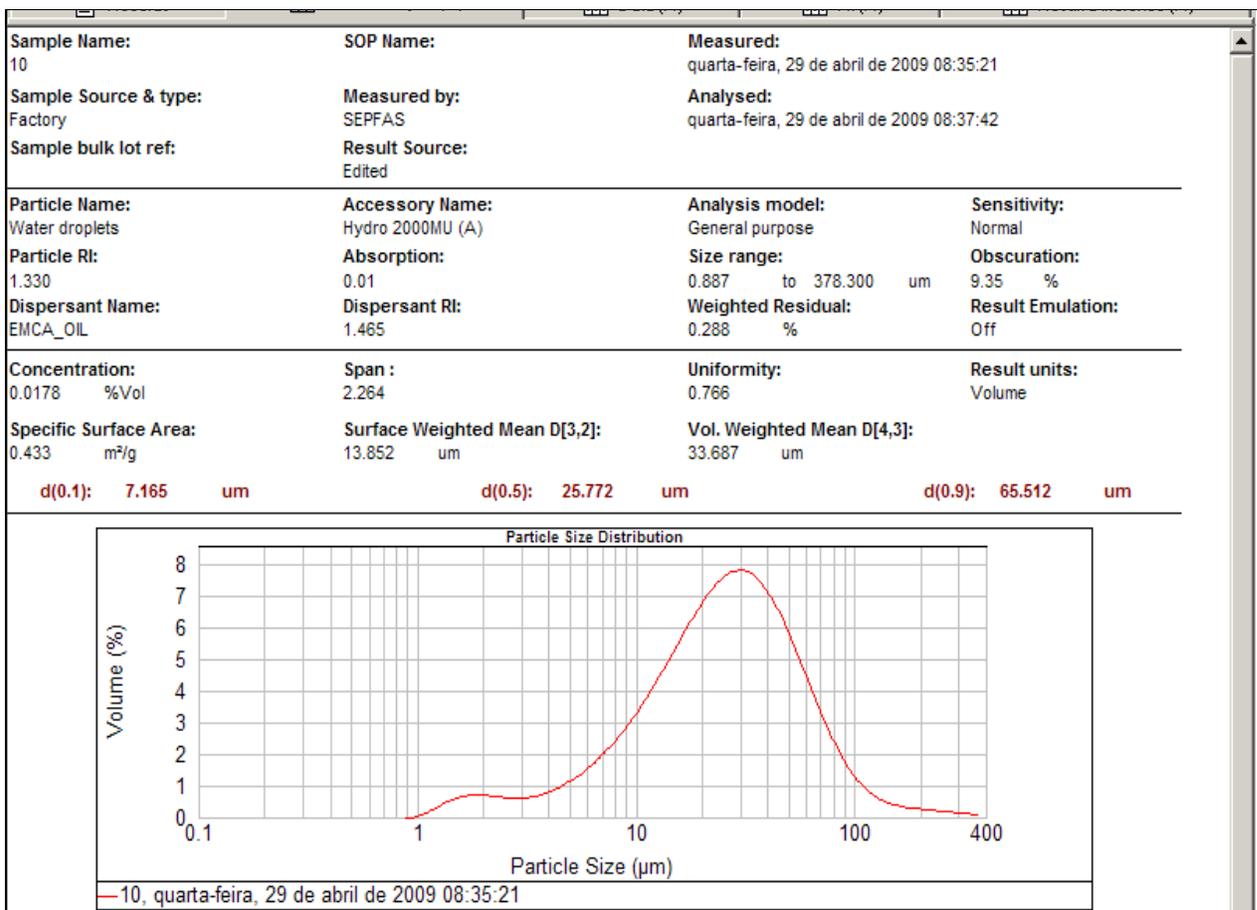
Figura 4.7 – Análise de uma amostra A/O no Malvern

Como o diâmetro característico sofre influência destas curvas, é necessário excluí-las. O software permite este corte, conforme demonstra a Figura 4.8. Este procedimento ajuda a distinguir a DTG real das emulsões.



**Figura 4.8 – Comando de edição do Malvern**

A Figura 4.9 mostra o resultado após a edição dos resultados. Embora aparentemente pareça uma manipulação de dados, este procedimento evita a interferência de contaminantes nos resultados, visto que a mediana é sensível às três curvas anteriormente apresentadas.



**Figura 4.9 – Análise do Malvern após corte de partículas e bolhas.**

### 4.3 LASENTEC FBRM

O equipamento FBRM D600 (fabricado pela Metler Toledo) foi testado para medir a distribuição do tamanho de gota das emulsões utilizadas neste estudo (Figura 4.10). Este método trabalha com reflexão do feixe de *laser* focado (*Focused Beam Reflective Measurement*, FBRM), o qual é projetado na janela da sonda e com uma velocidade fixa. O equipamento executa uma varredura das partículas e estruturas escoando através da zona de medição em frente à janela de medição, como já visto na seção 3.3. Segundo Sparks e Dobbs (1993), este equipamento é um analisador projetado para medir tamanhos de partículas na faixa de 1 a 1000 micrometros, com uma concentração de 0,01% a 40% em volume da área escaneada, suportando pressão de trabalho de 10 bar.

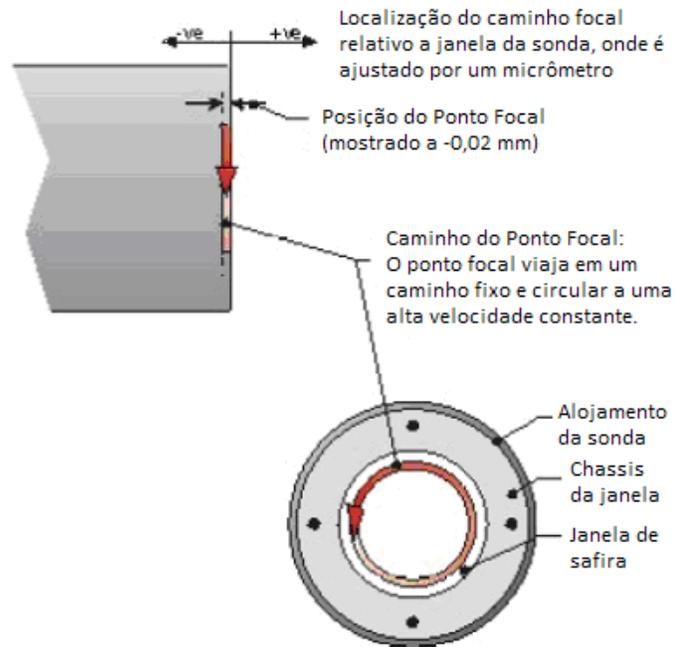


**Figura 4.10 – Metler Toledo Lasentec**

Fonte: manual do fabricante

Segundo Monnier *et al.* (1996), uma ótima reprodutibilidade das medições é alcançada através da fixação do maior ciclo de tempo de leitura possível para o equipamento obter uma média de vários ciclos e assim reduzir influências de ruídos na leitura. A posição do ponto focal da sonda FBRM pode ter um efeito no comprimento de corda obtido. Em todos os trabalhos descritos por outros autores (Barrett e Glennon, 2002; Kvale *et al.*, 2001; Sparks e Dobbs, 1993), o ponto focal da sonda Lasentec foi posicionada 0,02 mm dentro da janela de

safira (**Figura 4.11**). A posição é recomendada pela Lasentec na tentativa de reduzir as diferenças do índice refrativo entre a janela de safira e a fase dispersa.



**Figura 4.11 – Ajuste do ponto focal da varredura do FBRM**

Fonte: del Rio (2004).

No Lasentec, é possível ajustar os parâmetros de saída, configurando a interface para as saídas das respostas necessárias. O equipamento trabalha de forma contínua, permitindo a aquisição de dados a todo instante, sendo uma característica muito importante que o diferencia dos demais. Através da opção de gravar as medições, todas as informações são coletadas e armazenadas durante todo o ensaio, sendo possível resgatar todos os resultados (independentemente do que é exibido na interface do software). Nos outros equipamentos, as informações não salvas periodicamente são perdidas.

A interface do software do Lasentec (Figura 4.12) apresenta no lado esquerdo e superior a distribuição de frequências, mostrando a forma com que cada condição de geração de emulsão é medida num ciclo. Esta distribuição está dividida em vários canais. O software permite escolher os canais pré-definidos, e também o tipo de canal, podendo ser linear ou logarítmico. Neste trabalho optou-se por se utilizar 38 canais logarítmicos, para evitar a influência dos ruídos nos sinais quando a quantidade de canais é muito alta.

No lado superior direito, o software apresenta as linhas de tendência dos valores encontrados. Na parte inferior à esquerda, os resultados obtidos são mostrados para cada medição, e no lado direito, os parâmetros de ajustes do equipamento. É possível ajustar a faixa de tamanho desejado. O software permite salvar os resultados e recuperar os dados posteriormente para análises detalhadas.

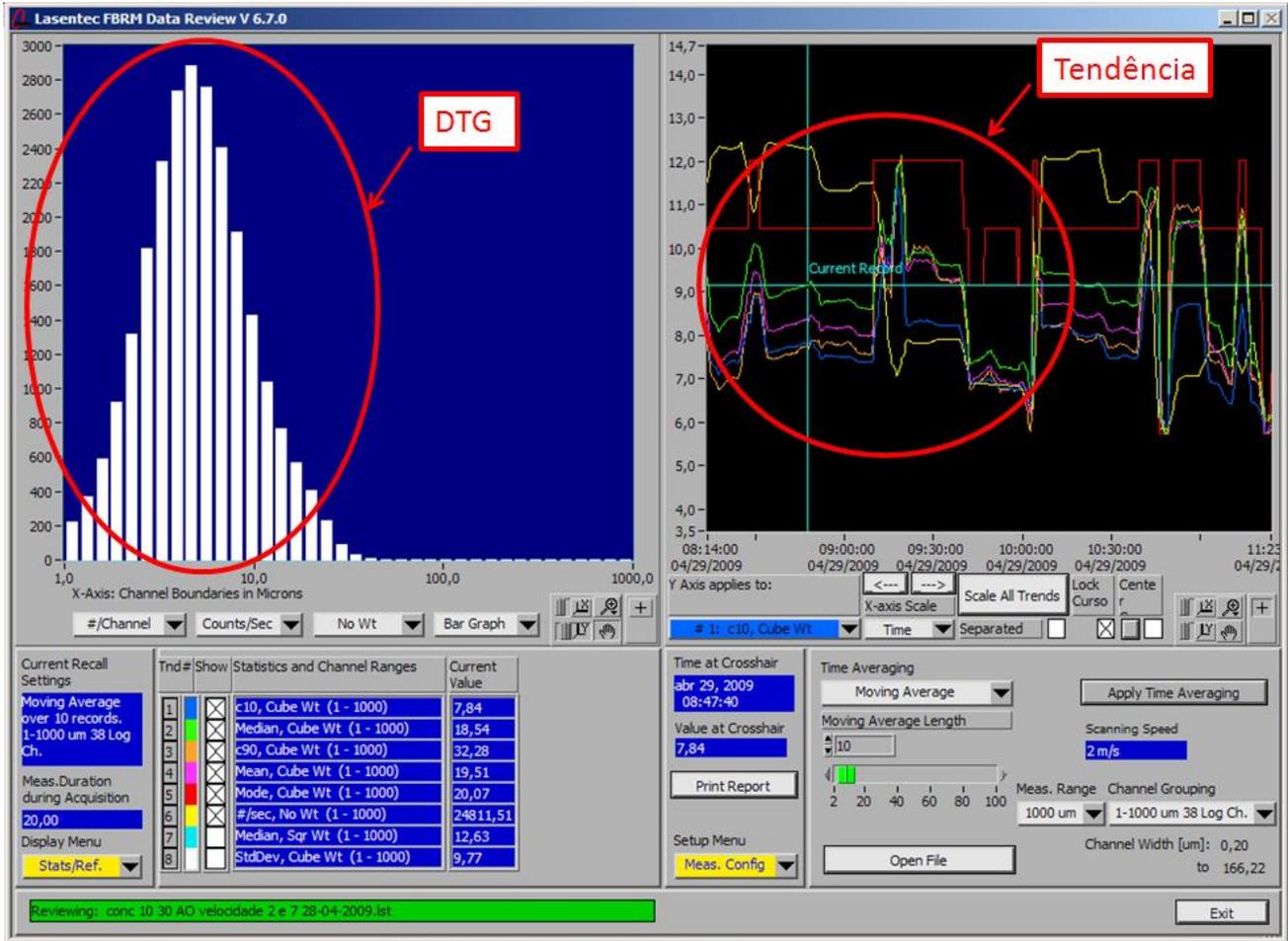


Figura 4.12 – Interface do software analisador de partículas Lasentec FBRM

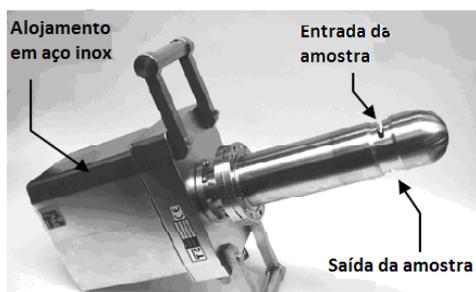
## 4.4 SYMPATEC OPUS

O Sympatec OPUS é um equipamento baseado na atenuação ultrassônica. Ele é utilizado como analisador de tamanho de partículas/gotas, projetado para trabalhar em linha (*in-line*). A medição do OPUS é a atenuação ultrassônica dependente da frequência e é convertida, por um algoritmo matemático, em uma distribuição de tamanho de

partículas/gotas. Este equipamento foi desenvolvido com base na tese de doutorado de Riebel de 1988. A Sympatec introduziu em 1990 o seu primeiro equipamento comercial (OPUS) para análise de tamanho de partícula em linha.

De acordo com Geers e Witts (2003), a utilização da atenuação ultrassônica traz uma variedade de vantagens comparada a princípios ópticos (microscopia, espalhamento e retroespalhamento do *laser*). A análise pode ser realizada em suspensões opacas com altas concentrações (tipicamente acima de 70% em volume de sólidos). Utilizando-se a atenuação ultrassônica, o volume completo na zona de medição é analisado, obtendo-se resultados mais representativos. A atenuação ultrassônica depende das propriedades acústicas do fluido em análise, no qual é determinado com uma simples medição prévia, com boa precisão. Apesar disto o produto deve ser bem conhecido e considerado sua uniformidade antes da análise do tamanho de partícula a ser executada.

A Figura 4.13 mostra o sistema Sympatec OPUS. O equipamento é projetado como uma sonda para ser inserida no interior de grandes tubos. A sonda pode ser adaptada para vários tipos de tubulações de processos ou tanques utilizando um flange DN 100. O OPUS é capaz de realizar análises de tamanho de partículas em tempo real em diversas condições ambientais dos processos (Temperatura de 0 a 120 °C, Pressão de 0 a 40 bar, pH variando de 1 a 14).



**Figura 4.13 – Apresentação do equipamento OPUS**  
Fonte: Geer e Witts (2003)

O Sympatec OPUS é um espectrômetro<sup>4</sup> gerador de pulsos sonoros que atravessam uma amostra do sistema, sendo então, medidos por um receptor. A passagem através da amostra faz com que a energia sonora altere em intensidade e fase. O instrumento acústico mede as

---

<sup>4</sup> **Espectrômetro** é um instrumento acústico utilizado para emitir o ultrassom em uma determinada faixa de espectro de frequências ultrassônicas.

perdas de energia sonora (atenuação) e a velocidade do som. A atenuação do som é devida à interação entre as partículas e o líquido na amostra. O equipamento opera com ultrassom na faixa de frequência de 0,5 a 100 MHz e contemplando tamanhos entre 0,01 a 3000  $\mu\text{m}$ .

Um transmissor ultrassônico ajusta a intensidade de som ( $I_0$ ) num volume de medição definido. Neste encontra-se a suspensão ou emulsão a ser analisada. Enquanto passa pelo volume, a intensidade das ondas ultrassônicas é atenuada por partículas e pelo fluido em suspensão. Após a distância  $\Delta l$ , o ultrassom alcança o receptor ultrassônico, no qual detecta sua intensidade final ( $I$ ). A intensidade  $I_0$  e  $I$  são usadas para calcular a atenuação.

#### 4.4.1 Parâmetros

De acordo com a Sympatec, o OPUS quando faz medição com as fases líquidas ( interna e externa), o seu software utiliza uma distinção de cálculo diferente em relação com fase interna sólida e externa líquida. As gotas das emulsões são tratadas como esferas. Sabe-se também que o contraste das densidades entre as duas fases é menor quando comparado ao contraste de densidade das partículas sólidas.

O Quadro 4-1 resume os modos de trabalho do equipamento, onde há tratamento diferente para emulsões e suspensões de partículas.

**Quadro 4-1 – Situações de trabalho do equipamento OPUS**

<b>Emulsões</b>	<b>Suspensões de partículas</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Esferas perfeitas (concentração baixa e média)</li> <li>• Pequenos contrastes de densidades</li> <li>• Alta influência da absorção dentro da partícula</li> <li>• Cálculo teórico baseado em:               <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Velocidades do som (fase interna e externa)</li> <li>○ Coeficientes de absorção (fase interna e externa)</li> <li>○ Densidades do líquido (fase interna e externa)</li> <li>○ Teoria similar a de Mie para espalhamento de luz</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Altos contrastes de densidades</li> <li>• Absorção reduzida da partícula</li> <li>• Cálculo teórico baseado em:               <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Velocidade do som</li> <li>○ Número de Poisson</li> <li>○ Número elástico</li> <li>○ Densidade da partícula</li> <li>○ Teoria ECAH</li> <li>○ Forte influência da forma da partícula</li> </ul> </li> </ul>

#### 4.4.2 Referência e medição normal

O resultado primário da medição do OPUS é a atenuação dependente do espectro de frequência, no qual a atenuação é registrada em função do espectro de frequência, uma única vez durante a medição de referência e mais tarde com as medições normais. O termo medição de referência, neste caso, significa o registro das características do sistema usando-se um líquido (fase contínua) livre de partículas ou de gotas ou fluido de emulsão. O espectro de atenuação correspondente da dispersão a ser analisado, é registrado durante a medição normal. A forma típica de um espectro de atenuação das medições é mostrada na Figura 4.14.

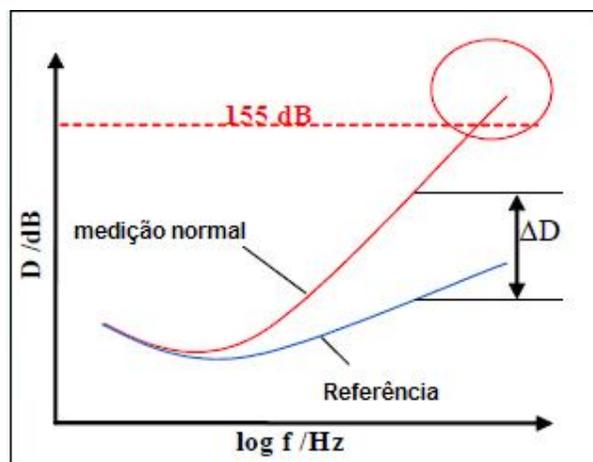
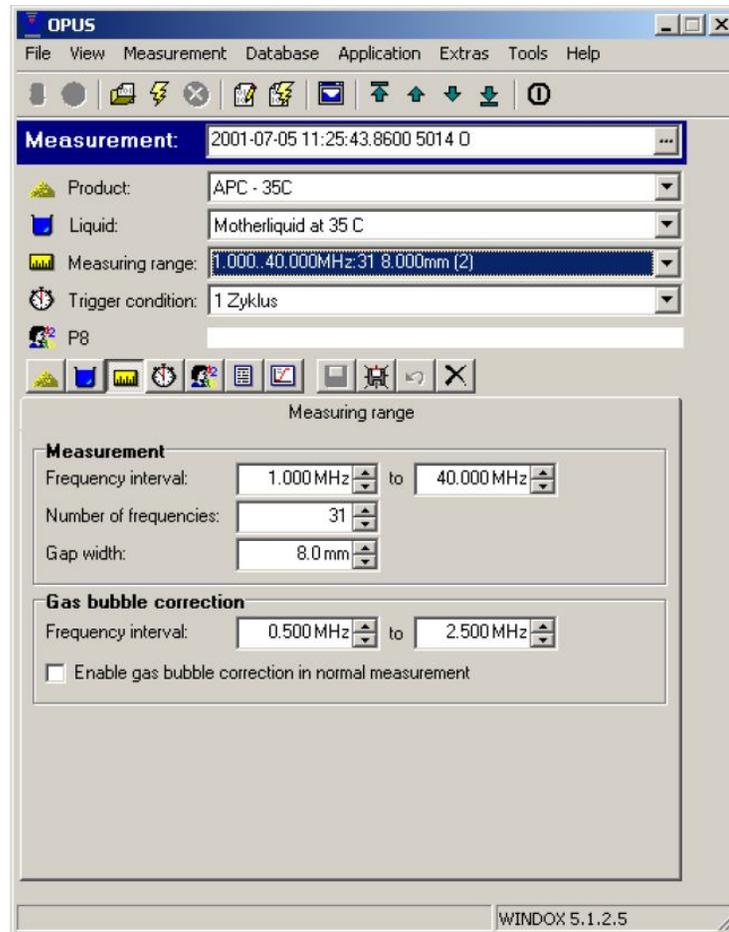


Figura 4.14 – Definição de Referência e medição normal

A diferença  $\Delta D$  entre sinal normal e o sinal da atenuação de referência é equivalente para atenuação de partículas nas suspensões ou gotas nas emulsões, respectivamente. Por esta razão, a diferença  $\Delta D$  é chamada de sinal efetivo.

Para se trabalhar com atenuação ultrassônica, é necessário estudar diversos parâmetros como densidade do fluido, viscosidade, velocidade do som e coeficiente de absorção de ambas as fases líquidas. Isto pode ser obtido através do software (Figura 4.15), que traz instruções para estes procedimentos. Primeiro, o canal de medição do equipamento é preenchido com um líquido que deseja trabalhar. E são realizadas as medições e cálculos para encontrar os valores de velocidade do som e coeficiente de absorção. Terminada esta etapa, esvazia-se o canal e efetua-se uma pequena limpeza para evitar contaminação com o próximo fluido. Em seguida, o canal é preenchido com o fluido que seria a fase dispersa, e novamente são realizadas novas medições e cálculos. Desta forma, cria-se um banco de dados dos fluidos

com seus parâmetros necessários (descritos por Riebel e Löffler (1989) e por Jordan *et al.* (2007)) para medições ultrassônicas.



**Figura 4.15 – Interface do OPUS**

Após esta etapa, é necessário realizar um *background* de referência. O fluido da fase matriz deverá ser livre da fase dispersa, e este procedimento pode ser realizado com o fluido estacionado ou em escoamento. Após o procedimento de *background*, o equipamento estará pronto para medições. É recomendado realizar o *background* periodicamente, em virtude das mudanças das propriedades dos fluidos com o tempo. Por exemplo, o petróleo sofre envelhecimento após longo período de armazenamento devido a reações químicas e a presença de microorganismos. Os parâmetros acústicos possuem grande sensibilidade a estas alterações.

O OPUS permite trabalhar com diversas faixas de frequências ultrassônicas, variando-se de 0,5 a 100 MHz. É possível ajustar esta faixa de frequência, trabalhando-se com no

máximo, 31 canais de frequência por faixa escolhida. Por exemplo, se for escolhido a faixa, 0,5 a 50 MHz, com 31 canais, o equipamento trabalha com interpolação de valores, ou seja, no caso de 31 canais, o incremento é de 1,65 MHz. O equipamento começa do maior valor e vai decrescendo. Neste caso, seria 50; 48,350; 46,700;...; 3,800; 2,150 e 0,500 MHz. Além disso, o software permite trabalhar com faixa de tamanho de gota desejada, evitando assim, desvios causados por partículas estranhas, mas a principal desvantagem é a impossibilidade de recuperar faixa total, pois o software executa cálculos estatísticos somente para a faixa escolhida, excluindo os restantes. Nos outros equipamentos, é possível recuperar a faixa total, mesmo após os cortes. Outra configuração do sistema interessante é a “Correção de Bolhas”. As bolhas interferem também no ultrassom, variando a velocidade e a atenuação e distorcendo os valores. Com esta opção habilitada, o software após a medição normal, executa o teste de sinal, comparando os sinais com o sinal *background* do ar e realizando as compensações necessárias (Figura 4.16).

E ainda existe o ajuste do *GAP* (abertura) do canal, para auxiliar na atenuação da amplitude do ultrassom. Quando a matriz é um fluido muito viscoso e opaco, o *GAP* teórico deverá ser o menor possível e vice-versa. Para esta pesquisa, as influências da frequência e do *GAP* serão investigadas.

