

## *Monografia de Graduação*

**Análise comparativa entre extratantes utilizados na determinação da eficiência de separação óleo/água em um extrator líquido-líquido à inversão de fases através do método espectrofotométrico**

**Norberto Araújo de Moraes**

**Natal, março de 2005**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE**

**CENTRO DE TECNOLOGIA**

**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

---

**ANÁLISE COMPARATIVA ENTRE EXTRATANTES  
UTILIZADOS NA DETERMINAÇÃO DA EFICIÊNCIA  
DE SEPARAÇÃO ÓLEO/ÁGUA EM UM EXTRATOR  
LÍQUIDO-LÍQUIDO À INVERSÃO DE FASES  
ATRAVÉS DO MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO**

---

**Norberto Araújo de Moraes**

GRADUANDO

**NATAL, março de 2005.**

**MORAES, Norberto Araújo de** – Análise Comparativa entre Extratantes Utilizados na Determinação da Eficiência de Separação Óleo/Água em um Extrator Líquido-Líquido à Inversão de Fases Através do Método Espectrofotométrico. Monografia, UFRN, Departamento de Engenharia Química. Áreas de Concentração: Engenharia de Petróleo e Engenharia Ambiental, Natal/RN, Brasil.

Orientador: Prof. Dr. João Bosco de Araújo Paulo.

---

**RESUMO:** Os equipamentos usuais na separação de fases em sistemas líquido-líquido são os misturadores-decantadores e as colunas de extração. Um novo **design** de equipamento com características mistas de misturador-decantador e coluna é proposto com base no “Método de Separação à Inversão de Fases”. O aparelho que vem sendo denominado MDIF (Misturador-Decantador à Inversão de Fases) tem se mostrado eficaz no tratamento de águas contendo até 2600 mg/L de óleo na forma emulsionada. O efluente obtido na saída do MDIF tem se aproximado de 20 mg/L que é o teor máximo permitido pelos órgãos ambientais federais. Neste trabalho faz-se um estudo comparativo entre três extratantes através do método de Espectrofotometria para avaliar a eficiência de separação entre as fases óleo bruto e água do novo aparelho de tratamento de águas residuais contaminadas com óleo. O método atualmente empregado se baseia no padrão espectrofotométrico utilizado pela Petrobrás (2000, E&P-PE-37-0574-0), que utiliza o Clorofórmio como extratante para “Determinação do Teor de Óleo e Graxa por Espectrofotometria de Absorção Molecular”. No momento, propõe-se substituir o extratante hoje em uso por outro que pode substituir com vantagens a técnica espectrofotométrica em utilização.

---

**Palavras Chaves:**

- espectrofotometria; MDIF e petróleo.

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à meus familiares,

em especial aos meus irmãos Bernardo e Niedja,

a minha querida mãe, Maria de Fátima ,e em memória do  
meu pai, Bernardino, pelo amor, compreensão e incentivo.  
Amo Vocês.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a DEUS, por ter-me posto neste curso que aprendi a gostar e dado-me força e paciência de transpor com sucesso os desafios que surgiram durante o decorrer do curso, permitindo que não só eu, mas também a minha mãe (aluna de Pedagogia) termos realizados um sonho de nos formarmos juntos;

Ao meu orientador Prof. Dr. João Bosco de Araújo por permitir-me realizar este trabalho neste grande e próspero projeto MDIF;

Aos professores Drs. Pagandai Pannir, Osvaldo Chiavone, Eduardo Lins, Márcia Maria Duarte e Romualdo Vidal;

Aos amigos da turma 98.2 na qual passamos juntos por mais este desafio que a vida nos deu;

Aos amigos Gustavo, Douglas, Yuri, Dulcinéia, Ana Karla e Kaline Miranda pelo incentivo e amizade.

A Agência Nacional de Petróleo, Gás e Biocombustíveis-ANP, que através da comissão gestora PRH14 contribuiu financeiramente para a realização deste projeto.

## ÍNDICE

RESUMO .....	III
DEDICATÓRIA .....	IV
AGRADECIMENTOS .....	V
LISTA DE FIGURAS .....	VII
LISTA DE TABELAS .....	VII
<b>Capítulo I</b> .....	1
1.1 - Introdução .....	2
1.2 - Objetivo .....	2
<b>Capítulo II</b> .....	3
2.1 - Petróleo .....	4
2.2 - Água de Formação .....	4
2.3 - Aguarrás .....	5
2.4 - Descrição do “MDIF” .....	5
2.5 - Espectrofotometria .....	9
2.6 - Extração Líquido-Líquido .....	10
<b>Capítulo III</b> .....	12
3.1 - Equipamentos e Materiais Utilizados .....	13
3.2 - Procedimento Comum aos Métodos .....	13
<b>Capítulo IV</b> .....	14
4.1 - Determinação das Curvas de Calibração .....	15
4.1.1 - Curva de Calibração de Óleo em Clorofórmio .....	15
4.1.2 - Curva de Calibração de Óleo em Hexano .....	16
4.1.3 - Curva de Calibração de Óleo em Aguarrás .....	16
4.2 - Análises das Amostras .....	17
4.2.1 - Clorofórmio .....	17
4.2.2 - Hexano .....	18
4.2.3 - Aguarrás .....	19
4.3 - Correlação dos Extratantes com o Clorofórmio para o TOG .....	19
<b>Capítulo V</b> .....	22
5.1 - Conclusões .....	23
5.2 - Sugestões para Trabalhos Futuros .....	23
<b>Capítulo VI</b> .....	24
6.1 - Referências Bibliográficas .....	25
<b>Anexo I - TRABALHO FINAL DE CURSO</b> .....	28
<b>Anexo II - PUBLICAÇÕES</b> .....	29