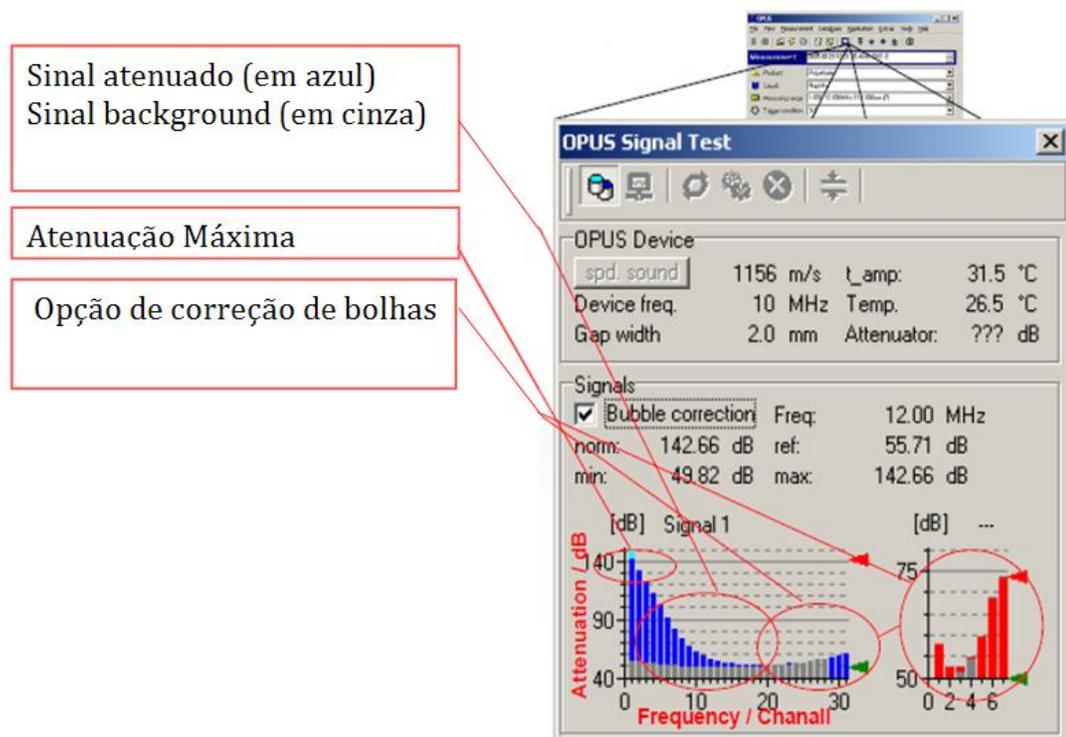


Figura 4.16 – Interface do Teste de Sinal OPUS

Para cada frequência, são calculadas a atenuação e a velocidade do som e os mesmos comparados ao *background* de referência. Após estas medições, o software calcula a combinação destes valores e gera os resultados medidos. O OPUS mede as distribuições, ele não adapta estas para um tipo específico. Ele mede o volume de partículas escoando na sua sonda em um período de tempo fixo. Este equipamento gera duas curvas diferentes. A primeira (curva primária) corresponde à distribuição cumulativa expressa em percentil do volume total e a segunda curva (derivada da curva primária) é a função densidade que caracteriza a distribuição de tamanho de partículas/gotas do volume passando através da zona de medição.

Os resultados são apresentados em tabela, em um gráfico de distribuição do tamanho de gotas e em um gráfico de tendência destes valores ao longo do tempo (Figura 4.17, Figura 4.18 e Figura 4.19).

OPUS 0.500..50.000MHz:31 2.000mm on 2009-04-22 at 08:59:39: Óleo tipo 1 17-03-2009 0,01..500µm (31) 155dB/4 stabil.5							
x10= 15,92 µm	x50= 33,52 µm	x90= 57,83 µm		VMD= 34,91 µm	Cvol=28,85 %		
x16= 19,35 µm	x84= 51,25 µm	x99= 67,69 µm		SV= 0,25 m <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup>	temp.= 14,00 °C		
cumulative distribution							
x0/µm	Q3/%	x0/µm	Q3/%	x0/µm	Q3/%	x0/µm	Q3/%
0,01	0,00	0,21	0,00	3,84	0,92	68,78	100,00
0,02	0,00	0,31	0,01	5,51	1,78	98,66	100,00
0,02	0,00	0,44	0,01	7,90	3,28	141,50	100,00
0,04	0,00	0,63	0,03	11,33	5,70	202,95	100,00
0,05	0,00	0,91	0,05	16,25	10,32	291,09	100,00
0,07	0,00	1,30	0,11	23,31	23,29	417,50	100,00
0,10	0,00	1,87	0,23	33,44	49,82	598,81	100,00
0,15	0,00	2,68	0,46	47,96	80,99		
OPUS 0.500..10.000MHz:31 10.000mm on 2009-04-22 at 09:05:16: Óleo tipo 1 17-03-2009 bak 0,01..500µm (31) 155dB/4 stabil.5							
x10= 15,99 µm	x50= 51,83 µm	x90= 88,50 µm		VMD= 51,83 µm	Cvol= 38,89 %		
x16= 21,88 µm	x84= 82,40 µm	x99= 97,64 µm		SV=0,19 m <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup>	temp. = 14,00 °C		
cumulative distribution							
x0/µm	Q3/%	x0/µm	Q3/%	x0/µm	Q3/%	x0/µm	Q3/%
0,01	0,00	0,21	0,00	3,84	0,66	68,78	70,60
0,02	0,00	0,31	0,00	5,51	1,45	98,66	100,00
0,02	0,00	0,44	0,00	7,90	2,96	141,50	100,00
0,04	0,00	0,63	0,00	11,33	5,67	202,95	100,00
0,05	0,00	0,91	0,01	16,25	10,25	291,09	100,00
0,07	0,00	1,30	0,03	23,31	17,47	417,50	100,00
0,10	0,00	1,87	0,10	33,44	28,44	598,81	100,00
0,15	0,00	2,68	0,28	47,96	45,30		

**Figura 4.17 – Resultados em tabela do equipamento OPUS**

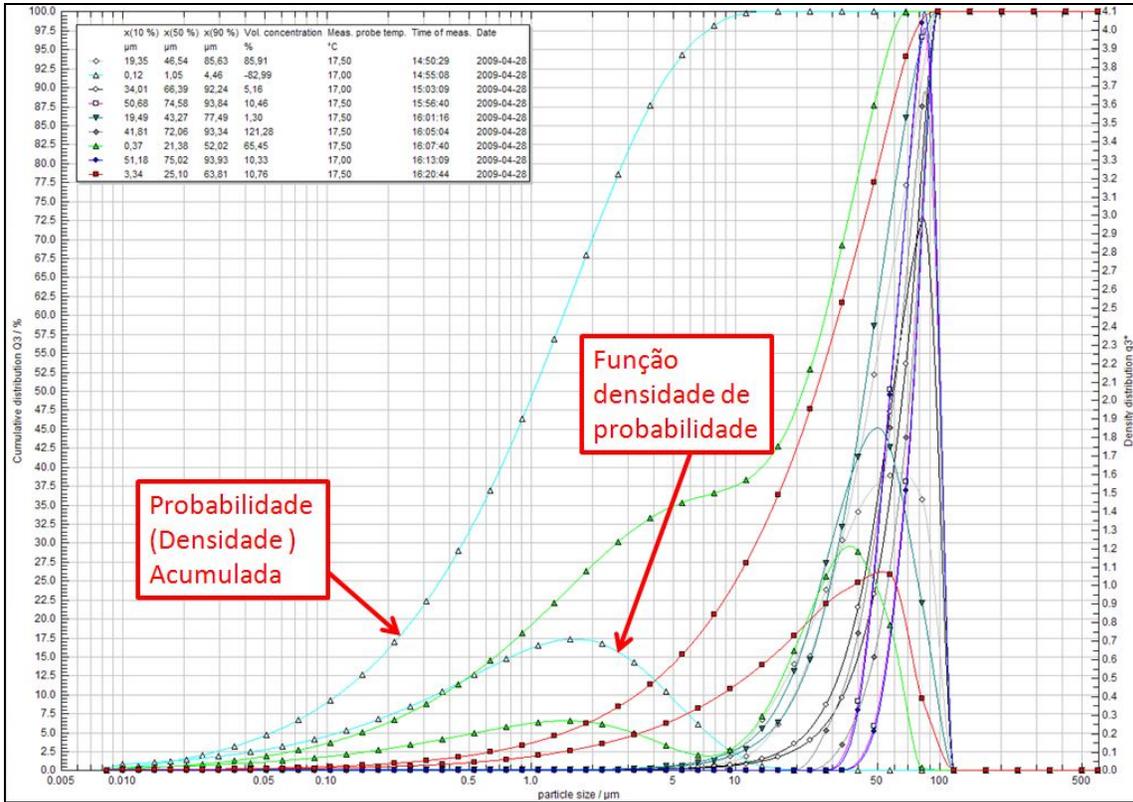


Figura 4.18 – Distribuição do tamanho de gotas e frequência acumulada no OPUS

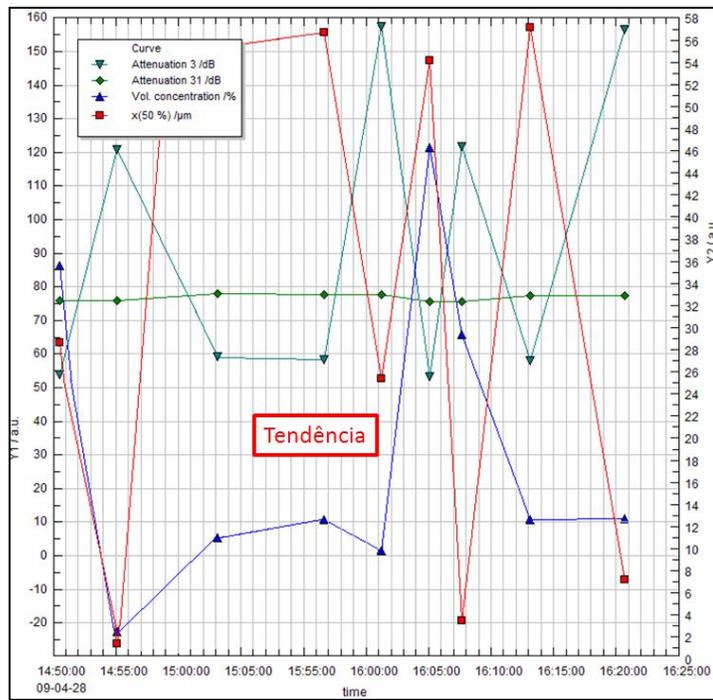


Figura 4.19 – Gráfico de tendência dos parâmetros obtidos no OPUS

## **Capítulo 5**

### **RESULTADOS**

#### **5.1 INTRODUÇÃO**

Neste capítulo, foram realizadas as análises estatísticas dos resultados encontrados que estão apresentados no Anexo A. Procurou-se cumprir os objetivos deste capítulo de analisar o comportamento de medição dos três equipamentos e também a influência dos parâmetros de ajustes dos mesmos nos resultados de medição.

Foi constatado que nenhum dos casos apresenta distribuição normal, mediante a esta propriedade faz-se necessário à utilização de teste não-paramétrico para testar a diferença entre os índices foi utilizado a mediana ao invés da média. Assim, o teste utilizado foi o da mediana de Mood, que testa se há diferença significativa entre as medianas comparando com a mediana geral; detalhes desta ferramenta se encontram no apêndice B. O valor de significância adotado foi o de 5 %.

## 5.2 ANÁLISE DOS RESULTADOS DOS EQUIPAMENTOS

### 5.2.1 Ensaio 10 fev 2009 C30% A/O (período matutino)

Os resultados da emulsão A/O com concentração mássica de 30% de estão representados no Gráfico 5.1 para os três equipamentos. Os ajustes do OPUS foram configurados em 0,5-20 MHz com GAP de 6 mm. A influência dos parâmetros do OPUS serão analisados nos itens 5.3 e 5.4.

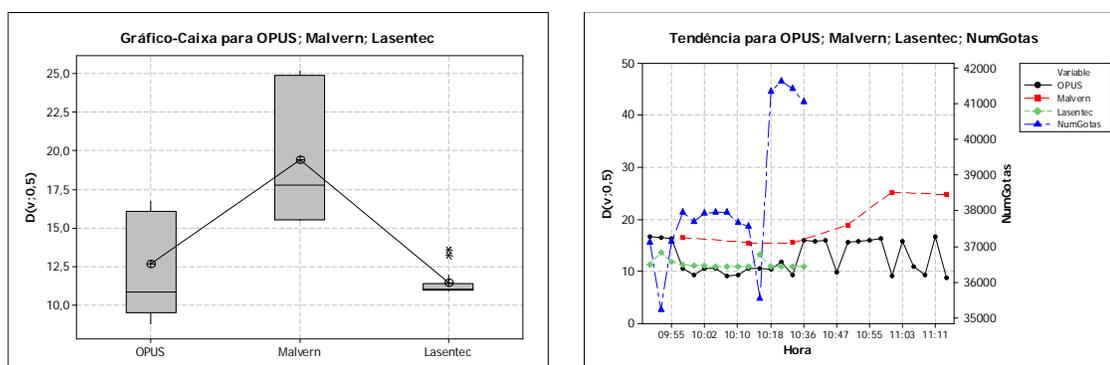


Gráfico 5.1 – a) Gráfico-Caixa b) Tendência (10fev2009 C30% A/O matutino)

Tabela 5-1 – Teste de Mood para os equipamentos (10fev2009 C30% A/O matutino)

Teste da Mediana de Mood: D(v;0,5) versus Equipamento					
Qui-Quadrado = 7,79		GL = 2		P = 0,020	
ICs Individual 95,0%					
Equipamento	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	
LASENTEC	10	5	11,0	0,5	(*)
MALVERN	0	6	17,7	9,3	(-----*-----)
OPUS	15	13	10,8	6,5	(*-----)
-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----					
12,0      16,0      20,0      24,0					
Mediana Global = 11,1					

O valor P de 0,020 (Tabela 5-1) confirma rejeição da hipótese nula que as medianas são iguais e aceitação da hipótese alternativa da igualdades das medianas. É possível ver as diferenças das medianas dos três equipamentos no Gráfico 5.1.

Percebe-se que no Gráfico 5.1, os dados do Lasentec variaram-se muito pouco, apesar do número de gotas variarem substancialmente. Duas suposições podem ser citadas. A primeira, que a técnica do retroespalhamento do laser é robusta a interferências externas ao processo de

medição, possuindo maior certeza na medição que os outros equipamentos; a segunda suposição, contrária a primeira, é o problema da adesão dos produtos em medição na lente do equipamento, mascarando os resultados.

Nota-se também a presença de um *outlier* nos resultados do Lasentec. O *outlier* é um resultado estatístico cujo valor residual padronizado é maior que três vezes o desvio padrão dos resíduos.

A variância encontrada para os resultados do OPUS deve-se ao processo de variação do tamanho das gotas, já que estas estão em escoamento e sujeitas a diversos fenômenos como temperatura, cisalhamento, coalescência, velocidade de difusão, emulsificantes naturalmente presentes no petróleo.

O intervalo de confiança dos resultados do Malvern é grande neste caso, pois há uma incerteza grande. A variância encontrada foi grande, já que coleta *off-line* está sujeito a descaracterização da amostra pelo tempo e diluição.

### 5.2.2 Ensaio 10 fev 2009 C30% A/O (período vespertino 2)

Neste ensaio, com emulsão A/O de 30%, com TURRAX® ligado no primeiro nível de rotação, foram analisados os três equipamentos, restringindo os resultados somente aos parâmetros do OPUS em 0,5 - 20 MHz e GAP de 4 mm.

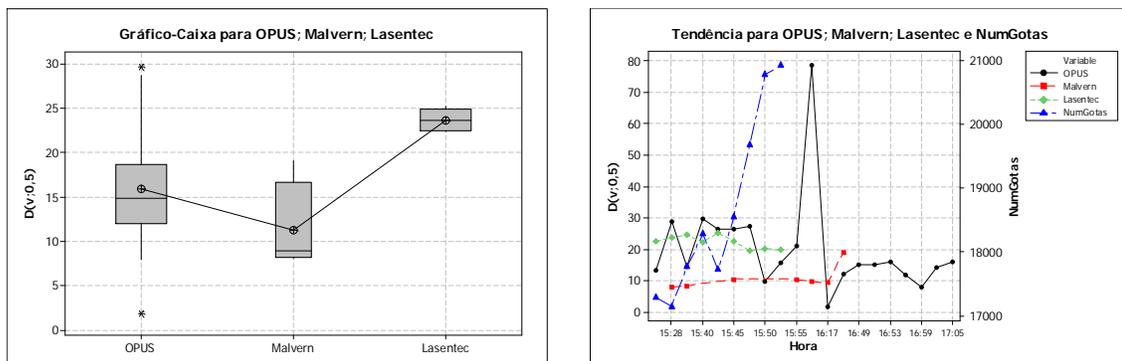
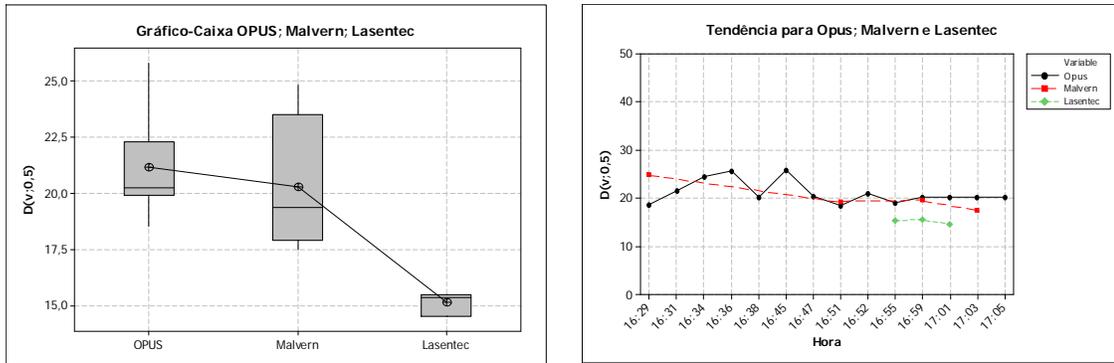


Gráfico 5.2 - a) Gráfico-Caixa b) Tendência (10fev2009 C30% A/O vespertino 2)





**Gráfico 5.3 - a) Gráfico-Caixa b) Tendência (11fev2009 C15% A/O vespertino)**

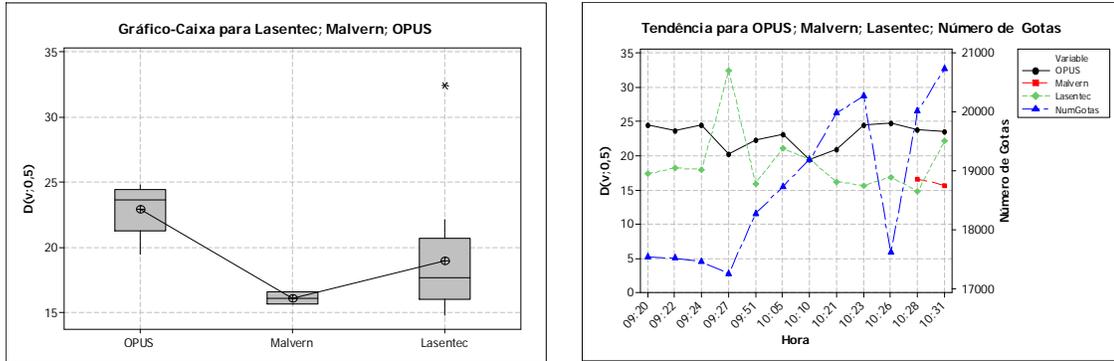
**Tabela 5-3 – Teste de Mood para os equipamentos (11fev2009 C15% A/O vespertino)**

Teste da Mediana de Mood: D(v;0,5) versus Equipamento					
Qui-Quadrado = 5,11		GL = 2	P = 0,078		
ICs Individual 95,0%					
Equipamento	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	
LASENTEC	3	0	15,4	1,0	(-*)
MALVERN	3	1	19,4	5,6	(-----*-----)
OPUS	5	9	20,3	2,4	(*----)
					-----+-----+-----+-----+-----
					15,0      18,0      21,0      24,0
Mediana Global = 20,2					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

É visto que o OPUS (com o ajuste de 0,5 – 20 MHz e GAP de 4 mm) apresenta concordância com o Malvern já que os intervalos de confiança se cruzam, apresentado boa concordância.

### 5.2.4 Ensaio 12fev2009 C15% A/O (período matutino)

A mesma emulsão A/O de 15% no caso anterior, com a diferença do uso do TURRAX® para quebra de gotas. Comparativo limitado aos ajustes do OPUS em 0,5 – 20 MHz e GAP em 4 mm. O Gráfico 5.4 mostra a diferenças entre as medianas.



**Gráfico 5.4 – a) Gráfico-Caixa b) Tendência (12fev2009 C15% A/O matutino)**

De acordo com o valor P de 0,006, as medianas são diferentes para os três equipamentos (Tabela 5-4).

**Tabela 5-4 – Teste de Mood para os equipamentos (12fev2009 C15% A/O matutino)**

Teste da Mediana de Mood: D(v;0,5) versus Equipamento				
Qui-Quadrado = 10,33		GL = 2	P = 0,006	
		ICs Individual 95,0%		
Equipamento	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1
LASENTEC	9	3	17,69	4,68
MALVERN	2	0	16,16	0,98
OPUS	2	10	23,66	3,18
-----+-----+-----+-----+-----				
(-----*-----)				
(-*-)				
(-----*--)				
-----+-----+-----+-----+-----				
17,5      20,0      22,5				
Mediana global = 20,66				
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%				

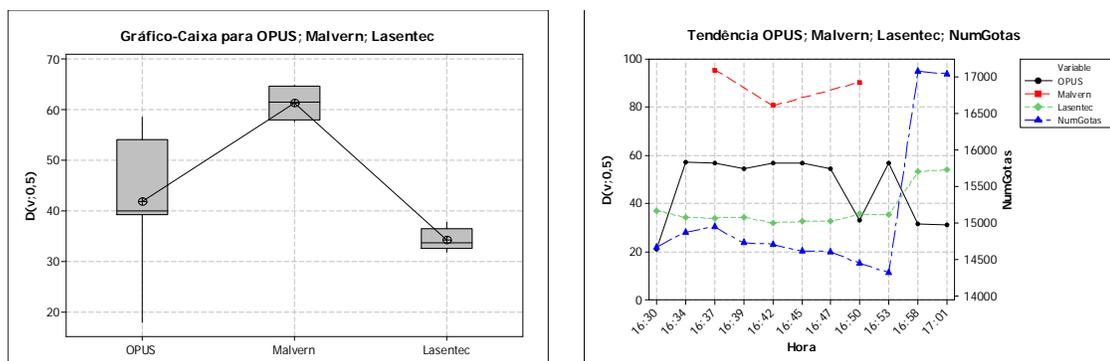
Dentro do intervalo de confiança, a proximidade das medianas ocorre para o Malvern e Lasentec, porém deve-se tomar o cuidado com a baixa amostragem do Malvern (somente duas amostras). Também se percebe a presença do *outlier* para resultados do Lasentec, como visto no Gráfico 5.4, o teste da mediana não é afetado, pois o teste é robusto para estes tipos de caso. O OPUS apresentou uma mediana maior.

Percebe-se que novamente o uso do ultratriturador, o comportamento das respostas dos equipamentos modificam-se. Não há razão para aumento ligeiro das respostas do OPUS, já que teoricamente as gotas são menores. Apesar disto, a comparação traz somente desvios de pequenas magnitudes.



## 5.2.6 Ensaio 30abr2009 C21% A/O (período vespertino)

A emulsão A/O com concentração de 21% em massa foi comparada nos três equipamentos com os ajustes do OPUS com frequências 0,5 – 20 MHz e GAP 10 mm. O Gráfico 5.6 mostra nitidamente a diferença das medianas.



**Gráfico 5.6 –a) Gráfico-Caixa b) Tendência (30abr2009 C21% A/O vespertino)**

A amostragem do Malvern foi baixa neste ensaio, cuja análise deve-se mais cuidadosa (Tabela 5-6). A grande incerteza do OPUS encontrada neste ensaio deve-se a variância causada pela grande abertura do GAP.

**Tabela 5-6 – Teste de Mood para os equipamentos (30abr2009 C21% A/O vespertino)**

Teste da Mediana de Mood: D(v; 0,5) versus Equipamento					
Qui-Quadrado = 14,00		GL = 2		P = 0,001	
ICs 95,0% Individual					
Equipamento	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	
LASENTEC	8	0	33,9	3,9	(- * - -)
MALVERN	0	4	61,6	6,8	(- - - * - -)
OPUS	2	6	40,1	14,9	(- * - - - - - -)
-----+-----+-----+-----					
40                      50                      60					
Mediana global = 39,3					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

## 5.2.7 Discussão

De modo geral, as medianas dos três equipamentos não coincidem. Isto pode ser explicado por vários fatores como diferenças nos princípios físicos de medição, diferenças nos algoritmos de inversão e deconvolução dos dados (Jillavenkatesa *et al.*, 2001). Uma

comparação direta e justa pode ser feita através de microscopia ótica. Desta forma fica evidente qual método apresenta maior aproximação com o tamanho real.

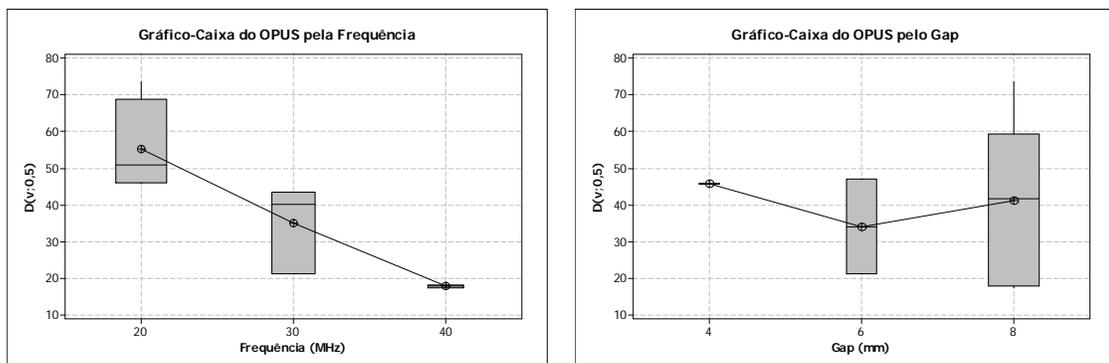
### 5.3 COMPORTAMENTO DOS PARÂMETROS DO OPUS

Preocupou-se em analisar os parâmetros do OPUS, fixando alguns parâmetros para melhor coerência da análise. O teste da Mediana de Mood foi utilizado para verificação da variação da resposta com a mudança dos níveis dos fatores testados, já que os dados são não-normais.

Os gráficos foram representados através de Gráficos-Caixas (*Boxplots*), onde a largura é proporcional a quantidade de repetições do mesmo nível do fator.

#### 5.3.1 Ensaio 05mai2009 C10% A/O (período matutino)

Neste ensaio, a emulsão A/O gerada com concentração 10% foi analisada no OPUS, variando a frequência e o *GAP*. Os resultados mostram que a variação decrescente da mediana com o aumento da frequência e pouca alteração na mediana do *GAP* (Gráfico 5.7).



**Gráfico 5.7 - Gráfico-Caixa para Frequência e GAP (05mai2009 C10% A/O matutino)**

A mesma análise pode ser vista na Tabela 5-7. O valor P da frequência de 0,011 confirma a desigualdade das medianas. Enquanto para o *GAP*, o valor P de 0,673 (Tabela 5-7). Os ICs

do *GAP* se cruzam, mostrando que as medianas podem ser iguais. A correção de bolhas foi mantida acionada em todo o ensaio.

**Tabela 5-7 – Teste de Mood para frequência do OPUS (05mai2009 C10% A/O matutino)**

Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Frequência					
Qui-Quadrado = 9,00		GL = 2		P = 0,011	
ICS 95,0% Individual					
Frequência	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	-----+-----+-----+-----
20	0	4	50,8	22,9	(--*-----)
30	3	0	40,1	22,3	(-----*-)
40	2	0	17,7	0,7	*
-----+-----+-----+-----					
32                      48                      64					
Mediana Global = 43,5					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

**Tabela 5-8 – Teste de Mood para GAP do OPUS (05mai2009 C10% A/O matutino)**

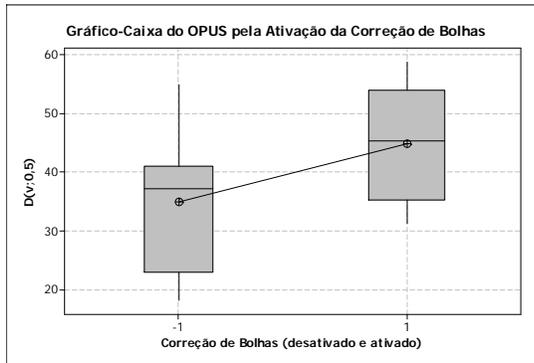
Teste da Mediana de Mood: OPUS versus GAP					
Qui-Quadrado = 0,18		GL = 1		P = 0,673	
ICS 95,0% Individual					
GAP	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	-----+-----+-----+-----
4	0	1	45,7	Não Usado	
6	1	1	34,1	25,7	(-----*-----)
8	4	2	41,8	41,5	(-----*-----)
-----+-----+-----+-----					
30                      45                      60					
Mediana global = 43,5					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

Percebe-se que o comportamento acústico do ultrassom é alterado quando se escolhe uma frequência mais alta. Não se sabe se é devido à percepção das gotas pequenas ou partículas coloidais no caso de frequências mais altas ou se ocorre fenômenos desconhecidos ligado às propriedades acústicas dos materiais. No caso do *GAP*, a análise é inconclusiva, pois a amostragem dos níveis inferiores é muito baixa.

### 5.3.2 Ensaio 30abr2009 C21% A/O (período vespertino)

De acordo com o Gráfico 5.8, o aumento da frequência também mostrou o comportamento de decréscimo da mediana do  $D(v;0,5)$ ; o *GAP* apresentou oscilações com os níveis escolhidos e a correção de bolha quando ativada, apresentou uma resposta ligeiramente maior do que a correção desativa (Gráfico 5.9). O aumento do *GAP* poderia aumentar a representatividade da amostra, porém deve-se tomar a precaução com a atenuação do ultrassom não exceder 155 dB, ou seja, extinção total do sinal transmitido.





**Gráfico 5.9 – Correção de Bolhas (30abr2009 C21% A/O vespertino)**

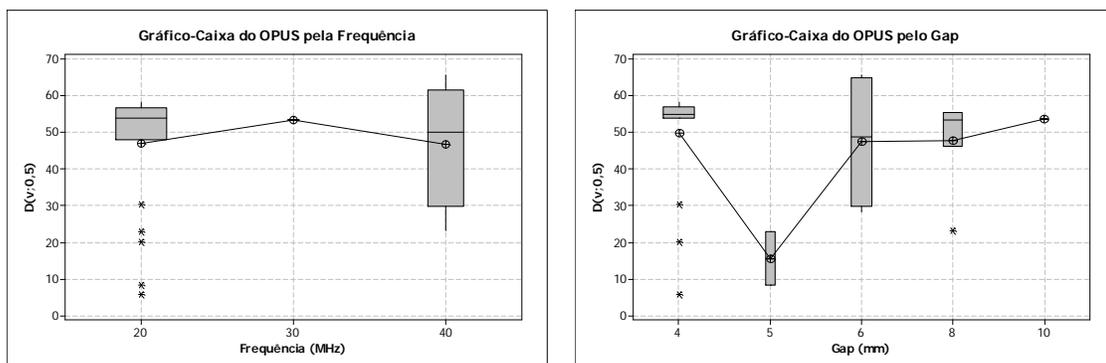
**Tabela 5-11 – Teste de Mood para Correção de Bolhas(30abr2009C21%A/O vespertino)**

Teste da Mediana de Mood para Correção de Bolhas do OPUS					
Qui-Quadrado = 0,90		GL = 1		P = 0,343	
ICs 95,0% Individual					
BC	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	ICs 95,0% Individual
-1	5	3	37,1	18,1	(-----*-----)
1	4	6	45,2	18,7	(-----*-----)
-----+-----+-----+-----+-----					
30                      40                      50					
Mediana global = 40,4					
Um IC 95,0% para mediana (-1) - mediana (+1): (-31,5; 4,8)					

Estatisticamente, a correção de bolha não afeta o resultado, pois o valor P de 0,343, menor que 0,05 (Tabela 5-11). Apesar das medianas serem distintas, os ICs se cruzam.

### 5.3.3 Ensaio 27mar2009 C35% A/O (período vespertino)

No Gráfico 5.10, é observado que neste ensaio há pontos *outliers* no menor nível da frequência e também do GAP. Para GAP 8 mm há outro ponto *outlier*.



**Gráfico 5.10 - Gráfico-Caixa da Frequência e GAP (27mar2009 C35% A/O vespertino)**

Na análise estatística, o *outlier* geralmente é removido, a não ser que contribua para informações desconhecidas no ensaio, porém, com o uso do teste da mediana de Mood não é necessário a remoção. O teste de Mood da frequência (Tabela 5-12) mostrou que para o valor P de 0,597, bem maior que 0,05, tem a aceitação da hipótese nula que as medianas são iguais. A amostragem do nível 30 possui valor único, sendo impossível obter a mediana.

**Tabela 5-12 – Teste de Mood da frequência do OPUS (27mar2009 C35%A/O vespertino)**

<b>Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Frequência</b>					
Qui-Quadrado = 0,28      GL = 1      P = 0,597					
ICS 95,0% Individual					
Frequência	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	+-----+-----+-----+-----+
20	8	10	55,1	3,0	(*-)
30	1	0	53,6	Não Usado	(-----*-----)
40	6	5	53,8	33,3	+-----+-----+-----+-----+
30                      40                      50                      60					
Mediana global = 54,6					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

A análise do valor P do *GAP* (Tabela 5-13), de 0,434 mostrou que as medianas são iguais devido ao cruzamento dos ICs. Percebe-se que a incerteza envolvida no nível 6 do *GAP* é grande, permitindo o cruzamento das medianas dos outros níveis.

**Tabela 5-13 – Teste de Mood do GAP do OPUS (27mar2009 C35% A/O vespertino)**

<b>Teste da Mediana de Mood: OPUS versus GAP</b>					
Qui-Quadrado = 1,67      GL = 2      P = 0,434					
ICs 95,0% Individual					
GAP	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	+-----+-----+-----+-----+
4	6	10	55,6	3,0	(-*)
6	5	3	48,9	35,2	(-----*-----)
8	3	2	53,6	5,4	(-----*-)
10	1	0	53,8	Não Usado	+-----+-----+-----+-----+
30                      40                      50                      60					
Mediana Global = 54,6					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

A opção de correção de bolhas, tanto no Gráfico 5.11, Tabela 5-14, não apresenta diferença na mediana. O valor P de 0,690 é bem maior que 0,05, confirmando a igualdade das medianas. O IC do menor nível da correção de bolhas possui incerteza maior, pois sua amostragem é menor quando comparada com a amostragem do nível maior.













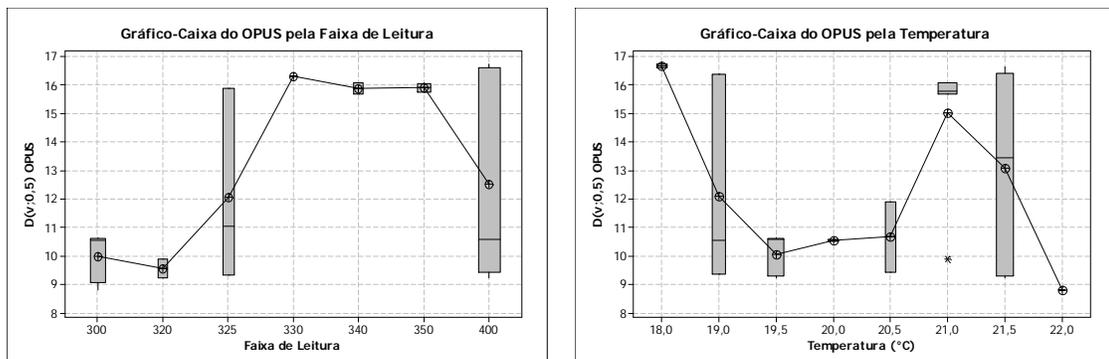
A correção de bolhas traz poucas variações nos resultados. Esta opção com certeza poderá ter grande influência na presença de bolhas de ar ou gás, normalmente presentes nos poços de produção. O equipamento compara as atenuações das frequências baixas da emulsão com o *background* do ar. Estas frequências estão expostas aos problemas de ressonância (RIEBEL; LÖFFLER, 1989).

## 5.4 INFLUÊNCIA DA FAIXA DE LEITURA E DA TEMPERATURA

Aqui serão mostrados quando se altera a Faixa de Leitura, as respostas podem variar conforme os valores escolhidos. Também será mostrada a influência da temperatura nos resultados, pois de acordo com Scott (2008), as propriedades ultrassônicas são dependentes da temperatura.

### 5.4.1 Ensaio 10fev2009 C30% A/O (período matutino)

Este ensaio, montado em circuito fechado, a emulsão A/O foi gerada com 30% de concentração. A influência da faixa de leitura é mostrada no Gráfico 5.17 (considerando os parâmetros do OPUS constantes (0,5-20 MHz e 6 mm)). Percebe-se a alta variância dos resultados nas mudanças de níveis para a faixa de leitura e temperatura. A temperatura influencia os efeitos dos mecanismos térmicos na interação do ultrassom com o meio, alterando consequentemente as respostas obtidas.



**Gráfico 5.17 - Faixa de Leitura e Temperatura (10fev2009 C30% A/O matutino)**

A mesma análise segue na Tabela 5-23, cujo teste da mediana de Mood para a Faixa de Leitura possui valor de 0,020, significando que este fator tem influência nos resultados. Os ICs apresentam medianas e ICs diferentes, já que a amostragem é diferente para todos os níveis.

**Tabela 5-23 – Teste de Mood para Faixa de Leitura (10fev2009 C30% A/O matutino)**

Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Faixa de Leitura				
Qui-Quadrado = 13,41		GL = 5	P = 0,020	
		ICS 95,0% Individual		
Faixa de Leitura	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1
300	5	0	10,55	1,54
320	2	0	9,55	0,64
325	1	2	11,04	6,56
330	0	1	16,31	Não Usada
340	0	2	15,88	0,42
350	0	4	15,90	0,30
400	6	5	10,58	7,19

Mediana global = 10,84  
 \* NOTA \* Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%

A temperatura também possui influência nos resultados (Tabela 5-24). O valor P de 0,035 rejeita a aceitação da hipótese nula que as medianas são iguais. Percebe-se que na mesma tabela que há ICs que não se cruzam.

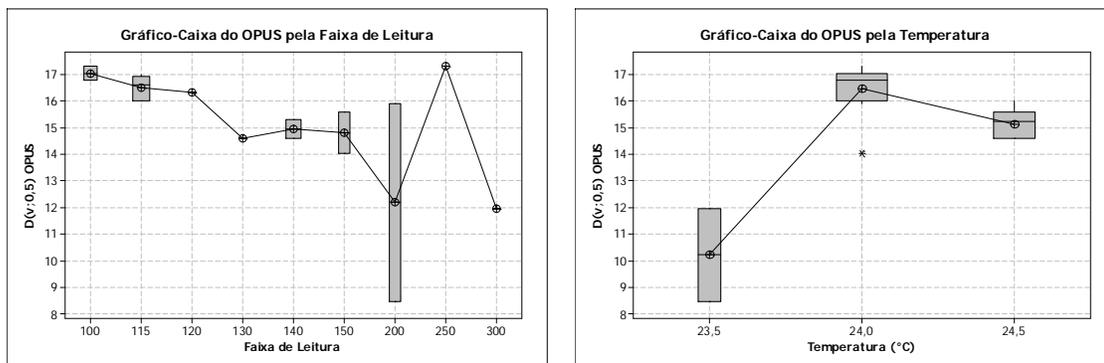
**Tabela 5-24 – Teste de Mood para Temperatura (10fev2009 C30% A/O matutino)**

Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Temperatura				
Qui-Quadrado = 13,55		GL = 6	P = 0,035	
		ICS 95,0% Individual		
Temperatura	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1
18,0	0	2	16,67	0,11
19,0	2	1	10,55	7,02
19,5	5	0	10,56	1,33
20,0	2	0	10,55	0,07
20,5	1	1	10,66	2,48
21,0	1	6	15,79	0,40
21,5	2	4	13,46	7,10
22,0	1	0	8,79	Não Usada

Mediana global = 10,84  
 \* NOTA \* Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%

### 5.4.2 Ensaio 10fev2009 C30% A/O (período vespertino 1)

O ensaio foi executado em circuito fechado, com emulsão A/O de 30% de concentração. A influência da faixa de leitura é mostrada no Gráfico 5.18. Os parâmetros do OPUS foram mantidos constantes em 0,5 – 20 MHz e 4mm.



**Gráfico 5.18 - Faixa de Leitura e Temperatura (10fev2009 C30% A/O vespertino 1)**

Percebe-se variações evidentes no Gráfico 5.18 para a faixa de leitura, cujo teste da mediana de Mood apresenta o valor P de 0,003 (Tabela 5-25), rejeitando a hipótese nula das igualdades das medianas e na mesma tabela os ICs não se cruzam em todos os níveis.

**Tabela 5-25 – Teste de Mood para Faixa de Leitura (10fev2009 C30% A/O vespertino 1)**

Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Faixa de Leitura					
Qui-Quadrado = 16,00		GL = 4	P = 0,003		
ICS 95,0% Individual					
Faixa de Leitura	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	
100	0	3	17,03	0,52	(*)
115	0	5	16,61	0,94	(-*-)
120	0	1	16,33	Não Usada	
130	1	0	14,59	Não Usada	
140	4	0	14,93	0,70	(-*)
150	2	0	14,81	1,57	(--*--)
200	2	0	12,18	7,42	(-----*-----)
250	0	1	17,30	Não Usada	
300	1	0	11,95	Não Usada	
Mediana global = 15,94					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					

É evidente a variação da resposta com a temperatura. Isto é confirmado com o valor P de 0,007, de acordo com a Tabela 5-26, também mostrando que os ICs encontram-se afastados.

**Tabela 5-26 – Teste de Mood para Temperatura (10fev2009 C30% A/O vespertino 1)**

Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Temperatura					
Qui-Quadrado = 10,03		GL = 2	P = 0,007		
ICS 95,0% Individual					
Temperatura	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	
23,5	2	0	10,21	3,48	(-----*-----)
24,0	2	9	16,77	1,04	(--*)
24,5	6	1	15,23	1,00	(--*-)
Mediana global = 15,94					
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%					



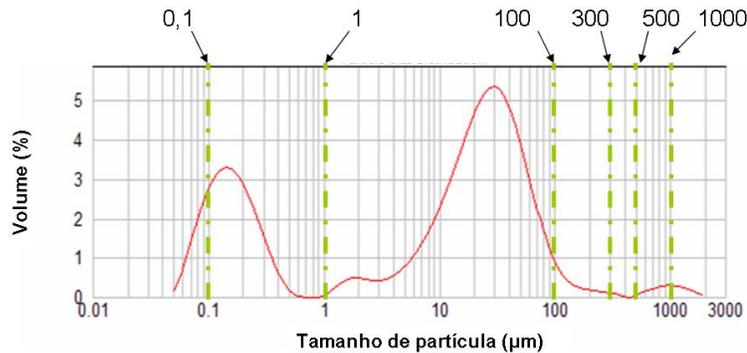
representatividade dos níveis testados, aumentando os ICs de cada nível, assim como as incertezas associadas.

**Tabela 5-28 – Teste de Mood para Temperatura (10fev2009 C30% A/O vespertino 2)**

Teste da Mediana de Mood: OPUS versus Temperatura						
Qui-Quadrado = 2,13		GL = 3		P = 0,547		
				ICs 95,0% Individual		
Temperatura	N<=	N>	Mediana	Q3-Q1	-----+-----+-----	
24,5	1	1	21,1	15,4	(-----*-----)	
25,5	1	1	22,2	15,0	(-----*-----)	
26,0	0	1	26,5	Não Usado		
26,5	3	2	14,4	6,2	(-----*--)	
27,5	0	2	15,2	0,2	*-----	
28,5	1	0	12,0	Não Usado	-----+-----+-----	
29,0	1	0	1,9	Não Usado	12,0 18,0 24,0	
Mediana global = 14,9						
* NOTA * Níveis com observações < 6 possui confiança < 95,0%						

### 5.4.4 Discussão

A explicação para variação das respostas para mudanças de faixas de leitura, de acordo com a Figura 5.1, cuja distribuição original é alterada de acordo com os intervalos das faixas, implica em um novo cálculo, trazendo respostas diferentes. Note que há um aumento no extremo maior do intervalo, a mediana das respostas tende ser maior.



**Figura 5.1 – Faixas de Leituras**

No caso de possíveis comparações entre várias técnicas de medição para emulsões, deve-se utilizar a mesma faixa de leituras para todas. Desta forma é possível comparar as distribuições obtidas e o extremo inicial recomendado da faixa é por volta de 1 µm. De acordo com os resultados dos testes a temperatura influencia os resultados obtidos, exceto para o último caso apresentado.

## 5.5 ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS MEDIÇÕES DO MALVERN

Um erro na escolha dos parâmetros implica modificações de resultados, chegando a conclusões errôneas sobre a DTG medida.

Uma característica interessante sobre os resultados obtidos pelo Malvern é a possibilidade de efetuar análises com dados pós-processados, modificando os parâmetros originalmente determinados como na Figura 5.2. Como os parâmetros *laser* emitido não se alteram durante a medição, então os sinais obtidos são em função do ângulo espalhado e da obscuração da luz. Desta forma, podem-se alterar os parâmetros como transformação de distribuições (volume, superfície, comprimento e número), modelos de cálculos, índices refrativos, forma da partícula e outros. Assim é possível alterar os dados obtidos, mantendo o dado original preservado.

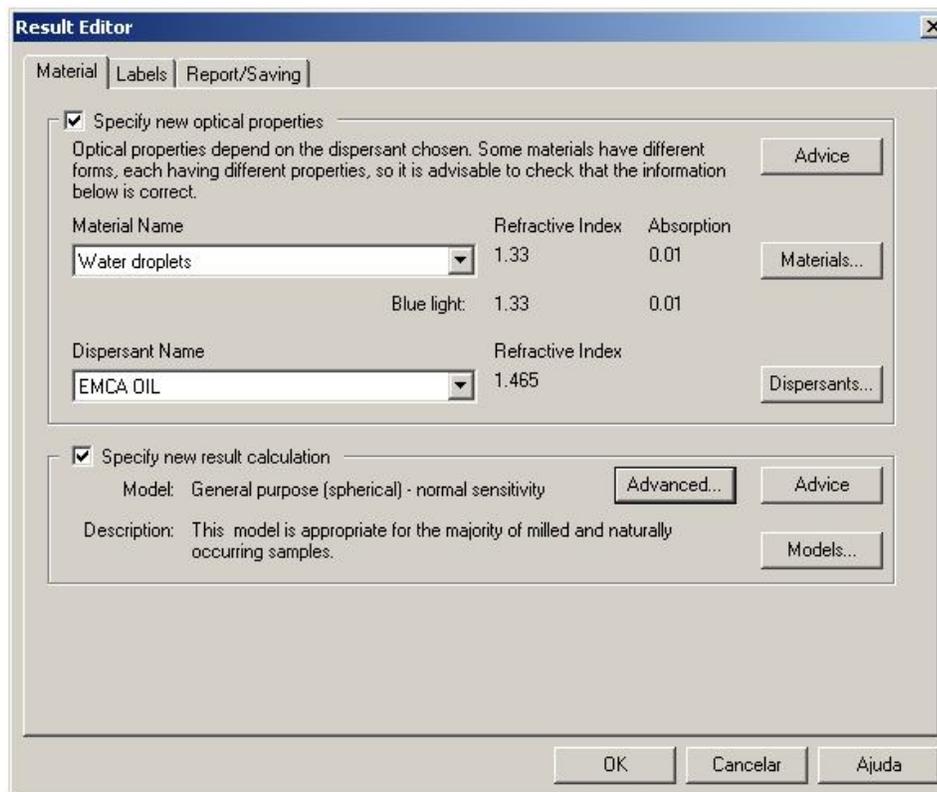


Figura 5.2 – Edição de resultados do Malvern

Vários exemplos sobre a modificação dos parâmetros são apresentados a seguir, com as respectivas influências nas respostas e distribuições obtidas. As comparações aqui apresentadas foram efetuadas com base nos parâmetros utilizados nos ensaios para emulsões A/O.

A janela para especificação de novo cálculo de resultados é exibida na Figura 5.3. Várias simulações foram efetuadas a partir desta, cujos resultados são apresentados no próximo item.

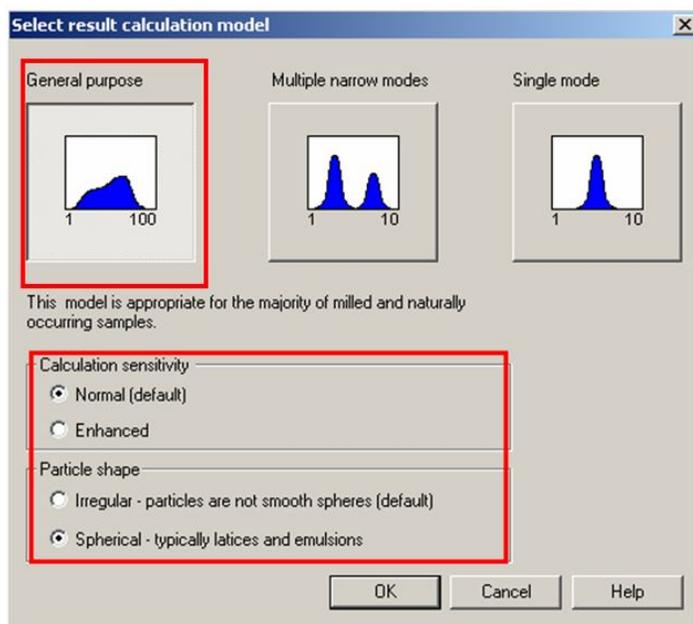
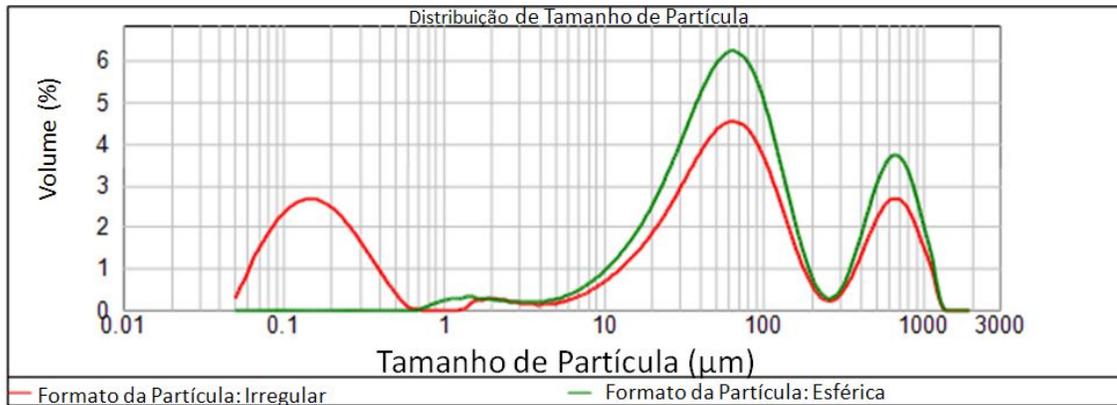


Figura 5.3 – Modelos de cálculos disponível no Malvern

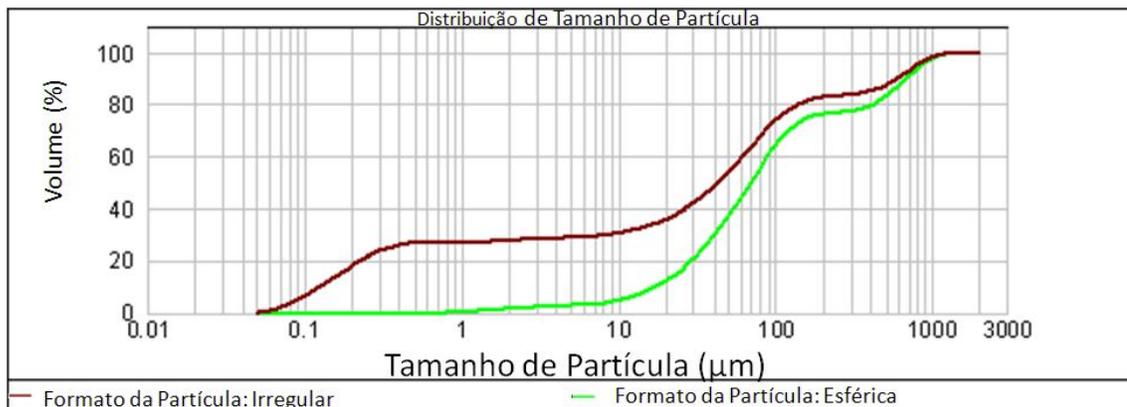
### 5.5.1 Formato da Partícula

O Gráfico 5.20 mostra a diferença no cálculo e a distribuição obtida para as escolhas do formato da partícula irregular e a esférica. Nota-se que a escolha do modelo para partícula esférica suprime a moda da região menor que 1  $\mu\text{m}$  e aumenta a concentração dos dois modos restantes. Esta supressão está relacionada ao conceito da emulsão que é definida entre 0,5 a centenas de  $\mu\text{m}$ .



**Gráfico 5.20 – DTGs obtidas para os modelos do formato da partícula**

No Gráfico 5.21, as curvas cumulativas mostram as alterações encontradas nos percentis.



**Gráfico 5.21 – Curvas Cumulativas obtidas para os modelos do formato da partícula**

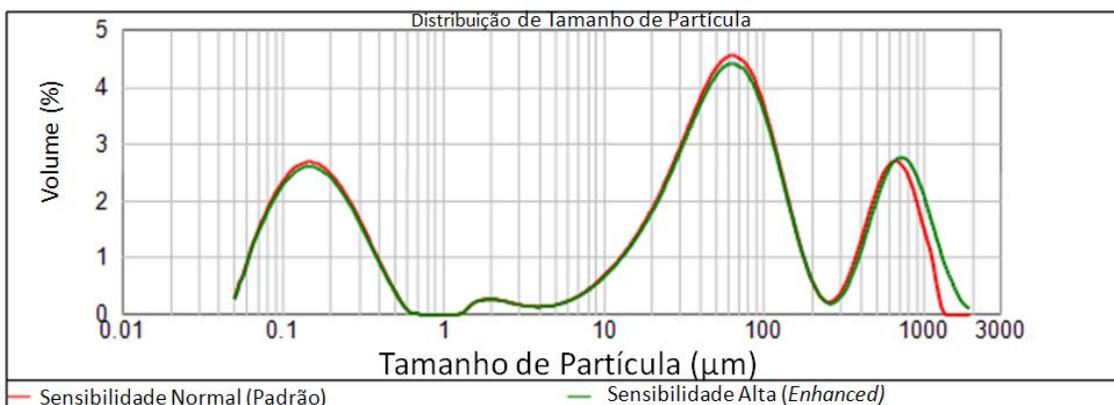
A Tabela 5-29 mostra as alterações dos resultados. Através dos percentis 10%, 50%, 90%, dá para notar que a distribuição é completamente alterada, ficando mais estreita no caso no modelo de cálculo para formato esférico.

**Tabela 5-29 – Comparações dos resultados para modelos do Formato da Partícula**

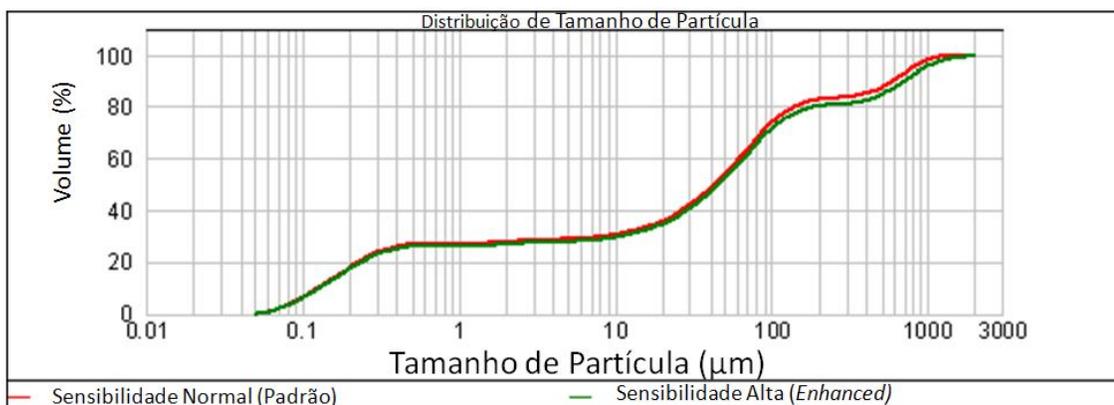
Forma	Conc. %vol	D[3,2]	D[4,3]	Unif.	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Span
Irregular	0,0406	0,489	144,485	3,12	0,125	42,768	579,419	13,545
Esférica	0,0647	27,212	197,813	2,36	17,161	68,827	676,436	9,579

## 5.5.2 Sensibilidade

A variação da sensibilidade do equipamento nos resultados é mostrada no Gráfico 5.22, no Gráfico 5.23 e na Tabela 5-30. Neste caso, o aumento da sensibilidade causou um aumento na largura na última moda da distribuição e também um ligeiro aumento nos percentis.



**Gráfico 5.22 – DTGs obtidas para os tipos de sensibilidade**



**Gráfico 5.23 – Curvas cumulativas obtidas para os tipos de sensibilidade**

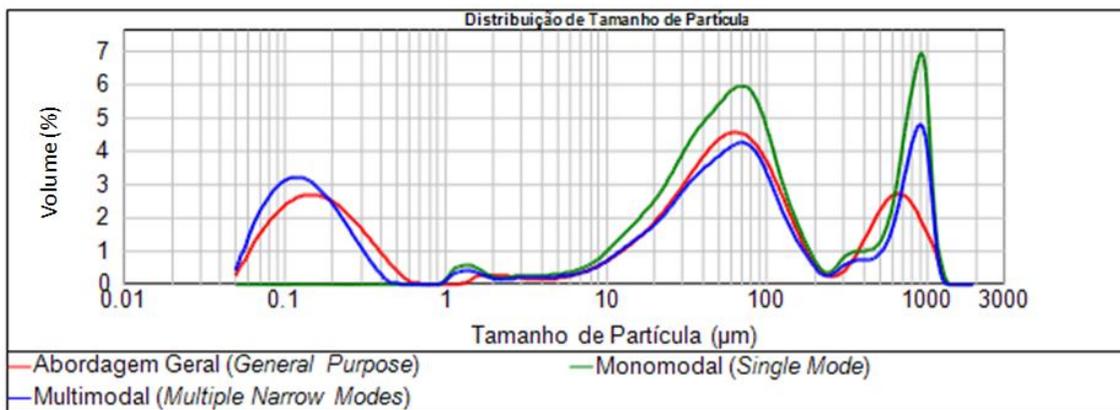
Os ajustes padrão do software foram fixadas e foi alterado somente a sensibilidade do equipamento.

**Tabela 5-30 – Influência da sensibilidade, considerando os ajustes fixos**

Sensibilidade	Conc. % vol	D[3,2]	D[4,3]	Unif.	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Span
Normal (padrão)	0,0406	0,489	144,485	3,12	0,125	42,768	579,419	13,545
Enhanced (alta)	0,0419	0,504	179,650	3,70	0,127	45,369	697,197	15,364

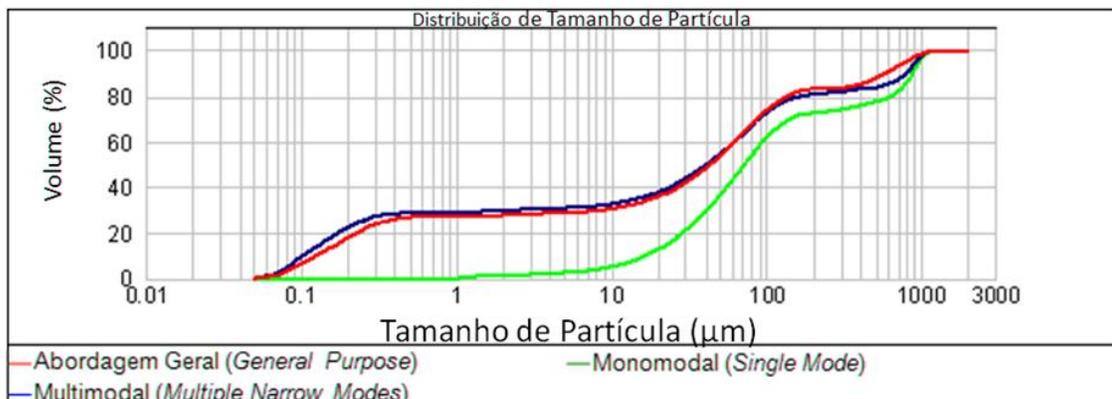
### 5.5.3 Modelo de Cálculo

Percebe-se no Gráfico 5.24, os três modelos de cálculo apresentam respostas e características distintas. Em relação à abordagem geral, o modelo monomodal suprime a moda da região de partículas menores que 1  $\mu\text{m}$  e aumenta a concentração das duas modas restantes. O modelo de cálculo multimodal possui um deslocamento da moda da região de menores partículas para esquerda, aumentando consideravelmente a concentração; a moda central possui pequeno decréscimo na concentração, incrementando o pico em alguns décimos de microns. E seu último modo também desloca para a direita, aumentando em centésimos de microns e também a concentração de partículas.



**Gráfico 5.24 – DTGs obtidas para os modelos de cálculo das modas**

O Gráfico 5.25 mostra as mudanças ocorridas nas curvas cumulativas para cada tipo de modelo de cálculo das modas



**Gráfico 5.25 – Curvas cumulativas obtidas para os modelos de cálculo das modas**

A largura da distribuição pode ser vista na Tabela 5-31, com alterações significativas nos percentis. O *Span* resume a largura da distribuição em um número, cujos valores para cada modelo de cálculo estão representados na mesma tabela.

**Tabela 5-31 – Influência dos modelos de cálculos, considerando os ajustes fixos**

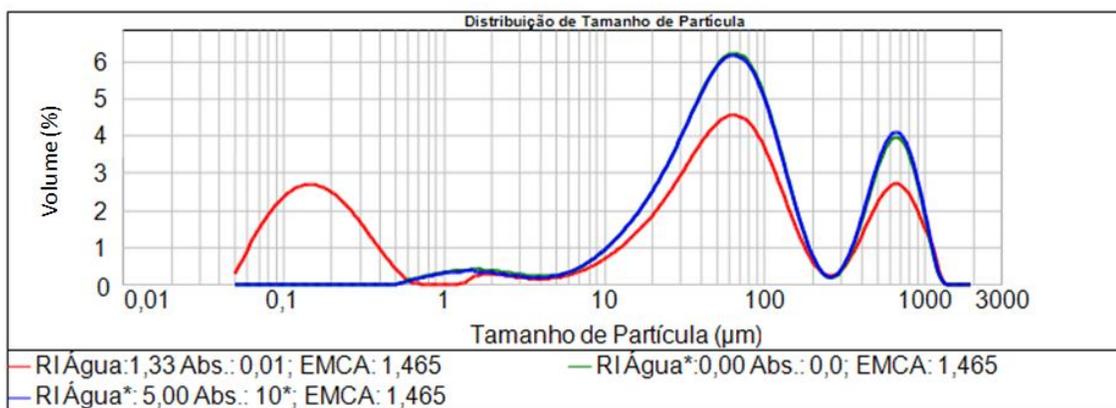
Modelo de Cálculo	Conc. %vol	D[3,2]	D[4,3]	Unif.	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Span
Abordagem Geral	0,0406	0,489	144,485	3,12	0,125	42,768	579,419	13,545
Multimodal	0,0490	0,404	176,242	4,10	0,104	40,715	787,759	19,346
Monomodal	0,0626	26,877	247,702	2,96	16,432	71,812	872,252	11,917

## 5.5.4 Índices Refrativos

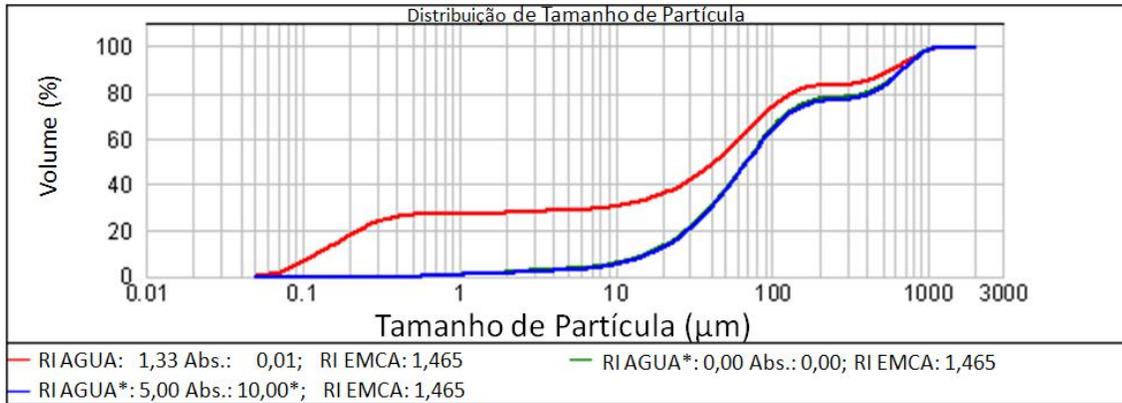
Cada material possui o seu próprio índice refrativo. Cada vez que a luz atravessa um meio diferente, é refratado para outra direção. Como visto no Capítulo 3, os equipamentos baseados na difração do *laser* utilizam correções para refração da luz. Assim foram testados alguns valores para detecção da variação nas respostas

### 5.5.4.1 Fase Dispersa

Os resultados para variação do índice refrativo para a fase dispersa estão apresentados no Gráfico 5.26 e Gráfico 5.27. Os ajustes padrões do software não foram alterados.



**Gráfico 5.26 – DTGs obtidas com as alterações dos RIs da fase dispersa**



**Gráfico 5.27 – Curvas cumulativas obtidas com as alterações dos RIs da fase dispersa**

É notado que as alterações dos índices refrativos modificam toda distribuição dos resultados (Tabela 5-32). Verifica-se a importância da escolha correta dos índices refrativos nas medições. A maioria dos valores dos RIs são catalogados pelo fabricante.

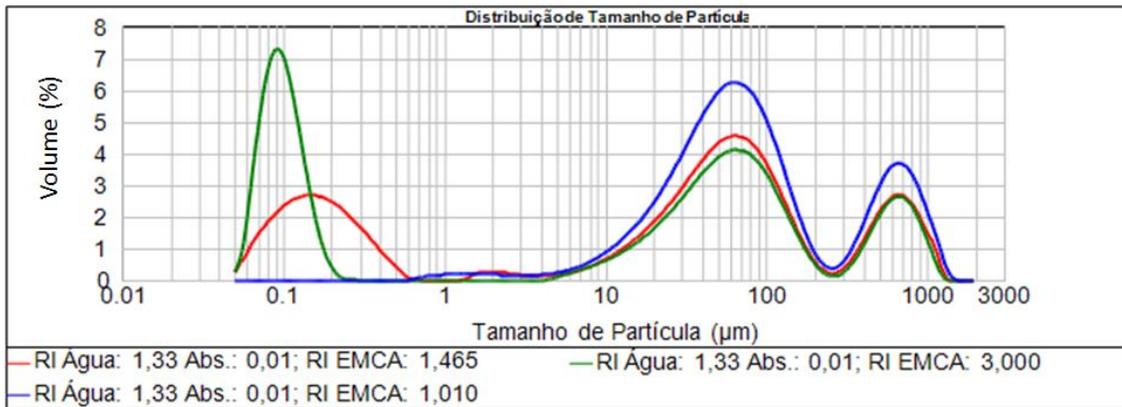
**Tabela 5-32 – Influência do índice refrativo da fase dispersa, para os ajustes fixos**

RI fase dispersa	Abs.	Conc. % vol	D[3,2]	D[4,3]	Unif.	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Span
1,33	0,01	0,0406	0,489	144,485	3,12	0,125	42,768	579,419	13,545
0,00	0,00	0,0451	21,693	193,704	2,34	15,981	68,042	669,186	9,600
5,00	10,0	0,0434	23,336	199,787	2,39	16,621	69,116	679,985	9,598

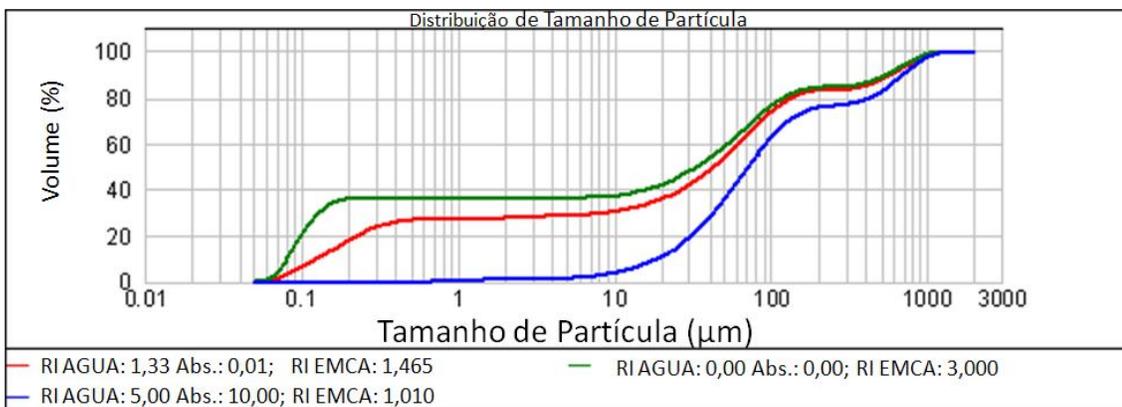
Simulando um erro de grande magnitude no índice da fase dispersa como RI da água para 5,00, e absorção de 10, o gráfico acompanha essas mudanças.

### 5.5.5 Dispersante

Os resultados para variação do índice refrativo para o dispersante estão apresentados no Gráfico 5.28, Gráfico 5.29 e na Tabela 5-33. Assim como no caso anterior, os índices refrativos do dispersante (EMCA) afetam diretamente os resultados obtidos.



**Gráfico 5.28 – DTGs obtidas para os RIs do dispersante**

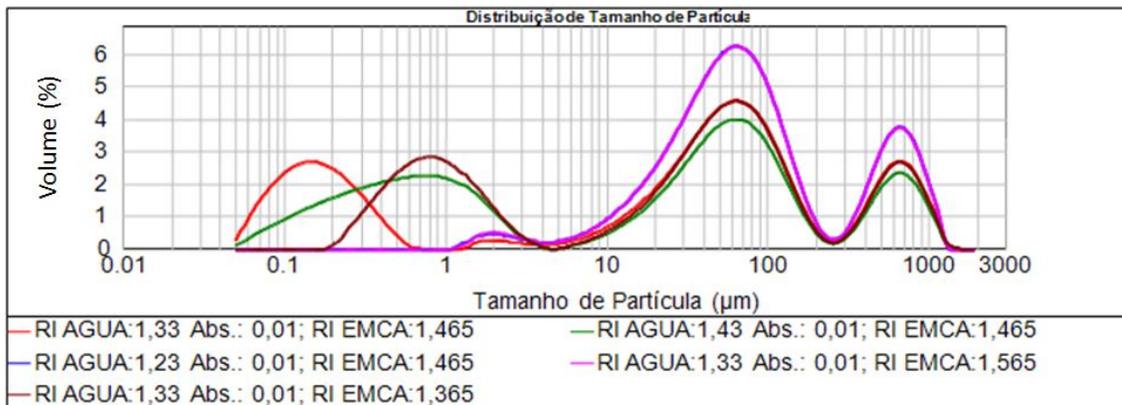


**Gráfico 5.29 – Curvas cumulativas para as alterações dos RIs do dispersante**

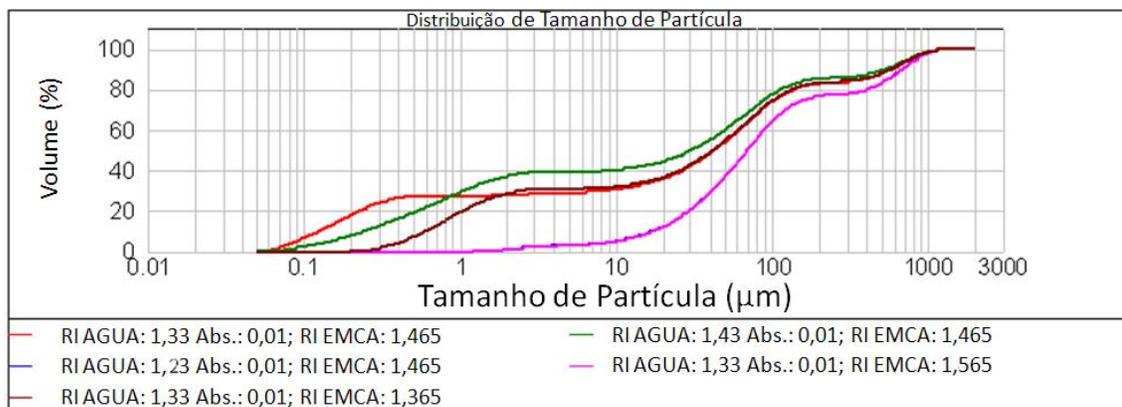
**Tabela 5-33 – Influência do índice refrativo da fase dispersa, para os ajustes fixos**

RI <sub>dispersante</sub>	Conc. % vol	D[3,2]	D[4,3]	Unif.	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	Span
1,465	0,0406	0,489	144,485	3,12	0,125	42,768	579,419	13,545
3,000	0,0025	0,258	129,695	3,64	0,081	34,012	549,044	16,140
1,010	0,0517	0,201	206,393	2,4	18,455	70,727	693,810	9,549

Os resultados foram testados para alterações de alta magnitude. Agora supondo erros de índices refrativos próximos, causados por erros de digitação, os resultados são apresentados no Gráfico 5.30 e no Gráfico 5.31. As alterações de pequenas magnitudes também implicam em altos desvios em relação aos índices refrativos originais.



**Gráfico 5.30 – DTGs obtidas para os RIs próximos do original**

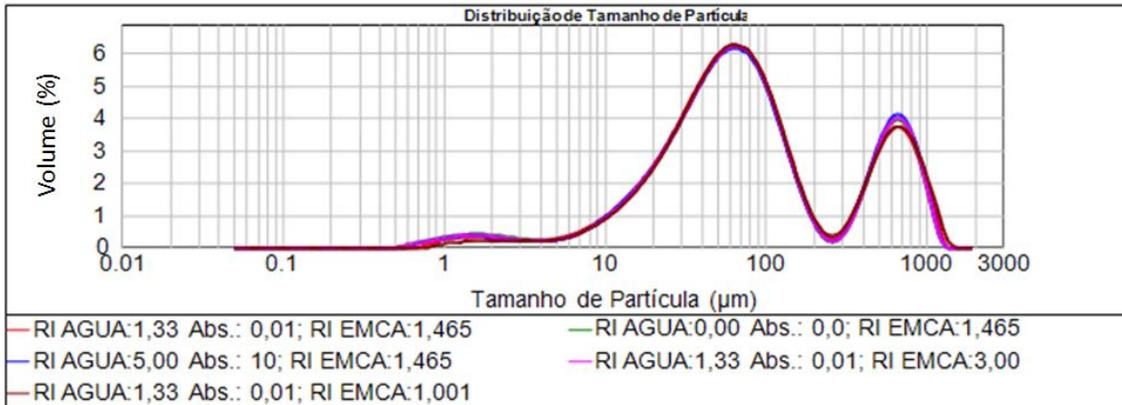


**Gráfico 5.31 – Curvas cumulativas obtidas para os RIs próximos do original**

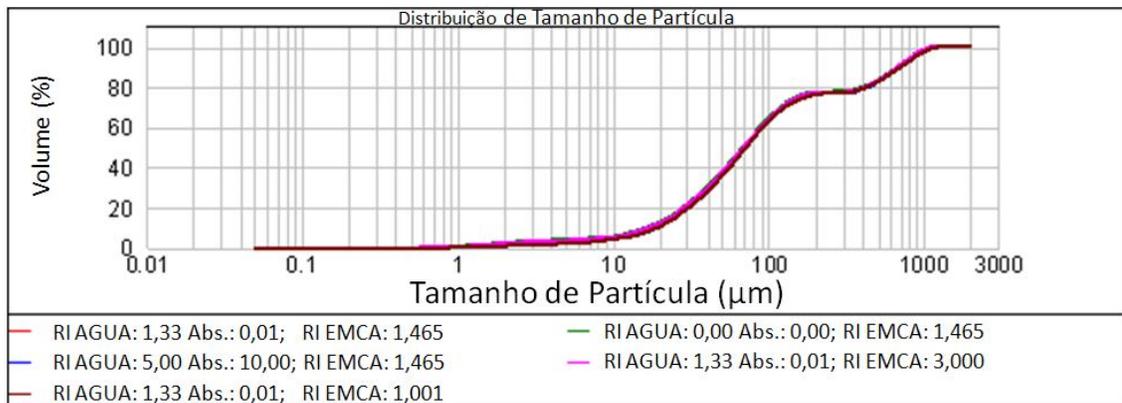
Percebe-se a importância da escolha correta para os índices refrativos no caso de modelo de cálculo para formatos irregulares. Qualquer erro, mesmo de pequenas magnitudes, implica em distorção dos resultados e leva a conclusões errôneas sobre a DTG medida.

### 5.5.6 Utilizando Modelo de Cálculo para Partículas Esféricas:

Neste caso, procurou verificar a variação dos resultados nas alterações dos índices refrativos para modelo de cálculo esférico, apresentados no Gráfico 5.32.



**Gráfico 5.32 – DTGs para diversos RIs para partículas esféricas**



**Gráfico 5.33 – Curvas cumulativas para diversos RIs para partículas esféricas**

Mesmo não fazendo cortes da faixa de medição para prevenção de influência de bolhas, fica nítido quando se utiliza o modelo para partículas esféricas, qualquer variação nos índices refrativos não apresenta alteração significativa nas respostas neste equipamento. Para este caso, o equipamento é considerado robusto, pois é insensível a mudanças de parâmetros, dependendo somente do ângulo difratado do *laser* e da obscuração.

No caso do modelo para partículas irregulares, foi mostrada a falta de robustez do equipamento. Assim, os resultados para partículas não esféricas são altamente dependentes dos índices refrativos.

## 5.6 ANÁLISE DO LASENTEC

Para os usuários de conhecimento de nível básico, o Lasentec não apresenta possibilidade de alterar configurações. Os ajustes disponíveis como alteração do foco de leitura, alteração da velocidade de varredura e alterações de cálculos só devem ser efetuadas por profissionais qualificados e experientes.

Para analisar os resultados do Lasentec, será utilizada a ferramenta de qualidade Diagrama de Corrida (ou *Run Chart*). Esta é um gráfico sequencial utilizado para obter os dados quantitativos ordenados no tempo; monitoramento da média esperada ao longo do tempo; pesquisar tendências que pode indicar presença de causas especiais.

### 5.6.1 Ensaio 03/03/2009 C35% A/O (período matutino)

O ensaio foi executado em circuito fechado, através do banco gerador de emulsão A/O de 35 % de concentração. Analisando o Gráfico 5.34, percebe-se que o valor P para Agrupamento (ou *Clustering*) é 0,000 e o valor P para Tendência é 0,000 para medições de  $D(v;0,5)$ . O agrupamento de pontos e a tendência estão relacionados com a estabilização da geração da emulsão.

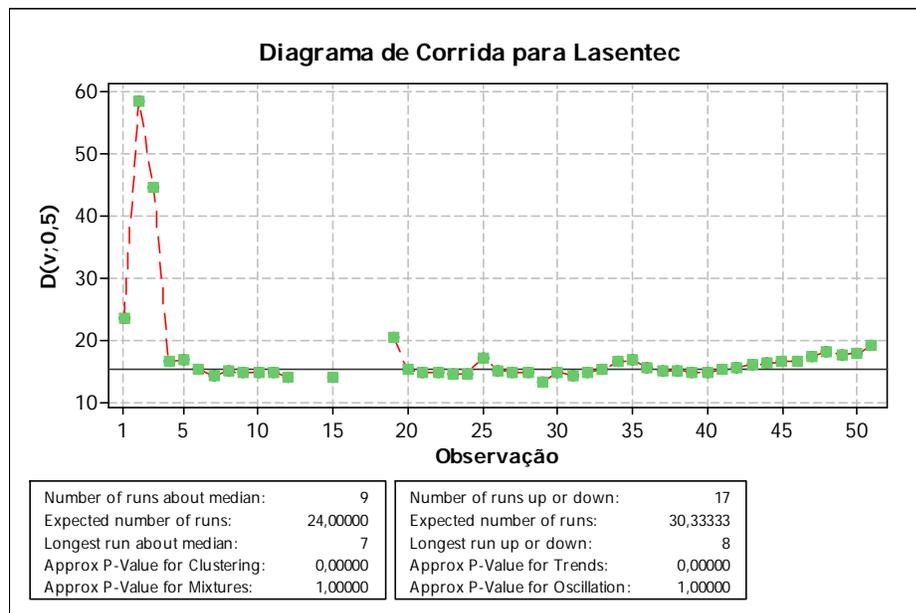


Gráfico 5.34 – Diagrama de Corrida para Lasentec

### 5.6.2 Ensaio 23/04/2009 C10% O/A (período matutino)

O ensaio foi executado em circuito fechado, através do banco gerador de emulsão O/A de 10 % de concentração. Neste ensaio, o valor P encontrado (Gráfico 5.35) para Agrupamento (ou *Clustering*) é 0,004 para medições de  $D(v;0,5)$ . Os demais padrões não-aleatórios permanecem acima de 0,005.

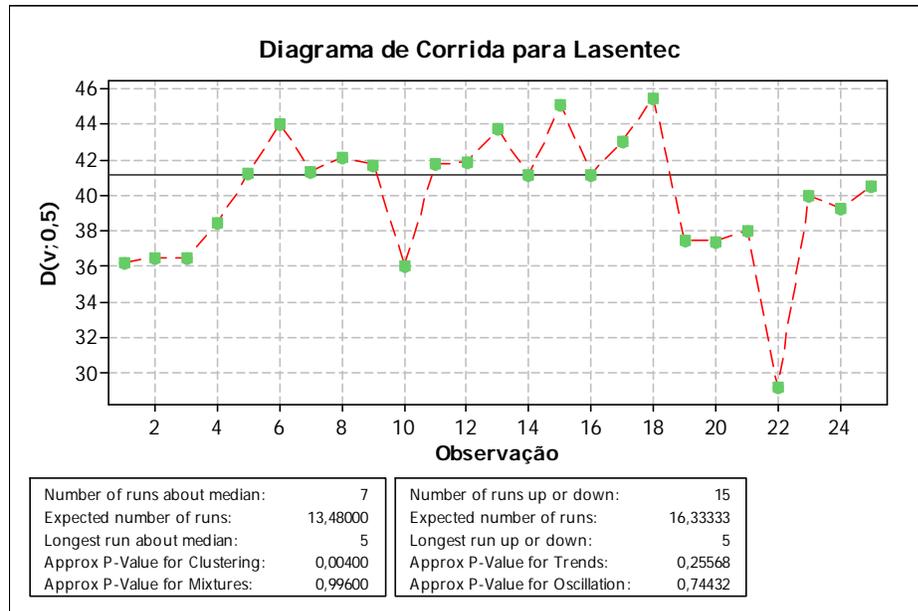
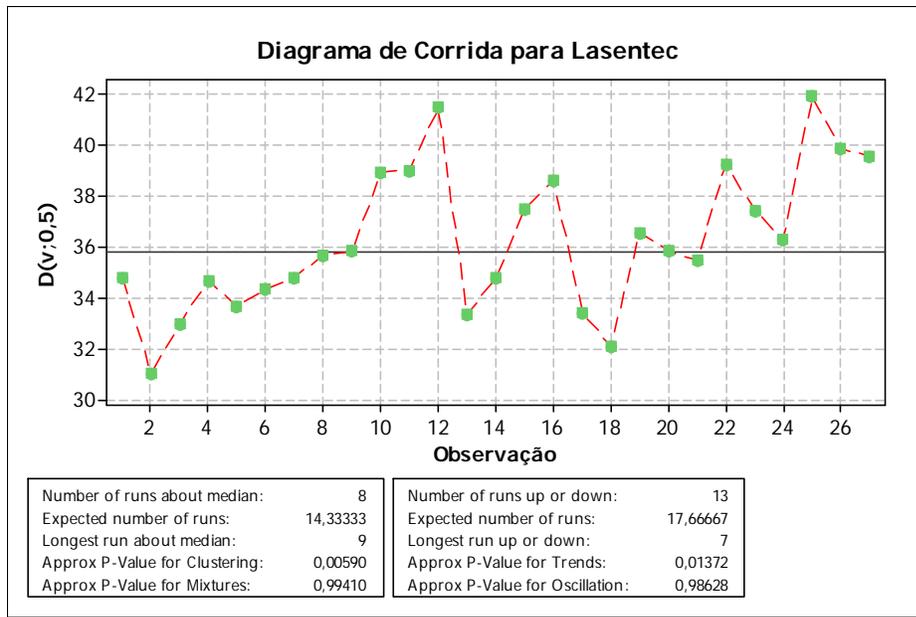


Gráfico 5.35 – Diagrama de Corrida para Lasentec

### 5.6.3 Ensaio 23/04/2009 C5% O/A (período vespertino 1)

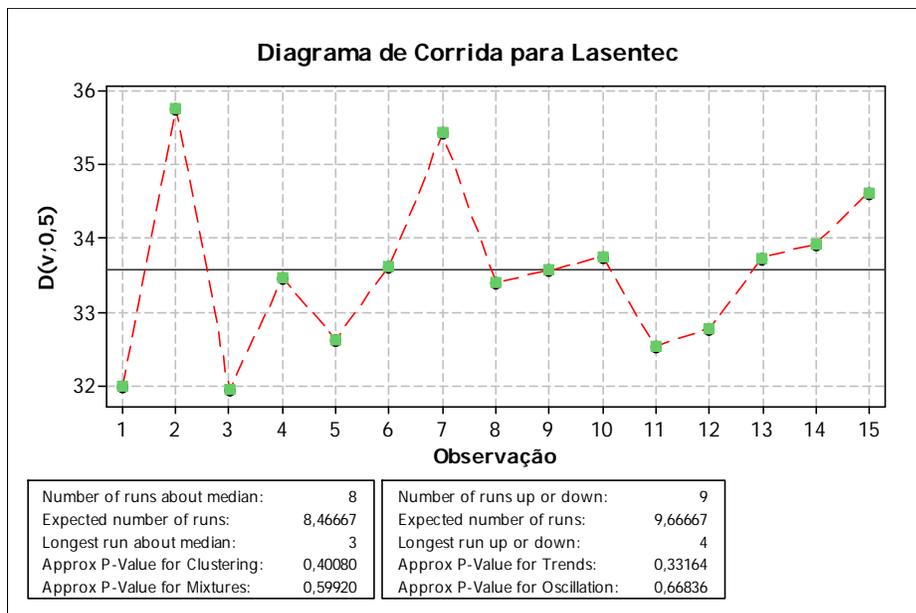
O ensaio foi executado em circuito fechado, através do banco gerador de emulsão O/A de 5 % de concentração. Para as medições de  $D(v;0,5)$ , o único padrão não-aleatório com valor P abaixo de 0,05 foi para Tendência, com 0,014 (Gráfico 5.36). Pelo fato da emulsão ser O/A, existe uma instabilidade no tamanho, pois há ocorrências de fenômenos de quebra e coalescência de gotas ao longo do banco de teste.



**Gráfico 5.36 – Diagrama de Corrida para Lasentec**

#### 5.6.4 Ensaio 24/04/2009 C30% (período matutino)

O ensaio foi executado em circuito fechado, através do banco gerador de emulsão O/A de 30 % de concentração. Não foi detectado nenhum padrão não-aleatório na medição do tamanho de gota (Gráfico 5.37).



**Gráfico 5.37 – Diagrama de Corrida para Lasentec**

### 5.6.5 Ensaio 30/04/2009 C42% A/O (período matutino)

O ensaio foi executado em circuito fechado, com emulsão A/O de 42% de concentração. Foi encontrado os valores P de 0,000 para Agrupamento e Tendência (Gráfico 5.38). Percebe-se que existem três grupos de pontos na medição de tamanho de gota; o equipamento detecta variação no processo.

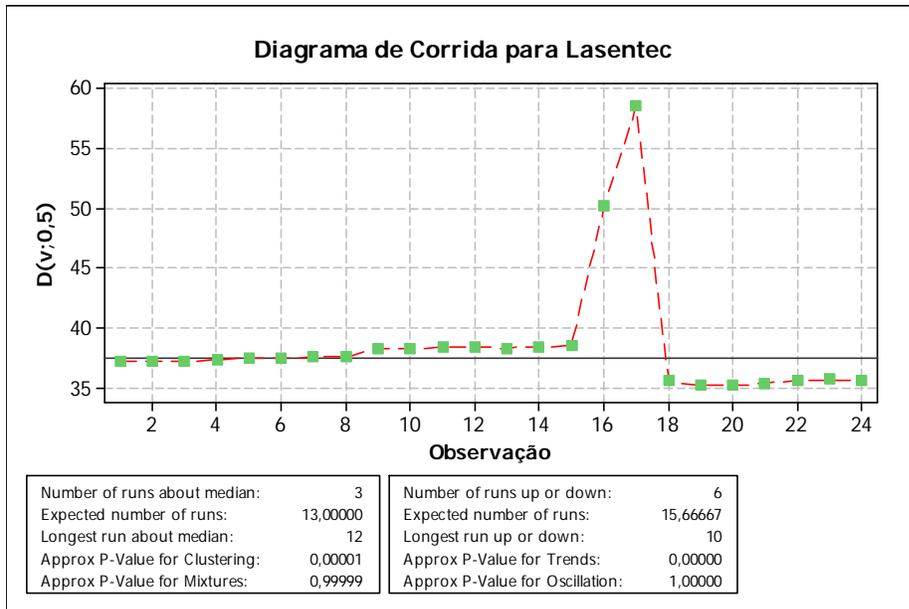
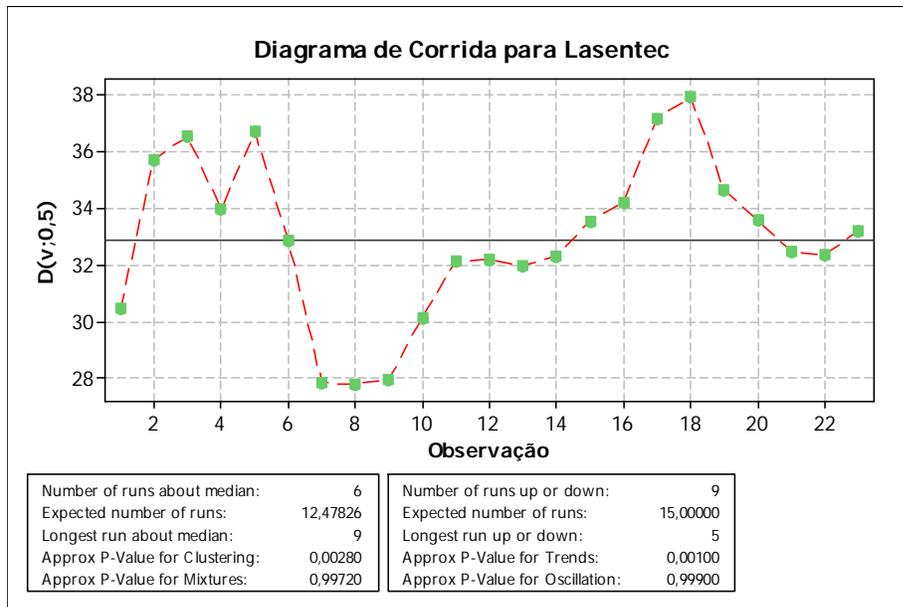


Gráfico 5.38 – Diagrama de Corrida para Lasentec

### 5.6.6 Ensaio 30/04/2009 C21% A/O (período vespertino)

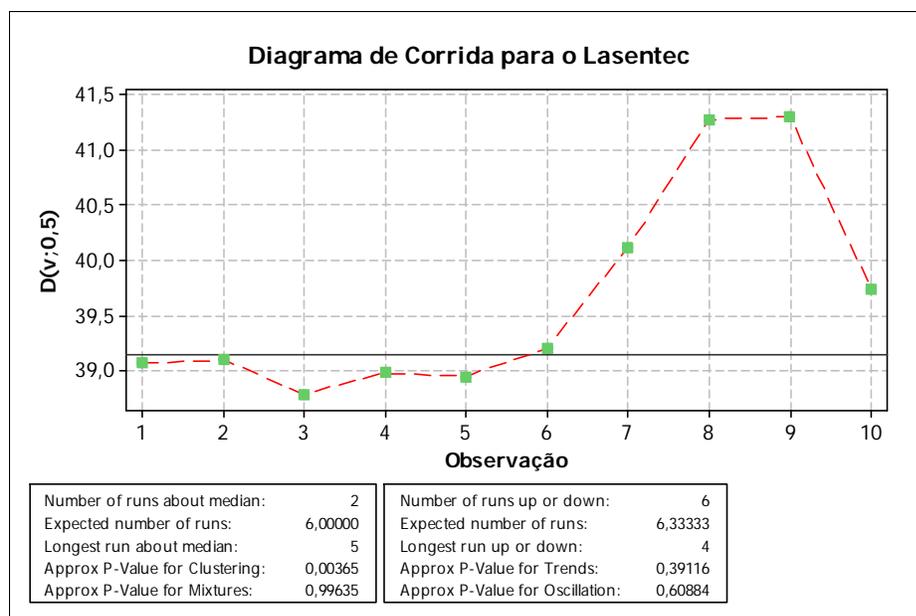
O ensaio foi executado em circuito fechado, com emulsão A/O de 21% de concentração. Para medições do tamanho de gotas, os valores P para Agrupamento e Tendência foram 0,003 e 0,001, respectivamente (Gráfico 5.39).



**Gráfico 5.39 – Diagrama de Corrida para Lasentec**

### 5.6.7 Ensaio 05/05/2009 C40% A/O (período matutino)

O ensaio foi executado em circuito aberto, com emulsão A/O de 40% de concentração. Para este caso, foi encontrado o valor P para Agrupamento de 0,037 (Gráfico 5.40). Isto indica que no final do ensaio, houve um leve crescimento da gota.



**Gráfico 5.40 – Diagrama de Corrida para Lasentec**

### 5.6.8 Discussão

Devido à maioria dos testes a apresentam padrões não-aleatórios de agrupamentos e tendência, a explicação é dada a seguir:

- O Agrupamento é definido como um grupo de pontos em uma área do gráfico. Esse padrão não-aleatório indica variação devido a causas especiais. Pode também sugerir existência de problemas de medição ou de amostragem.
- A Tendência são pontos localizados acima ou embaixo da média. São movimentos sustentados por fontes de variação sistemáticas. Também podem indicar que o processo perdendo controle. Uma possível causa especial pode ser as condições ambientais que variam ao longo do teste.

## Capítulo 6

### CONCLUSÕES

Devido às diferenças nos princípios físicos e algoritmos de inversão e deconvolução dos dados, as medianas e as variâncias dos três equipamentos não foram iguais. As análises estatísticas apresentadas comprovaram tais diferenças. Para avaliação dos erros em relação ao correto tamanho e a sua distribuição, a microscopia ótica deve ser utilizada para comparações para validação de resultados. De acordo com Papini (2003), a microscopia é a única técnica de medida direta. Por esta razão é utilizada como método padrão.

Foi investigada a influência dos parâmetros de ajustes do OPUS em relação as suas respostas. Todas as respostas foram analisadas somente como efeitos principais. Nos vários casos ensaiados, a mudança no parâmetro “Faixa de Leitura” implicou em mudanças nas respostas, indicando uma relação que estas são diretamente proporcionais. A temperatura era uma variável sem controle e foi incluída nas análises, pela suspeita de que poderia influenciar a resposta. As análises estatísticas confirmaram mudanças nas respostas com a variação da temperatura.

Foi percebido que em concentrações baixas, as respostas eram dependentes do ajuste da frequência em ambas as emulsões. Em concentrações altas, as respostas não se alteraram com o ajuste da frequência. A abertura do canal (*GAP*) em ambos os casos parece não ter influência sobre a mediana das respostas em baixa concentração. A partir do momento que a concentração aumenta, as medianas começam apresentar variações. Em concentrações altas, o *GAP* tem grande influência na resposta. A variância nos níveis do *GAP* é inconclusiva, isto pode depender da interação com a frequência. No experimento a correção de bolhas trouxe poucas variações nos resultados, devido à suposta inexistência de gases ou ar nas linhas de escoamento.

Os ajustes do Malvern foram analisados para verificar a influência dos mesmos nas respostas. Foi visto que, caso a DTG da emulsão medida utilizando o modelo de cálculo para partículas irregulares (opção padrão do software), a DTG apresentará variações conforme a variação dos parâmetros como índices refrativos das ambas as fases. Percebeu-se que os resultados para este tipo de modelo são altamente dependentes dos índices refrativos. Já no caso do modelo de partículas esféricas (opção ideal para emulsões), foi percebido que qualquer variação nos índices refrativos não altera significativamente as respostas neste equipamento. Neste caso, o equipamento é insensível a mudanças de parâmetros, dependendo somente do ângulo difratado do *laser* e da obscuração.

O Lasentec, pelas análises estatísticas, apresentou sensibilidade para variações ocorridas nos bancos de testes, podendo ser utilizada para monitoramento de processos. Suspeita-se que a sujeira agarrada na janela de medição possa ter mascarado alguns resultados, apesar da mesma ser fabricada com material apolar. Isto pode ser resolvido com a instalação de algum dispositivo de limpeza.

Trabalhos futuros poderão investigar as interações entre os parâmetros dos equipamentos e do banco de testes tais como temperatura, vazão, concentração, *etc.*, utilizando a metodologia Projeto e Análise de Experimentos (DOE) para verificar as suas influências nas medições da DTG.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AVEYARD, R.; BINKS, B. P.; CLINT, J. H. “*Emulsions stabilised solely by colloidal particles*”. *Advances in Colloid and Interface Science*, Volumes 100-102. 2003.

BARBOSA, Tiago de Souza. “*Desenvolvimento da Interface Gráfica para um Simulador Computacional do Sistema de Elevação por Bombeio Centrífugo Submerso*”. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, RN, 2008.

BARRETT, P.; GLENNON, B. “*Characterizing The Metastable Zone Width and Solubility Curve Using Lasentec FBRM and PVM*”. 0263-8762/02/\$23,50+0,00. *Institution of Chemical Engineers Trans IChemE*, Vol 80, Part A, October 2002.

BASTIDAS, T. J. P. “**Geração** de Emulsões durante a Produção de Petróleo”. Tese de Doutorado. Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro. 2007.

BRADLEY, H. B. “*Petroleum Engineering Handbook*”. Terceira Impressão. Society of Petroleum Engineers. Cap 19. Richardson, TX, Estados Unidos da América. 1999

BROWN, G. W.; MOOD, A. M. “*On median tests for linear hypotheses*”. The RAND Corporation. Second Berkeley Symposium. 1951.

CHANAMAI, R.; HERRMAN, N.; MCCLEMENTS, D. J. “*Ultrasonic Spectroscopy Study of Flocculation and Shear-Induced Floc Disruption in Oil-in-Water Emulsions*”. *Journal of Colloid and Interface Science*. Volume 204, Issue 2, 15 August 1998, Pages 268-276.

CUNHA, R. E. P. "*Modelagem Matemática da Separação Gravitacional de Emulsões de Petróleo*". Dissertação de Mestrado. Universidade Tiradentes - UNIT. Aracaju, SE - BRASIL. 2007. pg 18

DEL RIO, J. R. M. "*Solubility and phase transitions in batch and laminar-flow tubular crystallizers*". Tese de Mestrado. Georgia Institute of Technology 2004.

DOWDING, P. J.; GOODWIN, J. W.; VINCENT, B. "*Factors governing emulsion droplet and solid particle size measurements performed using the focused beam reflectance technique*". Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 192 (2001) 5-13.

DUKHIN, A. S.; GOETZ; P. J.; WINES, T. H.; SOMASUNDARAN, P. "*Acoustic and electroacoustic spectroscopy*". Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 173(2000) 127-158.

GEERS, H.; WITT, W. "*Ultrasonic Extinction for In-Line Measurement of Particle Size and Concentration of Suspensions and Emulsions*". Particulate System Analysis, Harrogate, Reino Unido. 2003.

HIBBERD, D. J.; ROBINSON, B. H.; ROBINS, M. M. "*Ultrasonic Characterisation of Colloidal Dispersions: Detection of Flocculation and Absorbed Layers*". Colloids and Surfaces B: Biointerfaces 12 (1999) 359-371.

IIDA, P. H. "*Estudo da Formação de Emulsões de Petróleo na Água do Mar*". Monografia de conclusão de especialização. Universidade Federal do Paraná. 2007 pg 6-7.

JILLAVENKATESA, A.; DAPKUNAS, S. J.; LIN-SIEN, H. L. "*Particle Size Characterization*". National Institute of Standards and Technology. 2001. Special Publication 960-1. pgs. 93 – 120.

JOHNS, M. L.; HOLLINGSWORTH, K. G. "*Characterisation of Emulsion Systems Using NMR and MRI*". Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy 50 (2007) pp 51-70.

JORDAN, J.; GEERS, H.; WITT, W. “*Novel Evaluation Algorithm for In-line Droplet Size Analysis of Emulsions with Ultrasonic Extinction*”. PARTEC 2007. SYMPATEC GmbH, System-Partikel-Technik, Am Pulverhaus 1, 38678 Clausthal, Alemanha, 2007.

KECK, Cornelia M.; MÜLLER, Rainer H. “*Size analysis of submicron particles by laser diffractometry - 90% of published measurements are false*”. International Journal of Pharmaceutics 355(2008) 150-163.

KIPPAX, P.; “*Measuring Particle Size Using Modern Laser Diffraction Techniques*”. Artigo da Revista Paint & Coatings Industry. 2005. Disponível em: [http://www.malvern.com/malvern/kbase.nsf/allbyno/KB000930/\\$file/MRK696-01.pdf](http://www.malvern.com/malvern/kbase.nsf/allbyno/KB000930/$file/MRK696-01.pdf). Acesso em: 04 de março de 2010.

KISSA, E. “*Dispersions: Characterization, Testing and Measurement*”. M & Decker Inc., 1999.

KOKAL, S. “*Crude Oil Emulsion: A State-of-Art Review*” SPE Annual Technical Conference and Exhibition, 77497, Santo Antonio, Texas, Estados Unidos. 2002.

KUNERT, Rosana; OLIVEIRA, Roberto Carlos G., LUCAS, Glória M. S.; SILVA, Rosivânia P.; SANTOS, Alexandre F.; FORTUNY, Montserrat; LOUVISSE, Ana M. T.; OLIVEIRA, Márcia C. K. e NETO, Francisco J. S. “*Caracterização de Emulsões Geradas nas Linhas de Escoamento durante a Produção de Petróleo com Injeção de Água*”. Trabalho Técnico dos Anais da Rio Oil & Gas Expo and Conference IBP2040\_06. 2006.

KVALE, S.; HAUGSETER, B.; ASBJORNSEN, O. A.; OMTVEIT, T. “*On-line Optimisation of a Particle Production Process*”. Computers and Chemical Engineering 25 (2001) 465-471.

LANGEVIN, D.; POTEAU, S.; HÉNAUT, I.; ARGILLIER, J. F. “*Crude Oil Emulsion Properties and their Application to Heavy Oil Transportation*” Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP, Vol. 59 (2004), No. 5, pp 511-521.

LUCAS, Glória M. S.; OLIVEIRA, Roberto C. G. de. “*Caracterização em Tempo Real de Emulsões Visando o Dimensionamento de Equipamentos e a Definição das Condições de Processamento Primário*”. Trabalho Técnico dos Anais da Rio Oil & Gas Expo and Conference. IBP1633\_08. 2008.

LUNA, V. G. de. “*Estudo da Separação de Sólidos do Óleo Produzido na Retortagem Conjunta de Xisto Betuminoso e Borracha de Pneus Usados*”. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2005.

MCCAIN Jr., W. D. “*The properties of petroleum fluids*”. PennWell Books, 1990.

MCCLEMENTS, D. J; COUPLAND, J. N. “*Theory of Droplet Size Distribution Measurements in Emulsions Using Ultrasonic Spectroscopy*”. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 117 (1996) pp 161 -170.

MELO, E. M. “*Estabilidade de Emulsões Petróleo em Sistemas Pressurizados*”. Dissertação de Mestrado. Universidade Tiradentes - UNIT. Aracaju, SE - BRASIL. 2007. pgs 7-15

MONNIER, O. *et al.* “*Particle size determination by laser reflection: methodology and problems*”. Particle & Particle Systems Characterization 13 (1) (1996) 10–17.

MONTALVO, E M. “*Escoamento de Emulsões Óleo em Água através de Microcapilares*”. Dissertação de Mestrado. Pontífica Universidade Católica (PUC). Rio de Janeiro, 2008.

MORALES, Rosanel A. “*Fluid shear effects of centrifugal pump on oil-water flow*”. Tese de Mestrado. University of Tulsa. 2009.

NOVALES, B.; PAPINEAU, P.; SIRE, A.; AXELOS, M. A. V. “*Characterization of Emulsions and Suspensions by Video Image Analysis*”. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 221 (2003) pp 81-89.

OLIVEIRA, R. C. G de; CARVALHO, C. H. M. de. “*Influência do Tipo de Emulsão sobre o Escoamento e o Processo de Deposição Orgânica de Petróleos*”. Boletim Técnico PETROBRAS, Rio de Janeiro, 41 (3/4): 153-159, jul./dez. 1998.

PAIVA, A. P. de. “*Estudo da Minimização de Erro nas Medições de Concentração de Emulsões por Titração Karl-Fischer Utilizando-se Projeto de Experimentos*”. Dissertação de mestrado. Engenharia de Produção. Universidade Federal de Itajubá. 2004 pgs. 38-17854, 154-157, 177-178.

PAPINI, C. J. “*Estudo Comparativo de Métodos de Determinação do Tamanho de Partículas*”. Dissertação de Mestrado. USP, São Paulo, 2003.

PIRES, A. P. (2003). “*Independência Entre Termodinâmica E Hidrodinâmica Em Processos De Recuperação Avançada De Petróleo*”. Tese de Doutorado. Universidade Estadual Norte Fluminense.

RAMIREZ, M.; BULLÓN, J.; ANDÉREZ, J.; MIRA, I.; SALAGER, J. L. “*Drop Size Distribution Bimodality and Its Effect on O/A Emulsion Viscosity*”. J. Dispersion Science and Technology, 23 (1-3), 309-321 (2002).

RIEBEL, Ulrich; LÖFFLER, Friedrich. “*The Fundamentals of Particle Size Analysis by Means of Ultrasonic Spectrometry*”. Part. Syst. Charact. 6(1989) 135-143.

ROSA, J. J. “*Desenvolvimento de um Novo Processo de Tratamento de Águas Oleosas - Processo FF*”. XIX Prêmio Jovem Cientista, 2003. Água - Fonte da Vida.

SALAGER, Jean-Louis. “*Formulación, Composición, y Fabricación de Emulsiones para Obtener las Propiedades Deseadas. Estado del Arte. Parte B*”. Cuaderno FIRP # S747-B.. Universidad de Los Andes. Mérida, Venezuela, 1999.

SALAGER, Jean-Louis “*Recuperacion Mejorada del Petroleo*”. Cuaderno FIRP S357-C Universidad de los Andes. Mérida, Venezuela, 2005.

SALAGER, J. L.; *“Tamaño de Gotas de una Emulsion”*. Cuaderno FIRP 235. Modulo de Enseñanza en Fenómenos Interfaciales. Facultad de Ingenieria. Universidad de Los Andes. Mérida, Venezuela, 1993.

SCHOKKER, E. P.; DALGLEISH, D. G. *“The Shear-Induced Destabilization of Oil-in-Water Emulsion Using Caseinate as Emulsifier”*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 145 (1998) pp 61-69.

SCHRAMM, L. L. *“Emulsions, Foams and Suspensions - Fundamentals and Applications”*. Wiley - VCH GmbH & Co. KGaA 2005.

SCOTT, D. M. *“Industrial Process Sensors”*. Taylor & Francis Group. 2008.

SILVA, R. P. *“Geração e Caracterização Reológica de Emulsões de Água em Óleo Pesado para Aplicações em Projeto de Separadores Gravitacionais”* Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Campinas. Campinas, SP - Brasil. 2004 pg 8-9.

SKRIFVAR, B. J.; HANSEN, L.A; FRANSEN, F. J.; DAM-JOHANSEN, K.; SORENSEN, H. S. *“Characterization on ashes and deposits from high-temperature coal-straw co-firing”*. Energy & Fuels, v.13, n.4. p803-816. 1999.

SPARKS, R. G., DOBBS, C. L. *“The use of laser backscatter instrumentation for the on-line measurement of the particle size distribution of emulsions”*. Part. Systems Characteristics, 10, 279–289. 1993.

STEWART, M.; ARNOLD, K. *“Emulsions and Oil Treating Equipment: Selection, Sizing and Troubleshooting”*. Gulf Equipment Guides. Elsevier, 2009.

TOURBIN, Mallorie. *“Caracterisation et comportement de suspensions concentrees de nanoparticules sous ecoulement: Application aux processus d'agrégation et de rupture”*. Tese de Doutorado. Institut National Polytechnique de Toulouse. 2006.

## APÊNDICE A - Resultados

Tabela A-1 – Resultados do teste realizado em 10/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 30% A/O.

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
09:49	18,0	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	5,60	<b>16,72</b>	35,27	*	*	*	5,37	<b>11,41</b>	20,84	37120
09:52	18,0	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	5,70	<b>16,61</b>	35,33	*	*	*	6,07	<b>13,58</b>	24,94	35224
09:55	19,0	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	5,62	<b>16,37</b>	34,98	*	*	*	5,60	<b>11,92</b>	21,12	37149
09:58	19,0	2,5	0,1-300	0,5-20	6 -sc	1,21	<b>10,55</b>	33,19	4,15	<b>16,57</b>	38,62	5,40	<b>11,42</b>	20,65	37953
10:00	19,0	2,5	0,1-300	0,5-20	6 -sc	1,09	<b>9,35</b>	30,29	*	*	*	5,32	<b>11,14</b>	19,56	37695
10:02	19,5	2,5	0,1-300	0,5-20	6 -sc	1,21	<b>10,57</b>	33,20	*	*	*	5,28	<b>11,12</b>	19,83	37927
10:07	19,5	2,5	0,1-300	0,5-20	6 -sc	1,22	<b>10,64</b>	33,43	*	*	*	5,21	<b>10,92</b>	19,44	37959
10:08	19,5	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,08	<b>9,23</b>	30,08	*	*	*	5,20	<b>10,91</b>	19,41	37961
10:10	19,5	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,09	<b>9,32</b>	30,16	*	*	*	5,22	<b>10,97</b>	19,19	37660
10:12	19,5	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,21	<b>10,56</b>	33,30	2,96	<b>15,44</b>	37,40	5,22	<b>11,01</b>	19,11	37553
10:14	20,0	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,21	<b>10,58</b>	33,25	*	*	*	5,94	<b>13,22</b>	23,53	35551
10:18	20,0	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,20	<b>10,51</b>	32,94	*	*	*	5,12	<b>10,95</b>	19,34	41337
10:29	20,5	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,33	<b>11,90</b>	35,91	*	*	*	5,15	<b>10,99</b>	20,74	41639
10:31	20,5	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -sc	1,10	<b>9,42</b>	30,46	2,96	<b>15,56</b>	38,20	5,14	<b>11,03</b>	20,76	41408
10:36	21,0	2,5	0,1-350	0,5-20	6 -sc	5,60	<b>16,07</b>	33,43	*	*	*	5,20	<b>10,95</b>	20,58	41055
10:39	21,0	2,5	0,1-350	0,5-20	6 -sc	5,40	<b>15,74</b>	33,08	*	*	*	*	*	*	*
10:44	21,0	2,5	0,1-340	0,5-20	6 -sc	5,90	<b>16,09</b>	32,99	*	*	*	*	*	*	*
10:47	21,0	2,5	0,1-320	0,5-20	6 -sc	1,13	<b>9,87</b>	31,48	*	*	*	*	*	*	*
10:50	21,0	2,5	0,1-340	0,5-20	6 -sc	5,51	<b>15,67</b>	32,54	3,97	<b>18,92</b>	47,22	*	*	*	*
10:52	21,0	2,5	0,1-350	0,5-20	6 -sc	5,60	<b>15,79</b>	32,76	*	*	*	*	*	*	*
10:55	21,0	2,5	0,1-350	0,5-20	6 -sc	5,46	<b>16,0</b>	33,44	*	*	*	*	*	*	*
10:57	21,5	2,5	0,1-330	0,5-20	6 -sc	5,54	<b>16,31</b>	34,05	*	*	*	*	*	*	*
11:01	21,5	2,5	0,1-320	0,5-20	6 -sc	1,07	<b>9,23</b>	30,20	6,49	<b>25,18</b>	86,23	*	*	*	*
11:03	21,5	2,5	0,1-325	0,5-20	6 -sc	5,41	<b>15,87</b>	33,22	*	*	*	*	*	*	*
11:06	21,5	2,5	0,1-325	0,5-20	6 -BC	1,23	<b>11,04</b>	34,50	*	*	*	*	*	*	*
11:08	21,5	2,5	0,1-325	0,5-20	6 -BC	1,08	<b>9,31</b>	30,36	*	*	*	*	*	*	*
11:11	21,5	2,5	0,1-400	0,5-20	6 -BC	5,75	<b>16,64</b>	35,24	*	*	*	*	*	*	*
11:15	22,0	2,5	0,1-300	0,5-20	6 -BC	1,04	<b>8,79</b>	29,19	5,35	<b>24,76</b>	90,93	*	*	*	*

Emulsão gerada na furadeira, na rotação de 1000 rpm, durante 5 min. Numero de gotas: 1-6 µm.

**Tabela A-2 – Resultados do teste realizado em 10/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 30% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	OPUS					MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
				FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
14:32	23,5	2,5	0,01-300	0,5-20	4 - sc	2,96	<b>11,95</b>	30,00	*	*	*	5,55	<b>12,02</b>	25,03	38277
14:34	23,5	2,5	0,01-200	0,5-20	4 - sc	0,91	<b>8,47</b>	27,77	*	*	*	5,55	<b>12,02</b>	24,70	38007
14:36	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 - sc	9,33	<b>17,03</b>	27,08	*	*	*	5,62	<b>12,37</b>	24,51	37073
14:39	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 - sc	10,27	<b>16,77</b>	24,94	*	*	*	5,73	<b>12,95</b>	24,66	35548
14:41	24,0	2,5	0,01-200	0,5-20	4 - sc	8,17	<b>15,89</b>	28,30	*	*	*	5,80	<b>13,26</b>	26,32	36176
14:44	24,0	2,5	0,01-250	0,5-20	4 - sc	8,66	<b>17,30</b>	30,24	*	*	*	5,90	<b>13,52</b>	26,80	36205
14:47	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 - sc	10,28	<b>17,29</b>	27,04	*	*	*	6,01	<b>14,23</b>	28,67	36375
14:49	24,0	2,5	0,01-150	0,5-20	4 - sc	6,82	<b>14,02</b>	23,58	*	*	*	5,97	<b>13,86</b>	28,68	36395
14:52	24,0	2,5	0,01-120	0,5-20	4 - sc	9,43	<b>16,33</b>	25,69	*	*	*	5,88	<b>12,96</b>	28,43	36386
14:54	24,0	2,5	0,01-115	0,5-20	4 - sc	10,16	<b>16,87</b>	25,43	*	*	*	5,88	<b>12,58</b>	28,15	36317
14:56	24,0	2,5	0,01-115	0,5-20	4 - sc	10,50	<b>16,98</b>	25,43	*	*	*	5,85	<b>12,29</b>	27,42	36380
14:57	24,0	2,5	0,01-115	0,5-20	4 - sc	9,90	<b>16,61</b>	25,28	4,23	<b>18,18</b>	40,56	5,87	<b>12,28</b>	27,27	36364
15:00	24,0	2,5	0,01-115	0,5-20	4 - sc	9,52	<b>15,99</b>	24,11	4,26	<b>18,20</b>	40,57	5,98	<b>12,90</b>	26,56	36596
15:02	24,5	2,5	0,01-115	0,5-20	4 - sc	9,49	<b>15,99</b>	24,18	*	*	*	5,91	<b>12,68</b>	25,53	37130
15:04	24,5	2,5	0,01-130	0,5-20	4 - sc	7,66	<b>14,59</b>	23,52	*	*	*	5,89	<b>12,48</b>	23,24	37508
15:06	24,5	2,5	0,01-150	0,5-20	4 - sc	8,78	<b>15,59</b>	24,05	*	*	*	5,89	<b>12,49</b>	23,09	37758
15:08	24,5	2,5	0,01-140	0,5-20	4 - sc	7,36	<b>14,58</b>	24,12	3,77	<b>18,45</b>	42,90	5,88	<b>12,28</b>	22,20	38039
15:14	24,5	2,5	0,01-140	0,5-20	4 -BC	8,57	<b>15,31</b>	24,77	*	*	*	5,99	<b>11,90</b>	19,77	37737
15:17	24,5	2,5	0,01-140	0,5-20	4 -BC	8,57	<b>14,62</b>	22,54	*	*	*	6,07	<b>11,95</b>	19,78	37426
15:21	24,5	2,5	0,01-140	0,5-20	4 -BC	9,12	<b>15,23</b>	23,34	3,64	<b>18,43</b>	41,69	6,11	<b>12,07</b>	19,61	38152

Emulsão gerada na furadeira, na rotação de 1000 rpm, durante 5 min. Numero de gotas de 1-316 µm. \* TURRAX® ligado na primeira rotação (1).

**Tabela A-3 – Resultados do teste realizado em 10/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 30% A/O. TURRAX® ligado na primeira rotação (1).**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	OPUS					MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
				FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
15:25	24,5	2,5	0,01-140	0,5-20	4 -BC	6,54	<b>13,36</b>	22,25	*	*	*	9,88	<b>22,61</b>	48,23	17286
15:28	24,5	2,5	0,01-150	0,5-20	4 -BC	12,35	<b>28,76</b>	50,47	2,37	<b>8,13</b>	17,98	9,66	<b>23,68</b>	49,17	17147
15:37	25,5	2,5	0,01-150	0,5-20	4 -sc	6,52	<b>14,68</b>	27,04	2,56	<b>8,44</b>	17,80	9,91	<b>24,57</b>	48,39	17773
15:40	25,5	2,5	0,01-200	0,5-20	4 -sc	12,47	<b>29,68</b>	48,76	*	*	*	9,62	<b>22,35</b>	46,40	18282
15:42	26,0	2,5	0,01-200	0,5-20	4 -sc	10,17	<b>26,49</b>	46,94	*	*	*	9,84	<b>25,23</b>	44,82	17721
15:45	26,0	2,5	0,01-160	0,5-20	6 -sc	11,38	<b>26,53</b>	43,62	3,18	<b>10,43</b>	21,50	9,09	<b>22,62</b>	43,71	18554
15:47	26,0	2,5	0,01-160	0,5-20	6 -sc	11,49	<b>27,38</b>	46,13	*	*	*	8,72	<b>19,64</b>	44,18	19676
15:50	26,5	2,5	0,01-400	0,5-20	2 -sc	1,18	<b>9,84</b>	30,75	*	*	*	8,06	<b>20,32</b>	42,29	20778
15:53	26,5	2,5	0,01-400	0,5-20	2 -sc	8,14	<b>15,70</b>	25,63	*	*	*	8,10	<b>19,80</b>	41,69	20919
15:55	26,5	2,5	0,01-300	0,5-20	2 -sc	12,16	<b>21,25</b>	33,29	2,92	<b>10,34</b>	21,82	*	*	*	*
16:08	28,5	2,5	0,01-150	0,5-30	4 -sc	43,04	<b>78,47</b>	115,59	2,80	<b>9,82</b>	20,86	*	*	*	*
16:17	29,0	2,5	0,01-120	0,5-20	4 -sc	0,20	<b>1,87</b>	6,93	2,53	<b>9,42</b>	20,66	*	*	*	*
16:40	28,5	2,5	0,01-100	0,5-20	2 -sc	8,81	<b>12,04</b>	15,74	3,96	<b>19,12</b>	39,28	*	*	*	*
16:49	27,5	2,5	0,01-120	0,5-20	4 -BC	9,08	<b>15,24</b>	24,74	*	*	*	*	*	*	*
16:51	27,5	2,5	0,01-120	0,5-20	4 -sc	8,88	<b>15,08</b>	22,86	*	*	*	*	*	*	*
16:53	26,5	2,5	0,01-120	0,5-20	4 -sc	9,27	<b>16,13</b>	25,48	*	*	*	*	*	*	*
16:56	26,5	2,5	0,01-140	0,5-20	4 -sc	4,69	<b>11,85</b>	22,61	*	*	*	*	*	*	*
16:59	26,5	2,5	0,01-200	0,5-20	4 -sc	0,86	<b>8,01</b>	25,78	*	*	*	*	*	*	*
17:03	26,5	2,5	0,01-300	0,5-20	4 -sc	4,64	<b>14,37</b>	30,49	*	*	*	*	*	*	*
17:05	26,5	2,5	0,01-300	0,5-20	4 -sc	7,34	<b>16,04</b>	29,92	*	*	*	*	*	*	*

Emulsão gerada na furadeira, na rotação de 1000 rpm, durante 5 min. Numero de gotas de 1-316 µm.

**Tabela A-4 – Resultados do teste realizado em 11/02/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 15% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,5) (µm)
16:29	24,5	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	6,15	<b>18,67</b>	35,29	6,38	<b>24,82</b>	53,27	*
16:31	24,5	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	7,81	<b>21,59</b>	39,28	*	*	*	*
16:34	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	10,06	<b>24,43</b>	40,56	*	*	*	*
16:36	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	12,22	<b>25,70</b>	38,55	*	*	*	*
16:38	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	10,63	<b>20,16</b>	31,25	*	*	*	*
16:45	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,82	<b>25,78</b>	41,64	*	*	*	*
16:47	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	10,79	<b>20,35</b>	31,56	*	*	*	*
16:51	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,87	<b>18,56</b>	28,71	4,94	<b>19,19</b>	37,81	*
16:52	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	7,92	<b>21,09</b>	38,37	*	*	*	*
16:55	24,0	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	10,21	<b>19,13</b>	30,38	*	*	*	<b>15,40</b>
16:59	24,0	2,5	0,01-100	0,5-30	4 -sc	11,21	<b>20,20</b>	31,54	5,09	<b>19,58</b>	38,64	<b>15,53</b>
17:01	23,5	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	11,16	<b>20,31</b>	31,85	*	*	*	<b>14,56</b>
17:03	23,5	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	11,08	<b>20,23</b>	31,80	4,04	<b>17,51</b>	35,76	*
17:05	23,5	2,5	0,01-100	0,5-20	4 -sc	11,05	<b>20,19</b>	31,75	*	*	*	*

Emulsão gerada na furadeira, na rotação de 700 rpm, durante 5 min.

**Tabela A-5 – Resultados do teste realizado em 12/02/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 15% A/O. TURRAX® ligado na primeira rotação (1).**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC			Número de Gotas
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
9:20	17,0	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,74	<b>24,48</b>	43,11	*	*	*	6,28	<b>17,38</b>	34,25	17535
9:22	17,0	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	8,74	<b>23,75</b>	43,41	*	*	*	6,27	<b>18,24</b>	34,89	17512
9:24	17,5	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,63	<b>24,54</b>	42,77	*	*	*	6,21	<b>17,99</b>	34,39	17448
9:27	17,5	2,4	0,01-200	0,5-20	4 -sc	8,87	<b>20,31</b>	32,37	*	*	*	7,44	<b>32,49</b>	79,24	17249
9:29	17,5	2,4	0,01-200	0,5-20	6 -sc	0,89	<b>8,29</b>	27,62	5,07	<b>20,92</b>	62,31	6,20	<b>18,76</b>	35,10	17298
9:31	17,5	2,4	0,01-100	0,5-20	6 -sc	10,36	<b>27,78</b>	42,74	*	*	*	6,12	<b>18,03</b>	34,30	17190
9:41	17,5	2,4	0,01-100	0,5-20	6 -sc	8,58	<b>22,69</b>	40,07	3,06	<b>13,68</b>	36,33	12,45	<b>29,12</b>	68,34	17494
9:43	18,0	2,4	0,01-150	0,5-20	6 -sc	7,15	<b>15,41</b>	26,74	*	*	*	12,06	<b>27,34</b>	105,70	17775
9:45	18,0	2,4	0,01-150	0,5-30	6 -sc	8,64	<b>18,54</b>	30,37	*	*	*	13,15	<b>30,11</b>	57,46	15012
9:47	19,0	2,4	0,01-200	0,5-30	6 -sc	2,17	<b>8,72</b>	21,82	4,22	<b>19,16</b>	59,36	5,82	<b>18,38</b>	34,07	18034
9:49	19,0	2,4	0,01-100	0,5-30	6 -sc	5,11	<b>14,16</b>	25,09	*	*	*	5,72	<b>17,30</b>	33,39	18384
9:51	19,0	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	13,99	<b>22,31</b>	30,17	*	*	*	5,60	<b>15,95</b>	32,33	18271
9:55	19,0	2,4	0,01-100	0,5-40	6 -sc	5,82	<b>10,28</b>	17,31	*	*	*	6,01	<b>20,77</b>	37,03	18078
9:58	19,0	2,4	0,01-200	0,5-40	6 -sc	20,19	<b>195,21</b>	220,65	3,11	<b>14,90</b>	51,15	7,22	<b>34,98</b>	71,15	18410
10:00	19,0	2,4	0,01-150	0,5-40	6 -sc	5,24	<b>12,49</b>	23,08	*	*	*	6,02	<b>20,93</b>	37,69	18577
10:03	19,0	2,4	0,01-120	0,5-40	6 -sc	12,49	<b>18,74</b>	27,34	*	*	*	6,05	<b>21,54</b>	38,29	18513
10:05	19,0	2,4	0,01-120	0,5-20	4 -sc	9,21	<b>23,22</b>	40,22	*	*	*	6,01	<b>21,09</b>	36,86	18734
10:10	19,5	2,4	0,01-200	0,5-20	4 -sc	7,86	<b>19,49</b>	36,59	*	*	*	5,97	<b>19,53</b>	38,27	19184
10:13	19,5	2,4	0,01-200	0,5-30	4 -sc	3,08	<b>9,09</b>	19,27	*	*	*	5,72	<b>17,74</b>	36,06	19467
10:16	19,5	2,4	0,01-100	0,5-30	2 -sc	7,91	<b>15,73</b>	25,74	*	*	*	5,62	<b>17,48</b>	35,10	19825
10:18	19,5	2,4	0,01-100	0,5-30	4 -sc	6,63	<b>15,69</b>	27,76	*	*	*	6,27	<b>23,56</b>	44,99	19557
10:21	19,5	2,4	0,01-150	0,5-20	4 -sc	7,69	<b>21,01</b>	39,34	*	*	*	5,56	<b>16,24</b>	35,63	19980
10:23	19,5	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,96	<b>24,52</b>	41,17	*	*	*	5,46	<b>15,68</b>	35,20	20272
10:26	19,5	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,87	<b>24,87</b>	41,41	*	*	*	5,75	<b>16,89</b>	36,65	17620
10:28	20,0	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,61	<b>23,91</b>	40,83	3,55	<b>16,65</b>	105,06	5,50	<b>14,81</b>	35,36	20013
10:31	20,0	2,4	0,01-100	0,5-20	4 -sc	9,46	<b>23,56</b>	40,62	4,16	<b>15,67</b>	106,15	6,05	<b>22,20</b>	40,60	20739

Emulsão gerada na furadeira, na rotação de 700 rpm, durante 5 min.

**Tabela A-6 – Resultados do teste realizado em 03/03/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 35% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	OPUS					MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
				FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
11:07	22,0	30	0,01-200	0,5-30	8 - sc	2,54	<b>22,98</b>	55,39	*	*	*	9,99	<b>23,37</b>	56,31	8153
11:11	22,5	30	0,01-400	0,5-30	8 - sc	35,83	<b>160,35</b>	291,97	16,19	<b>42,83</b>	44,76	9,99	<b>58,57</b>	81,48	11264
11:15	22,5	30	0,01-300	0,5-30	8 - sc	3,59	<b>31,38</b>	77,53	*	*	*	11,12	<b>44,63</b>	83,38	13192
11:22	22,5	30	0,01-300	0,5-30	10 - sc	5,76	<b>36,39</b>	83,50	14,95	<b>48,16</b>	102,66	7,81	<b>16,52</b>	31,91	13132
11:25	23,5	30	0,01-300	0,5-30	10 BC	18,44	<b>42,81</b>	79,29	19,47	<b>60,58</b>	148,81	8,27	<b>16,79</b>	32,17	14101
11:32	24,0	30	0,01-400	0,5-30	10 BC	14,34	<b>41,41</b>	81,38	*	*	*	7,47	<b>15,30</b>	27,71	14939
11:35	24,0	30	0,01-500	0,5-30	10 BC	33,63	<b>93,46</b>	273,47	*	*	*	7,37	<b>14,30</b>	37,64	15449
11:41	24,0	30	0,01-400	0,5-30	10 BC	12,00	<b>41,48</b>	83,52	*	*	*	7,43	<b>14,98</b>	26,37	14015
11:44	24,0	30	0,01-400	0,5-30	10 BC	8,67	<b>42,80</b>	93,39	*	*	*	7,21	<b>14,68</b>	25,51	15324
11:52	24,5	30	0,01-400	0,5-30	10 BC	9,56	<b>41,21</b>	85,02	*	*	*	7,13	<b>14,64</b>	25,34	16043
11:54	24,5	30	0,01-400	0,5-30	10 BC	1,12	<b>12,42</b>	55,67	*	*	*	7,14	<b>14,67</b>	25,51	16874
12:00	24,5	30	0,01-400	0,5-30	10 BC	14,51	<b>41,42</b>	81,54	16,53	<b>50,48</b>	117,29	6,88	<b>13,98</b>	24,88	18273
12:04	24,5	30	0,01-400	0,5-40	10 BC	12,55	<b>41,93</b>	97,18	*	*	*	*	*	*	*
12:09	24,5	30	0,01-400	0,5-40	10 BC	6,06	<b>40,78</b>	106,56	*	*	*	*	*	*	*
12:16	25,0	30	0,01-400	0,5-40	10 BC	16,88	<b>49,80</b>	110,52	16,40	<b>48,16</b>	110,79	*	*	*	*
12:18	25,0	30	0,01-400	0,5-40	10 BC	6,08	<b>40,42</b>	107,15	*	*	*	*	*	*	*
12:21	25,0	30	0,01-400	0,5-40	10 BC	14,26	<b>44,05</b>	100,13	*	*	*	*	*	*	*
12:27	25,0	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	9,86	<b>32,79</b>	55,81	15,11	<b>44,59</b>	106,38	*	*	*	*
12:40	25,5	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	16,28	<b>41,69</b>	77,79	*	*	*	9,28	<b>20,37</b>	49,87	17701
12:45	25,5	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	7,38	<b>30,84</b>	51,75	*	*	*	7,50	<b>15,27</b>	28,54	18403
12:48	25,5	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	10,29	<b>32,73</b>	56,12	*	*	*	7,31	<b>14,86</b>	26,88	18185
12:51	25,5	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	11,43	<b>36,23</b>	69,98	16,21	<b>46,54</b>	103,56	7,21	<b>14,72</b>	26,4	18276
13:04	26,0	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	7,53	<b>32,31</b>	56,43	*	*	*	7,19	<b>14,58</b>	26,18	19568
13:09	26,0	30	0,01-400	0,5-20	10 BC	2,14	<b>30,40</b>	54,91	16,18	<b>45,30</b>	105,59	7,14	<b>14,56</b>	25,92	19969

Continuação...

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
13:14	26,0	30	0,01-400	0,5-30	8 BC	18,62	<b>50,04</b>	115,35	*	*	*	8,29	<b>17,11</b>	17,11	15203
13:26	26,5	30	0,01-400	0,5-30	8 BC	15,47	<b>44,29</b>	98,49	*	*	*	7,30	<b>15,05</b>	26,83	19279
13:33	26,5	30	0,01-400	0,5-30	8 BC	18,11	<b>49,14</b>	114,92	*	*	*	7,21	<b>14,86</b>	26,42	19554
13:37	26,5	30	0,01-400	0,5-30	8 BC	17,51	<b>47,20</b>	105,37	*	*	*	7,19	<b>14,76</b>	26,23	19654
14:28	27,5	30	0,01-400	0,5-30	6 BC	12,41	<b>32,57</b>	59,14	*	*	*	6,68	<b>13,30</b>	23,91	22623
14:34	28,0	30	0,01-400	0,5-20	6 BC	13,99	<b>39,59</b>	75,16	*	*	*	7,40	<b>14,8</b>	26,33	19924
14:36	27,5	30	0,01-400	0,5-20	6 BC	18,79	<b>43,28</b>	77,32	15,38	<b>46,43</b>	97,60	7,19	<b>14,33</b>	25,64	20722
14:39	28,0	30	0,01-400	0,5-20	6 BC	18,92	<b>43,35</b>	77,44	*	*	*	7,34	<b>14,79</b>	26,07	20399
14:41	28,0	30	0,01-400	0,5-20	6 BC	16,59	<b>40,95</b>	75,81	*	*	*	7,56	<b>15,30</b>	26,56	19835
14:47	28,0	30	0,01-400	0,5-40	4 BC	6,53	<b>41,97</b>	114,33	*	*	*	7,95	<b>16,46</b>	30,31	18193
14:44	28,0	30	0,01-400	0,5-40	4 BC	28,19	<b>68,87</b>	131,61	*	*	*	8,22	<b>16,68</b>	29,25	16749
14:49	28,0	30	0,01-400	0,5-40	4 BC	11,73	<b>44,69</b>	109,93	*	*	*	7,69	<b>15,45</b>	27,21	19143
14:52	27,5	30	0,01-400	0,5-40	4 BC	4,13	<b>37,74</b>	106,61	*	*	*	7,50	<b>15,10</b>	26,49	19857
14:55	28,0	30	0,01-400	0,5-30	4 BC	23,26	<b>68,67</b>	199,62	15,44	<b>47,20</b>	102,12	7,43	<b>15,00</b>	26,27	20236
14:58	28,0	30	0,01-400	0,5-30	4 BC	20,71	<b>56,67</b>	142,97	*	*	*	7,36	<b>14,87</b>	25,98	20395
15:01	28,0	30	0,01-400	0,5-30	4 BC	31,92	<b>109,52</b>	270,35	*	*	*	7,31	<b>14,76</b>	25,89	20571
15:03	28,0	30	0,01-400	0,5-30	4 BC	79,26	<b>146,99</b>	270,20	*	*	*	7,37	<b>15,21</b>	26,51	19313
15:07	28,0	30	0,01-400	0,5-20	4 BC	12,79	<b>34,77</b>	64,56	*	*	*	7,64	<b>15,57</b>	27,36	18720
15:09	28,0	30	0,01-400	0,5-20	4 BC	16,47	<b>42,00</b>	76,63	18,02	<b>51,84</b>	102,03	7,75	<b>15,94</b>	28,12	18784
15:12	28,0	30	0,01-400	0,5-20	4 BC	14,70	<b>40,76</b>	77,25	*	*	*	7,95	<b>16,26</b>	28,61	18229
15:14	28,0	30	0,01-400	0,5-20	4 BC	14,43	<b>40,79</b>	72,39	*	*	*	8,06	<b>16,44</b>	28,81	18028
15:18	28,0	30	0,01-400	0,5-40	2 BC	280,43	<b>386,84</b>	459,12	*	*	*	8,17	<b>16,54</b>	28,77	17882
15:20	28,0	30	0,01-400	0,5-40	2 BC	21,37	<b>47,80</b>	90,36	*	*	*	8,56	<b>17,30</b>	30,04	16306
15:23	28,0	30	0,01-400	0,5-40	2 BC	19,59	<b>52,03</b>	113,66	*	*	*	9,14	<b>18,08</b>	32,04	15197
15:25	28,0	30	0,01-400	0,5-40	2 BC	16,46	<b>41,35</b>	79,63	24,96	<b>60,57</b>	115,88	8,89	<b>17,69</b>	31,06	16354
15:28	28,0	30	0,01-400	0,5-30	2 BC	19,96	<b>50,19</b>	105,79	*	*	*	9,02	<b>17,91</b>	31,72	17099
15:31	28,0	30	0,01-400	0,5-30	2 BC	17,26	<b>40,39</b>	76,35	*	*	*	9,49	<b>19,05</b>	41,54	17681

**Tabela A-7 – Resultados do teste realizado em 27/03/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 35% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	OPUS					MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
				FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
15:14	22,0	30	0,01-500	0,5-40	10 - sc	23,59	<b>53,80</b>	87,94	*	*	*	*	*	*	*
15:25	22,0	30	0,01-500	0,5-40	8 - sc	2,56	<b>23,18</b>	68,48	17,34	<b>55,33</b>	123,55	12,89	<b>39,55</b>	103,20	19743
15:28	22,0	30	0,01-500	0,5-40	8 - sc	21,43	<b>46,54</b>	83,28	*	*	*	11,99	<b>34,97</b>	102,56	19614
15:31	22,0	30	0,01-500	0,5-40	8 - sc	24,34	<b>55,53</b>	88,71	*	*	*	13,12	<b>60,24</b>	115,08	19552
15:33	22,0	30	0,01-500	0,5-40	8 BC	24,34	<b>55,46</b>	88,86	*	*	*	12,91	<b>55,86</b>	112,89	19499
15:36	22,0	30	0,01-500	0,5-40	6 BC	24,09	<b>30,39</b>	43,21	*	*	*	13,14	<b>66,50</b>	114,66	19849
15:42	22,0	30	0,01-500	0,5-40	6 - sc	28,36	<b>63,66</b>	<b>91,76</b>	18,51	<b>57,04</b>	118,81	12,84	<b>52,37</b>	115,29	19857
15:44	22,0	30	0,01-500	0,5-40	6 - sc	10,63	<b>44,60</b>	85,42	*	*	*	12,76	<b>48,87</b>	114,98	19792
15:49	22,0	30	0,01-500	0,5-40	6 - sc	24,33	<b>28,37</b>	32,42	*	*	*	12,33	<b>47,55</b>	115,06	19581
15:51	22,0	30	0,01-500	0,5-40	6 - sc	28,52	<b>65,78</b>	92,19	*	*	*	12,07	<b>43,85</b>	113,69	19539
15:53	22,0	30	0,01-500	0,5-40	6 BC	23,60	<b>29,66</b>	42,16	*	*	*	12,14	<b>43,95</b>	114,00	19397
15:56	22,5	30	0,01-500	0,5-40	6 BC	28,54	<b>65,46</b>	92,13	19,16	<b>61,29</b>	127,27	12,17	<b>42,60</b>	113,73	19130
16:02	22,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	25,60	<b>57,58</b>	89,91	*	*	*	11,30	<b>31,29</b>	110,00	19817
16:05	22,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,43	<b>54,05</b>	88,36	*	*	*	10,94	<b>32,21</b>	108,20	19978
16:09	22,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,48	<b>54,03</b>	88,34	*	*	*	11,22	<b>31,73</b>	112,19	19776
16:14	22,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,27	<b>53,95</b>	88,34	15,63	<b>52,49</b>	116,39	11,15	<b>29,50</b>	111,40	20197
16:18	22,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,44	<b>54,07</b>	88,37	*	*	*	10,83	<b>28,33</b>	110,44	20199
16:29	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,48	<b>54,08</b>	88,38	14,94	<b>53,35</b>	118,691	9,89	<b>22,66</b>	55,40	20459
16:32	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	24,30	<b>55,21</b>	89,02	*	*	*	9,80	<b>22,23</b>	55,59	20505
16:35	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,51	<b>54,11</b>	88,38	*	*	*	9,74	<b>21,91</b>	52,11	20602
16:37	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	25,37	<b>56,99</b>	89,61	*	*	*	9,72	<b>21,70</b>	53,16	20569
16:39	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	23,66	<b>57,06</b>	90,00	*	*	*	9,85	<b>22,20</b>	56,35	20264
16:44	23,5	30	0,01-500	0,5-20	5 BC	0,80	<b>8,32</b>	37,05	14,91	<b>51,16</b>	111,97	14,72	<b>87,28</b>	103,21	15110
16:47	23,5	30	0,01-500	0,5-20	5 BC	2,47	<b>22,82</b>	70,05	*	*	*	14,77	<b>87,45</b>	103,73	15102
16:56	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	0,59	<b>5,78</b>	23,22	*	*	*	15,06	<b>84,08</b>	102,73	13375

Continuação...

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
16:59	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	26,01	<b>56,70</b>	89,45	*	*	*	15,17	<b>84,03</b>	98,65	13375
17:03	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	26,96	<b>58,27</b>	90,12	16,16	<b>53,46</b>	11,19	15,41	<b>85,03</b>	98,64	13508
17:06	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	2,13	<b>20,23</b>	65,65	*	*	*	15,44	<b>85,87</b>	98,81	13564
17:09	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	3,81	<b>30,32</b>	78,87	*	*	*	15,47	<b>85,93</b>	99,05	13657
17:12	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	26,46	<b>57,50</b>	89,84	*	*	*	15,65	<b>85,82</b>	99,03	13398
17:14	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 - sc	25,71	<b>56,74</b>	89,33	16,12	<b>53,48</b>	114,16	15,68	<b>86,27</b>	99,32	13275
17:19	24,0	30	0,01-500	0,5-20	4 - sc	25,68	<b>55,96</b>	89,38	*	*	*	15,95	<b>87,14</b>	99,45	13517
17:26	23,5	30	0,01-500	0,5-20	4 BC	24,80	<b>55,07</b>	89,27	13,46	<b>45,83</b>	106,16	15,60	<b>86,14</b>	99,00	14232
17:30	23,5	30	0,01-500	0,5-20	6 BC	23,65	<b>53,19</b>	87,78	*	*	*	17,29	<b>90,81</b>	103,44	14751
17:37	24,0	30	0,01-500	0,5-20	8 BC	23,42	<b>53,57</b>	88,09	*	*	*	16,15	<b>90,34</b>	98,59	14755
17:41	24,0	30	0,01-500	0,5-30	8 BC	23,49	<b>53,58</b>	88,09	*	*	*	15,98	<b>83,19</b>	97,01	14798
17:46	24,0	30	0,01-500	0,5-20	8 BC	20,88	<b>46,42</b>	83,12	*	*	*	16,44	<b>80,93</b>	96,71	14927

**Tabela A-8 – Resultados do teste realizado em 23/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 10% O/A.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	OPUS					MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
				FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
09:28	12,5	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	9,84	<b>34,94</b>	75,57	*	*	*	19,76	<b>36,24</b>	67,49	20032
09:30	13	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	9,87	<b>35,13</b>	76,09	*	*	*	20,19	<b>36,48</b>	71,11	21160
09:33	13	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	10,00	<b>35,32</b>	76,22	*	*	*	18,90	<b>36,50</b>	69,65	21010
09:36	13	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	9,72	<b>35,56</b>	77,10	*	*	*	18,77	<b>38,40</b>	72,08	19450
09:39	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	4,61	<b>47,56</b>	87,44	22,398	<b>93,313</b>	207,716	20,34	<b>41,22</b>	75,55	19046
09:41	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	9,23	<b>35,54</b>	77,86	*	*	*	20,16	<b>44,03</b>	84,78	20302
09:46	14	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	9,51	<b>35,24</b>	77,02	*	*	*	21,02	<b>41,31</b>	79,26	17999
09:48	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	9,47	<b>36,56</b>	79,00	*	*	*	21,24	<b>42,13</b>	78,35	20607
09:51	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	8,81	<b>35,12</b>	77,64	19,359	<b>84,211</b>	207,854	20,59	<b>41,71</b>	80,43	20559
09:54	14	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	8,81	<b>35,35</b>	77,74	*	*	*	20,48	<b>36,00</b>	74,80	17860
09:57	14	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	8,87	<b>35,58</b>	78,11	*	*	*	20,32	<b>41,77</b>	83,61	17580
10:01	14	2,5	0,01-500	0,5-20	10 BC	9,52	<b>36,50</b>	79,40	12,262	<b>50,784</b>	123,329	20,54	<b>41,82</b>	90,13	18649
10:04	14	2,5	0,01-500	0,5-20	10 BC	9,44	<b>36,62</b>	79,60	*	*	*	20,66	<b>43,70</b>	79,30	18193
10:09	14	2,5	0,01-500	0,5-30	4 BC	5,07	<b>37,63</b>	81,75	18,104	<b>75,035</b>	177,239	20,20	<b>41,14</b>	74,34	18774
10:13	15	2,5	0,01-500	0,5-30	4 BC	13,39	<b>39,88</b>	77,95	*	*	*	22,04	<b>45,04</b>	88,53	1663
10:17	15	2,5	0,01-500	0,5-30	4 BC	12,81	<b>38,71</b>	76,80	*	*	*	19,72	<b>41,17</b>	78,59	19078
10:20	15	2,5	0,01-500	0,5-30	6 BC	3,08	<b>27,30</b>	74,01	17,016	<b>79,205</b>	201,877	19,11	<b>43,01</b>	79,94	21935
10:24	15	2,5	0,01-500	0,5-30	6 BC	3,64	<b>30,44</b>	77,71	*	*	*	22,63	<b>45,44</b>	84,51	20117
10:27	15	2,5	0,01-500	0,5-30	6 BC	3,38	<b>29,24</b>	76,50	*	*	*	20,58	<b>37,47</b>	73,09	20501
10:30	15	2,5	0,01-500	0,5-30	8 BC	3,54	<b>29,33</b>	77,15	11,477	<b>45,272</b>	114,877	19,43	<b>37,39</b>	72,84	20736
10:33	15	2,5	0,01-500	0,5-30	8 BC	3,95	<b>31,25</b>	79,25	*	*	*	19,14	<b>38,00</b>	73,05	20047
10:35	15	2,5	0,01-500	0,5-30	8 BC	3,55	<b>29,31</b>	77,44	*	*	*	19,39	<b>29,20</b>	70,85	20667
10:38	15	2,5	0,01-500	0,5-30	10 BC	2,74	<b>24,73</b>	71,17	*	*	*	20,55	<b>40,00</b>	76,47	19440
10:40	15	2,5	0,01-500	0,5-30	10 BC	2,63	<b>24,18</b>	70,56	12,753	<b>53,640</b>	157,082	19,60	<b>39,26</b>	75,09	19507
10:43	15,5	2,5	0,01-500	0,5-40	4 BC	13,06	<b>39,51</b>	79,16	*	*	*	20,66	<b>40,5</b>	74,81	19703

**Tabela A-9 – Resultados do teste realizado em 23/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 5% O/A.**

Hora		OPUS						MALVERN			LASENTEC			Número de gotas		
		T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)		D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)
14:13	A	16,5	2,5	0,01-500	0,5-20	4 -sc	9,67	<b>34,81</b>	75,81	*	*	*	18,55	<b>34,79</b>	61,21	25914
14:17	A	16,5	2,5	0,01-500	0,5-20	6 -sc	43,23	<b>66,25</b>	92,03	*	*	*	17,10	<b>31,06</b>	54,87	28811
14:19	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	6 -sc	7,09	<b>52,11</b>	88,09	*	*	*	17,28	<b>32,96</b>	57,06	29638
14:21	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	4,52	<b>44,02</b>	86,03	*	*	*	17,53	<b>34,67</b>	59,83	29155
14:24	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	8,75	<b>35,19</b>	77,74	*	*	*	17,33	<b>33,68</b>	59,65	28514
14:27	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	9,06	<b>34,92</b>	77,18	*	*	*	17,86	<b>34,33</b>	68,07	27022
14:30	A	16	2,5	0,01-250	0,5-20	8 BC	28,35	<b>39,44</b>	51,67	*	*	*	18,35	<b>34,78</b>	60,35	26116
14:35	A	16	2,5	0,01-500	0,5-30	6 -sc	3,53	<b>27,75</b>	72,25	*	*	*	18,29	<b>35,68</b>	64,03	23309
14:38	A	16	2,5	0,01-500	0,5-30	6 -sc	3,63	<b>28,36</b>	73,20	13,596	<b>66,910</b>	147,410	18,43	<b>35,82</b>	62,44	21902
14:40	A	16	2,5	0,01-500	0,5-30	6 BC	3,18	<b>26,98</b>	72,41	*	*	*	19,46	<b>38,93</b>	76,19	21130
14:42	A	16	2,5	0,01-500	0,5-30	8 BC	3,00	<b>26,48</b>	73,97	*	*	*	19,45	<b>38,98</b>	73,11	20188
14:47	A	16	2,5	0,01-500	0,5-40	6 BC	4,50	<b>29,21</b>	72,79	19,528	<b>79,401</b>	148,154	20,30	<b>41,45</b>	87,85	20303
14:50	A	16	2,5	0,01-500	0,5-40	8 BC	2,67	<b>25,52</b>	73,51	*	*	*	17,96	<b>33,33</b>	62,06	19826
14:53	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	0,16	<b>1,55</b>	6,89	*	*	*	18,65	<b>34,77</b>	61,44	19886
14:56	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	9,79	<b>35,32</b>	76,47	*	*	*	18,71	<b>37,49</b>	70,34	20892
14:59	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	9,79	<b>35,29</b>	76,49	22,962	<b>85,800</b>	158,578	18,36	<b>38,60</b>	70,47	21682
15:02	A	16	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	6,59	<b>50,73</b>	87,81	*	*	*	16,47	<b>33,44</b>	56,80	21973
15:05	A	16	3,5	0,01-500	0,5-20	5 BC	9,23	<b>34,56</b>	75,94	*	*	*	15,82	<b>32,08</b>	49,31	21707
15:10	A	16	3,5	0,01-500	0,5-20	5 BC	9,44	<b>34,92</b>	76,24	22,614	<b>79,812</b>	146,451	18,52	<b>36,54</b>	69,81	27526
15:13	A	16	3,5	0,01-200	0,5-20	5 BC	26,65	<b>36,43</b>	43,51	*	*	*	18,22	<b>35,82</b>	60,87	26482
15:17	A	16	3,5	0,01-200	0,5-40	8 BC	5,82	<b>16,13</b>	36,74	*	*	*	17,90	<b>35,47</b>	60,09	24555
15:20	A	16	3,5	0,01-200	0,5-20	3 -sc	2,83	<b>36,60</b>	43,54	16,614	<b>70,963</b>	142,174	18,91	<b>39,24</b>	63,72	23406
15:23	A	16	3,5	0,01-500	0,5-20	5 -sc	9,32	<b>34,84</b>	76,53	*	*	*	18,91	<b>37,44</b>	66,47	22107
15:25	A	16	3,5	0,01-500	0,5-20	6 -sc	5,63	<b>48,58</b>	87,39	*	*	*	18,75	<b>36,29</b>	65,54	23585
15:29	A	16	3,5	0,01-400	0,5-20	6 -sc	42,87	<b>60,23</b>	77,34	21,508	<b>79,430</b>	149,238	19,34	<b>41,89</b>	75,53	24336
15:32	A	16	3,5	0,01-400	0,5-20	6 -sc	42,10	<b>59,07</b>	77,10	*	*	*	19,10	<b>39,82</b>	68,15	24479
15:35	A	16	3,5	0,01-500	0,5-20	8 -sc	9,04	<b>35,10</b>	77,52	*	*	*	19,35	<b>39,55</b>	69,02	24540

A- passando pelo TURRAX® na rotação 2.

**Tabela A-10 – Resultados do teste realizado em 24/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 30% O/A.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			OPUS			Número de gotas
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
9:57	12,5	2,5	0,01-500	0,5-20	10 -sc	12,09	<b>42,22</b>	82,55	*	*	*	16,73	<b>31,99</b>	63,98	23601
9:59	12,5	2,5	0,01-500	0,5-20	10 BC	9,75	<b>34,62</b>	75,82	19,470	<b>86,990</b>	217,495	17,69	<b>35,78</b>	73,21	23725
10:04	13	2,5	0,01-500	0,5-20	10 BC	9,39	<b>34,50</b>	75,74	*	*	*	17,78	<b>31,94</b>	64,35	21261
10:07	13	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	29,12	<b>48,13</b>	75,62	*	*	*	17,74	<b>33,46</b>	67,75	22024
10:10	13	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	29,45	<b>39,26</b>	46,22	26,934	<b>104,306</b>	219,879	17,16	<b>32,63</b>	63,26	23470
10:13	13	2,5	0,01-500	0,5-20	8 BC	10,44	<b>35,32</b>	75,35	*	*	*	17,20	<b>33,63</b>	66,52	24115
10:16	13	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	27,18	<b>38,12</b>	45,99	*	*	*	17,74	<b>35,44</b>	71,13	22786
10:19	13	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	14,63	<b>37,87</b>	73,69	*	*	*	17,91	<b>33,41</b>	66,42	21978
10:21	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	26,84	<b>37,78</b>	45,92	*	*	*	17,41	<b>33,57</b>	68,56	22906
10:23	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	6 BC	16,04	<b>39,64</b>	76,81	*	*	*	17,33	<b>33,75</b>	70,80	22665
10:26	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	27,26	<b>39,37</b>	54,62	*	*	*	16,51	<b>32,53</b>	65,67	23883
10:29	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	17,99	<b>41,08</b>	78,93	21,417	<b>81,003</b>	196,484	17,31	<b>32,77</b>	64,54	23794
10:33	13,5	2,5	0,01-500	0,5-20	4 BC	30,43	<b>44,31</b>	63,31	*	*	*	17,21	<b>33,74</b>	67,57	24321
10:36	14	2,5	0,01-500	0,5-20	3 BC	28,24	<b>38,82</b>	46,13	*	*	*	17,74	<b>33,93</b>	68,63	23751
10:38	14	2,5	0,01-500	0,5-20	3 BC	32,20	<b>39,76</b>	46,32	30,384	<b>106,472</b>	358,587	17,51	<b>34,63</b>	64,20	25009

Dados de operação na entrada do gerador de emulsão:

- Pressão do óleo = 7 bar; Pressão da água= 1,5 bar.
- Entrada de óleo pelo orifício de 1,5 mm.

**Tabela A-11 – Resultados do teste realizado em 24/04/2009, com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série na saída do banco gerador de emulsões, sendo a fase contínua água, e concentração da emulsão de 35% O/A.**

Hora		OPUS							LASENTEC				
		T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	Número de gotas
15:06	A	16,5	2,6	0,01-500	0,5-40	6 –sc	37,19	<b>53,55</b>	83,03	*	*	*	*
15:09	A	16,5	2,0	0,01-500	0,5-40	6 BC	16,41	<b>43,27</b>	77,67	24,90	<b>53,44</b>	128,05	21210
15:11	A	16,5	2,0	0,01-500	0,5-40	6 BC	12,17	<b>32,03</b>	62,88	25,50	<b>58,54</b>	154,78	19787
15:16	A	16,5	3,1	0,01-500	0,5-40	6 BC	17,20	<b>35,58</b>	58,97	23,90	<b>48,80</b>	95,99	20696
15:19	A	16,5	3,1	0,01-500	0,5-40	4 BC	17,70	<b>33,95</b>	57,96	23,19	<b>49,87</b>	93,57	21035
15:23	A	16,5	3,1	0,01-500	0,5-40	4 BC	14,36	<b>33,64</b>	64,76	24,28	<b>52,47</b>	105,28	24935
15:25	A	16,5	3,2	0,01-500	0,5-40	4 BC	26,52	<b>45,52</b>	64,28	22,23	<b>47,33</b>	101,73	26983
15:28	A	16,5	3,2	0,01-500	0,5-40	4 BC	15,41	<b>32,87</b>	58,45	22,98	<b>52,55</b>	111,72	26625
15:33	A	16,5	3,5	0,01-500	0,5-40	8 BC	21,65	<b>54,02</b>	88,33	22,10	<b>46,75</b>	92,99	28142
15:35	A	16,5	3,5	0,01-500	0,5-40	8 BC	15,18	<b>42,70</b>	80,72	21,80	<b>46,29</b>	94,10	27786
15:39	B	16,5	3,5	0,01-500	0,5-40	8 BC	0,11	<b>30,52</b>	60,54	24,34	<b>52,21</b>	101,03	25729
15:42	B	16,5	3,5	0,01-500	0,5-40	8 BC	0,21	<b>1,46</b>	3,85	21,45	<b>44,08</b>	75,50	18506
15:46	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	4 BC	31,00	<b>45,06</b>	63,68	21,85	<b>46,47</b>	91,13	18209
15:49	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	4 –sc	10,84	<b>35,87</b>	76,81	21,65	<b>44,12</b>	79,23	17823
15:52	B	16,5	3,8	0,01-200	0,5-20	4 –sc	27,82	<b>37,25</b>	43,67	21,38	<b>44,12</b>	77,62	17823
15:55	B	16,5	3,8	0,01-200	0,5-20	4 –sc	27,8	<b>37,24</b>	43,67	21,50	<b>43,64</b>	80,60	17769
15:58	B	16,5	3,8	0,01-200	0,5-20	4 –sc	27,72	<b>37,20</b>	43,66	22,09	<b>42,31</b>	81,86	18556
16:01	B	16,5	3,8	0,01-200	0,5-20	4 –sc	19,44	<b>26,44</b>	31,33	20,70	<b>42,19</b>	76,00	18936
16:03	B	16,5	3,8	0,01-200	0,5-20	6 –sc	27,11	<b>36,83</b>	43,59	20,90	<b>42,30</b>	78,89	19361
16:06	B	16,5	3,8	0,01-200	0,5-20	8 –sc	30,14	<b>37,91</b>	43,80	21,27	<b>42,65</b>	81,51	19600
16:09	B	16,5	3,8	0,01-300	0,5-20	8 –sc	34,74	<b>47,87</b>	60,70	21,38	<b>45,51</b>	81,03	19789
16:12	B	16,5	3,8	0,01-300	0,5-20	10 –sc	26,51	<b>36,97</b>	44,73	21,08	<b>42,22</b>	78,17	19647
16:16	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	20,30	<b>49,50</b>	85,31	21,18	<b>42,50</b>	79,26	25510
16:19	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	9,87	<b>35,15</b>	75,29	20,32	<b>42,38</b>	76,65	20686
16:21	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	30,23	<b>44,15</b>	65,38	20,32	<b>40,66</b>	74,75	21051
16:23	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	13,17	<b>37,27</b>	75,48	20,32	<b>40,53</b>	75,17	21486
16:24	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	38,09	<b>61,02</b>	89,90	20,31	<b>40,49</b>	75,24	21006
16:27	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	38,04	<b>61,98</b>	90,58	20,37	<b>40,83</b>	75,51	22208
16:29	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	12,88	<b>37,30</b>	73,78	20,26	<b>40,26</b>	74,59	22507
16:31	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	33,67	<b>56,37</b>	87,85	20,61	<b>42,33</b>	77,07	21303
16:33	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	14,19	<b>45,26</b>	84,57	21,01	<b>43,40</b>	78,23	21445
16:35	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	28,74	<b>48,08</b>	80,96	20,48	<b>41,52</b>	75,10	21618
16:38	B	16,5	3,8	0,01-500	0,5-20	10 –sc	37,18	<b>62,94</b>	91,45	20,24	<b>40,26</b>	76,19	22666
16:41	B	16,5	4,0	0,01-500	0,5-20	10 –sc	29,44	<b>54,64</b>	88,98	20,53	<b>41,41</b>	75,44	23132

A- passando pelo TURRAX®; B – não passando pelo TURRAX®.

**Tabela A-12 – Resultados do teste realizado em 30/04/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 42% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC			Número de gotas
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
9:35	13,0	3,5	0,01-500	0,5-20	10 -BC	4,94	<b>32,30</b>	77,56	*	*	*	13,62	<b>37,16</b>	52,91	11590
9:38	13,0	3,5	0,01-500	0,5-20	4 -BC	13,21	<b>44,64</b>	87,55	*	*	*	13,64	<b>37,20</b>	52,89	11545
9:41	13,0	3,5	0,01-400	0,5-20	4 -BC	15,21	<b>54,00</b>	76,32	5,36	<b>17,25</b>	34,37	13,73	<b>37,22</b>	52,91	11461
9:44	13,5	3,5	0,01-400	0,5-20	6 -BC	59,75	<b>69,47</b>	79,18	*	*	*	13,74	<b>37,34</b>	52,98	11441
9:47	13,5	3,5	0,01-500	0,5-20	6 -BC	12,71	<b>30,74</b>	57,85	18,83	<b>58,87</b>	132,99	13,66	<b>37,48</b>	52,97	11411
9:52	13,5	3,5	0,01-500	0,5-20	6 -BC	17,63	<b>38,15</b>	76,13	*	*	*	13,59	<b>37,52</b>	53,00	11330
9:59	14,0	3,4	0,01-500	0,5-20	8 -BC	7,32	<b>29,88</b>	72,40	*	*	*	13,57	<b>37,54</b>	53,01	11195
10:02	14,0	3,4	0,01-500	0,5-20	8 -BC	3,50	<b>28,49</b>	75,21	6,65	<b>20,08</b>	88,37	13,53	<b>37,56</b>	53,00	11188
<i>Vazão nos medidores alterada para 4 l/min e a emulsão passou pelo TURRAX® na primeira rotação (1)</i>															
10:19	14,0	4,0	0,01-500	0,5-20	8 -BC	15,32	<b>52,17</b>	89,35	4,17	<b>13,82</b>	43,77	12,78	<b>38,27</b>	53,12	11024
10:22	15,0	4,0	0,01-500	0,5-20	8 -BC	11,83	<b>19,38</b>	26,16	*	*	*	12,85	<b>38,29</b>	53,12	11003
10:25	15,0	4,0	0,01-500	0,5-30	6 -BC	18,07	<b>24,24</b>	33,62	*	*	*	13,03	<b>38,35</b>	53,14	11008
10:29	15,0	4,0	0,01-500	0,5-30	6 -BC	17,43	<b>24,16</b>	33,93	4,74	<b>15,18</b>	81,48	13,46	<b>38,35</b>	53,15	10964
10:36	15,0	4,0	0,01-500	0,5-20	4 sc	5,08	<b>44,28</b>	85,69	2,94	<b>12,37</b>	27,81	14,02	<b>38,32</b>	53,17	10974
<i>Vazão nos medidores de 4,0 l/min e a emulsão passou pelo TURRAX® ligado na terceira rotação (3)</i>															
10:39	15,0	4,0	0,01-500	0,5-20	4 -sc	4,66	<b>41,60</b>	82,67				14,26	<b>38,38</b>	53,22	10757
10:42	15,5	4,35	0,01-500	0,5-20	4 -BC	5,30	<b>46,55</b>	88,02	4,14	<b>17,41</b>	411,92	14,40	<b>38,56</b>	54,95	10776
10:45	15,5	4,4	0,01-500	0,5-20	6 -BC	5,35	<b>47,43</b>	88,48	*	*	*	15,29	<b>50,17</b>	61,83	11062
10:51	*	*	*	*	*	*	*	*	7,94	<b>28,38</b>	352,71	15,28	<b>58,60</b>	62,28	11520
<i>Vazão alterada para 3.5 l/min e desligado o TURRAX®</i>															
11:03	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	6 -BC	39,70	<b>69,12</b>	92,75	16,17	<b>60,65</b>	134,87	12,21	<b>35,55</b>	56,67	20576
11:10	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	6 -BC	39,73	<b>69,20</b>	92,77	*	*	*	12,26	<b>35,18</b>	57,43	22100
11:13	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	4 -BC	43,41	<b>70,06</b>	92,94	17,27	<b>61,51</b>	135,47	12,23	<b>35,15</b>	57,87	22371
11:18	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	3 -BC	43,70	<b>69,79</b>	92,88	*	*	*	12,27	<b>35,38</b>	58,27	22265
11:21	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	3 -BC	4,24	<b>32,69</b>	78,45	18,02	<b>60,95</b>	134,35	12,29	<b>35,62</b>	58,33	22399
11:24	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	3 -BC	23,93	<b>61,38</b>	90,78	*	*	*	12,31	<b>35,68</b>	58,42	22205
11:27	15,5	3,7	0,01-500	0,5-20	3 -BC	21,77	<b>60,29</b>	90,46	*	*	*	12,26	<b>35,54</b>	58,62	22449

Emulsão gerada no banco, na vazão total de 6.56 l/min, utilizando 2 bicos, pressão da água de 9 bar e pressão do óleo de 5 bar.

**Tabela A-13 – Resultados do teste realizado em 30/04/2009 (à tarde), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 21% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	OPUS					MALVERN			LASENTEC			Número de Gotas
				FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
14:35	16,5	3,0	0,01-500	0,5-30	10 -sc	24,49	<b>54,89</b>	88,84	*	*	*	13,01	<b>30,45</b>	54,98	21487
14:38	16,5	3,0	0,01-500	0,5-30	10 -BC	19,41	<b>48,41</b>	85,81	*	*	*	13,24	<b>35,73</b>	62,89	20641
14:41	17,0	3,0	0,01-500	0,5-30	8 -BC	3,96	<b>32,38</b>	81,90	*	*	*	13,11	<b>36,54</b>	60,20	20973
14:44	17,0	3,0	0,01-500	0,5-30	8 -BC	3,81	<b>31,21</b>	80,73	16,96	<b>63,26</b>	171,11	13,13	<b>34,01</b>	55,86	20656
14:52	17,0	3,0	0,01-500	0,5-30	8 -BC	16,87	<b>40,08</b>	87,98	14,94	<b>57,01</b>	137,35	13,35	<b>36,70</b>	57,52	20789
14:59	17,0	3,0	0,01-500	0,5-30	4 -BC	17,61	<b>36,16</b>	73,67	15,57	<b>62,50</b>	155,64	12,93	<b>32,89</b>	55,78	20315
15:12	17,0	3,0	0,01-500	0,5-30	3 -sc	9,64	<b>18,14</b>	30,97	15,17	<b>59,32</b>	145,16	11,76	<b>27,83</b>	49,28	19359
15:17	17,0	3,0	0,01-400	0,5-20	4 -sc	10,83	<b>26,34</b>	71,95	16,18	<b>60,26</b>	151,44	11,72	<b>27,79</b>	49,32	19583
15:20	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	4 -BC	5,18	<b>45,29</b>	87,51	*	*	*	11,78	<b>27,97</b>	49,62	19632
15:25	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	4 -BC	5,15	<b>45,17</b>	87,44	*	*	*	12,26	<b>30,16</b>	54,08	19751
15:28	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	6 -BC	37,40	<b>52,35</b>	65,50	15,50	<b>58,90</b>	146,97	12,77	<b>32,13</b>	56,18	19932
15:34	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	8 -sc	17,53	<b>39,09</b>	75,89	16,01	<b>58,72</b>	141,18	12,76	<b>32,21</b>	55,62	19776
15:42	17,0	3,0	0,01-300	0,5-20	10 -BC	2,20	<b>18,06</b>	48,82	16,71	<b>64,24</b>	164,25	12,74	<b>31,98</b>	54,94	19660
15:45	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	2,26	<b>58,58</b>	90,25	*	*	*	12,77	<b>32,30</b>	55,57	19762
15:51	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -sc	10,08	<b>40,62</b>	82,61	16,99	<b>58,92</b>	153,31	13,01	<b>33,55</b>	55,62	20274
15:53	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -sc	10,47	<b>41,00</b>	82,69	*	*	*	13,22	<b>34,22</b>	5,04	20179
15:58	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	27,04	<b>58,65</b>	90,19	17,06	<b>57,76</b>	147,55	13,72	<b>37,15</b>	57,21	20267
16:01	17,0	3,0	0,01-1000	0,5-20	10 -BC	4,30	<b>39,28</b>	120,51	*	*	*	13,74	<b>37,95</b>	57,22	20290
16:07	17,0	3,0	0,01-1000	0,5-20	10 -sc	4,32	<b>39,41</b>	120,65	*	*	*	13,37	<b>34,63</b>	56,28	20196
16:08	17,0	3,0	0,01-1000	0,5-20	10 -sc	4,33	<b>39,51</b>	120,76	17,25	<b>65,08</b>	164,76	13,12	<b>33,57</b>	55,56	20023
16:14	17,0	3,0	0,01-500	0,5-40	10 -sc	25,14	<b>35,19</b>	45,41	*	*	*	12,85	<b>32,47</b>	55,79	19909
16:16	17,0	3,0	0,01-500	0,5-40	8 -sc	2,03	<b>20,82</b>	44,02	*	*	*	12,80	<b>32,36</b>	55,77	19933
16:19	17,0	3,0	0,01-500	0,5-40	6 -sc	22,59	<b>28,96</b>	40,38	17,43	<b>66,62</b>	166,42	12,96	<b>33,22</b>	55,83	20095

Emulsão gerada no banco, na vazão total de 6.56 l/min, utilizando 2 bicos, pressão da água de 9 bar e pressão do óleo de 5 bar.

**Tabela A-14 – Resultados do teste realizado em 30/04/2009 (à tarde), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 10% A/O.**

OPUS									MALVERN			LASENTEC			Número de Gotas
Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	
16:30	17,5	2,9	0,01-500	0,5-40	6 -BC	13,92	<b>20,86</b>	30,39	*	*	*	11,54	<b>37,15</b>	57,81	14667
16:34	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	26,72	<b>57,17</b>	89,63	*	*	*	11,49	<b>34,09</b>	57,62	14874
16:37	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	26,32	<b>56,74</b>	89,45	20,85	<b>95,52</b>	225,32	11,41	<b>34,01</b>	57,57	14943
16:39	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	24,04	<b>54,58</b>	88,58	*	*	*	11,10	<b>34,33</b>	57,55	14721
16:42	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	26,32	<b>56,70</b>	89,43	20,07	<b>80,81</b>	201,64	11,48	<b>32,06</b>	57,03	14706
16:45	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	26,33	<b>56,74</b>	89,44	*	*	*	11,58	<b>32,51</b>	57,21	14613
16:47	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	24,11	<b>54,66</b>	88,60	*	*	*	11,61	<b>32,57</b>	57,19	14604
16:50	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	8,31	<b>33,23</b>	76,93	20,64	<b>90,25</b>	221,11	11,94	<b>35,61</b>	57,74	14667
16:53	17,0	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	26,27	<b>56,63</b>	89,39	*	*	*	11,95	<b>35,47</b>	57,75	14874
Mantida a concentração de 10% A/O e ligado o TURRAX® para quebra de gotas na rotação (2).															
16:58	17,5	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	7,68	<b>31,44</b>	75,02	*	*	*	10,09	<b>53,16</b>	58,00	14440
17:01	17,5	3,0	0,01-500	0,5-20	10 -BC	7,62	<b>31,16</b>	74,62	*	*	*	10,17	<b>54,15</b>	58,02	14321

Emulsão gerada no banco, na vazão total de 6.56 l/min, utilizando 2 bicos, pressão da água de 9 bar e pressão do óleo de 5 bar.

Dados de operação na entrada do gerador de emulsão:

- Pressão do óleo = 5 bar; Pressão da água = 5 bar.
- Entrada de água utilizando 2 bicos.
- Vazão total de emulsão gerada = 7,5 l/min.

**Tabela A-15 – Resultados do teste realizado em 05/05/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 10% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC		
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)
10:23	15,0	3,2	0,01-500	0,5-40	8 -BC	1,64	<b>17,39</b>	44,56	*	*	*	18,55	<b>47,62</b>	66,66
10:26	15,0	3,25	0,01-500	0,5-40	8 -BC	1,64	<b>18,05</b>	45,09	14,01	<b>57,08</b>	163,15	18,86	<b>48,48</b>	66,90
10:29	15,0	3,2	0,01-500	0,5-30	8 -BC	15,98	<b>40,06</b>	87,64	*	*	*	18,55	<b>48,30</b>	66,22
10:32	15,0	3,23	0,01-500	0,5-30	8 -BC	16,58	<b>43,51</b>	87,37	*	*	*	17,87	<b>47,88</b>	66,14
10:34	15,0	2,5	0,01-500	0,5-20	8 -BC	45,80	<b>73,71</b>	93,67	15,35	<b>58,39</b>	169,81	17,78	<b>47,92</b>	66,28
10:41	15,0	2,5	0,01-500	0,5-20	8 -BC	6,85	<b>54,63</b>	90,46	15,09	<b>64,14</b>	200,78	17,60	<b>46,43</b>	60,02
10:47	15,0	2,5	0,01-500	0,5-30	6 -BC	12,69	<b>21,19</b>	32,79	15,51	<b>66,28</b>	188,72	17,10	<b>40,73</b>	60,11
10:50	15,0	2,5	0,01-500	0,5-20	6 -BC	28,88	<b>46,93</b>	64,41	*	*	*	16,51	<b>40,09</b>	59,37
10:53	15,0	2,5	0,01-500	0,5-20	4 -BC	5,23	<b>45,70</b>	88,08	15,16	<b>70,02</b>	216,23	15,69	<b>40,17</b>	58,75

Emulsão gerada no banco, na vazão total de 7,38 l/min, utilizando 2 bicos, pressão da água 4,5 bar e pressão do óleo de 4,5 bar.

**Tabela A-16 – Resultados do teste realizado em 05/05/2009 (manhã), com os medidores OPUS e LASENTEC montados em série em circuito fechado, e comparação com amostras analisadas no MALVERN, diluídas no óleo EMCA, sendo a fase contínua óleo, e concentração da emulsão de 40% A/O.**

Hora	T (°C)	Vazão (l/min)	OPUS						MALVERN			LASENTEC		
			Faixa de leitura (µm)	FREQ. (MHz)	GAP (mm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)	D(v;0,1) (µm)	D(v;0,5) (µm)	D(v;0,9) (µm)
11:12	15,5	3,2	0,01-500	0,5-20	4 -BC	5,04	<b>44,61</b>	87,47	12,26	<b>58,89</b>	158,93	16,46	<b>39,07</b>	68,22
11:14	15,5	3,2	0,01-500	0,5-20	4 -BC	5,10	<b>45,14</b>	87,68	*	*	*	16,86	<b>39,10</b>	67,77
11:21	15,5	3,2	0,01-500	0,5-20	3 -BC	4,01	<b>31,94</b>	77,83	13,19	<b>60,33</b>	155,01	17,30	<b>38,79</b>	66,55
11:24	15,5	3,4	0,01-500	0,5-20	2 -BC	20,89	<b>59,49</b>	90,16	*	*	*	17,38	<b>38,98</b>	66,35
11:27	15,5	3,4	0,01-300	0,5-20	2 -BC	20,53	<b>48,78</b>	60,88	13,50	<b>58,74</b>	151,84	17,48	<b>38,95</b>	66,45
11:30	15,5	3,5	0,01-500	0,5-20	4 -BC	14,32	<b>52,90</b>	88,79	*	*	*	17,38	<b>39,20</b>	65,70
11:33	15,5	3,5	0,01-500	0,5-30	6 -BC	5,29	<b>46,55</b>	87,87	12,73	<b>57,37</b>	144,97	17,51	<b>40,12</b>	64,43
11:35	15,5	3,5	0,01-500	0,5-20	8 -BC	36,95	<b>51,05</b>	65,24	*	*	*	16,72	<b>41,28</b>	65,35
11:38	15,5	3,5	0,01-500	0,5-20	10 -BC	21,40	<b>54,17</b>	88,57	15,16	<b>64,41</b>	176,08	16,75	<b>41,30</b>	65,00
11:42	15,5	3,5	0,01-500	0,5-20	10 -BC	22,67	<b>56,03</b>	89,40	*	*	*	16,68	<b>39,74</b>	64,89

Emulsão gerada no banco, na vazão total de 6.56 l/min, utilizando 2 bicos, pressão da água de 9 bar e pressão do óleo de 5 bar.

## APÊNDICE B - Teste da Mediana de Mood

De acordo com Mood e Brown (1951), o teste da mediana de Mood compara as medianas de duas ou mais amostras. Há uma relação com o teste de sinal da amostra e compartilha as mesmas propriedades de robustez e poder (geralmente baixo).

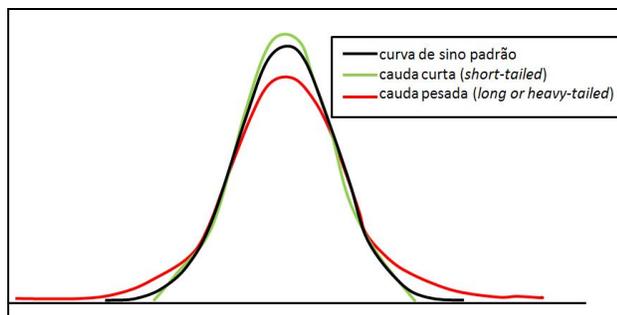
### Suposições

1. As observações são independentes com amostras entre e dentro.
2. As amostras são descritas como todas com as mesmas formas de distribuição.

### Poder e robustez:

Possuem as mesmas características como encontrado no teste de sinal. O teste da mediana é robusto na existência de pontos extremos (*outliers*), possuindo grande eficiência nas formas diferentes das distribuições.

Em contrapartida, o teste da mediana tem o ponto fraco para dados com distribuição normal, com rendimento baixo para distribuições de caudas curtas (com valores altamente concentrados em torno da média, com uma cauda que cai bruscamente para próximo de zero); porém o teste da mediana possui poder considerável para distribuições de caudas pesadas (ou leptocúrticas, ricas em pontos *outliers*).



**Figura B.1** Tipos de caudas em distribuições simétricas

**Hipóteses:**

- H<sub>0</sub>: as medianas da população são iguais
- H<sub>a</sub>: as medianas da população não são iguais

**Fundamento**

Se a hipótese nula é verdadeira, qualquer observação terá a probabilidade de 0,5 que valores estão acima da mediana global, independente da origem da população. Para cada amostra, o número de observações maior do que a mediana global teria uma distribuição binomial com  $p = 0,5$ .

Mesmo que a hipótese nula for verdadeira, a mediana global da população não é conhecida. Esta pode ser estimada através da mediana de todas as observações obtidas.

**Procedimento**

1. Determinar a mediana global
2. Para cada amostra, efetuar a contagem de quantas observações obtidas são maiores do que a mediana global, e quantas forem iguais ou menores a esta.
3. Colocar a contagem do passo 2 em uma tabela de contingência 2 x k:

**Tabela B-1 – Montagem da tabela para teste de Mood**

Classe da amostra	Menor ou igual a mediana global (N<=)	Maior que a mediana global (N>)	Mediana Amostra n
Amostra 1			
Amostra 2			
<i>Etc.</i>			
<b>Mediana Global</b>			

4. Executar um teste de qui-quadrado nesta tabela, testando a hipótese que a probabilidade da observação é maior do que a mediana global é a mesma para todas as populações.

**Minitab®:**

**Stat → Nonparametrics → Mood's Median Test ...**

Especifique as colunas contendo as respostas (variável quantitativa) e o fator (variáveis categóricas com grupos definidos). Não há gráficos disponíveis; apenas opções para armazenamento de resíduos e se os resíduos estão armazenados, opção para armazenar ajustes de modelos.

## **ANEXO I**

### CARACTERÍSTICAS DO ÓLEO CRU

Densidade: 0,8892 g/cm<sup>3</sup>

°API: 26,9

Viscosidade: 34 cp a 20 °C

Cromatografia Líquida: 51,92 % Saturados

24,85 % Aromáticos

23,23% NSO (compostos sulfo-nitro-oxigenados)

## ANEXO II

### CARACTERÍSTICAS DO ÓLEO MINERAL BRANCO USP EMCA

Aparência	Límpido
Odor e Sabor	Ausente
Cor Saybolt	+ 30
Densidade a 20 °C	0,832 – 0,865
Viscosidade SSU, 100 °F	70,0 – 80,0
Parafina Sólida	Passa
Acidez/Neutralidade	Neutro
Fluorescência	Ausente
Ponto de Fulgor, COC, °C	> 172
Ponto de Fluidez, °C	-7

Fonte: [www.oleomineralbranco.com.br](http://www.oleomineralbranco.com.br)

(Campestre Ind. e Com. de Óleos Vegetais LTD)