## **LISTA DE FIGURAS**

FIGURA 1. PROTÓTIPO DO MDIF EM ESCALA LABORATORIAL. ....	7
FIGURA 2. PRINCÍPIO DO MÉTODO A INVERSÃO DE FASES. ....	8

## **LISTA DE TABELAS**

TABELA 1: VALORES PARA CONSTRUÇÃO DA CURVA DE CONCENTRAÇÃO DE 0 A 100PPM. ....	15
TABELA 2: VALORES PARA CONSTRUÇÃO DA CURVA DE CONCENTRAÇÃO DE 0 A 100PPM. ....	16
TABELA 3: VALORES PARA CONSTRUÇÃO DA CURVA DE CONCENTRAÇÃO DE 0 A 100PPM. ....	16
TABELA 4: ANÁLISE FEITA PELO ESPECTROFOTÔMETRO EM AMOSTRAS COM O CLOROFÓRMIO. ....	17
TABELA 5: RESULTADOS DE CONCENTRAÇÃO PARA AS AMOSTRAS COM O CLOROFÓRMIO A PARTIR DA EQUAÇÃO 4. ....	18
TABELA 6: ANÁLISE FEITA PELO ESPECTROFOTÔMETRO EM AMOSTRAS COM O HEXANO. ....	18
TABELA 7: RESULTADOS DE CONCENTRAÇÃO PARA AS AMOSTRAS COM O HEXANO A PARTIR DA EQUAÇÃO 4. ....	18
TABELA 8: ANÁLISE FEITA PELO ESPECTROFOTÔMETRO EM AMOSTRAS COM A AGUARRÁS. ....	19
TABELA 9: RESULTADOS DE CONCENTRAÇÃO PARA AS AMOSTRAS COM A AGUARRÁS A PARTIR DA EQUAÇÃO 4. ....	19
TABELA 10: TABELA COMPARATIVA ENTRE AS ANÁLISES DAS AMOSTRAS DE ÁGUA DE FORMAÇÃO CONTENDO PETRÓLEO. ....	21
TABELA 11: DESVIO APRESENTADO ENTRE AS EXTRAÇÕES DO HEXANO E AGUARRÁS COMPARADAS COM O CLOROFÓRMIO. ....	21

---

---

## Capítulo I

## INTRODUÇÃO

---

---



## 1.1 - Introdução

O descarte de água contendo óleo na forma emulsionada, sem um tratamento prévio, causa grandes impactos ambientais assumindo proporções incalculáveis.

Um novo equipamento do tipo separador líquido-líquido, denominado MDIF (Misturador Decantador à Inversão de Fases), tem sido proposto para o tratamento de águas residuais contaminadas com petróleo que, por apresentarem grandes concentrações em óleo, não podem ser descartadas diretamente no ambiente.

Baseado neste contexto, este trabalho se propõe utilizar a técnica espectrofotométrica para avaliar a eficiência do equipamento MDIF. Serão utilizados extratantes comuns na indústria do petróleo com baixo custo e disponibilidade, em comparação à espectrofotometria utilizando o Clorofórmio como o método padrão (método usado pela Petrobrás).

Desta forma, serão realizadas análises comparativas entre três métodos: Espectrofotometria usando o Clorofórmio como extratante, Espectrofotometria usando Agarrás como extratante, Espectrofotometria usando Hexano como extratante.

## 1.2 - Objetivo

Este trabalho tem como objetivo fazer um estudo comparativo entre os extratantes: aguarrás, hexano e clorofórmio baseado no método espectrofotométrico. O extratante atualmente utilizado no cálculo da eficiência de separação do Misturador-Decantador à Inversão de Fases (MDIF) é o clorofórmio, que a partir dos resultados obtidos espera-se substituir.

---

---

## **Capítulo II**

### **FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

---

---

## 2.1 - Petróleo

Do latim *petra* (pedra) e *oleum* (óleo), o petróleo no estado líquido é uma substância oleosa, inflamável, menos densa que a água com cheiro característico e cor variando entre o negro e o castanho claro, (Thomas et al, 2001).

Chapman (1976) define o petróleo como sendo uma substância natural que ocorre como sólido, líquido ou gás, ou mutuamente, constituída de hidrocarbonetos, que são compostos de hidrogênios e carbonos, com impurezas presentes. As séries dominantes são: os alcanos, conhecidos na indústria de petróleo como parafinas (cadeias abertas saturadas, com fórmula  $C_nH_{2n+2}$ ) que possuem de 1 a 70 átomos de carbono; as aromáticas (hidrocarbonetos cíclicos insaturados, podendo ser derivado do benzeno que é um dos constituintes principais. Sua fórmula depende do número de anéis, mas em geral é  $C_nH_{2n-6}$ ); as naftênicas, ciclanos, (denominados de cíclicos-parafínicos, de cadeia saturada. Sua fórmula geral é  $C_nH_{2n}$ ) e as olefinas, alquenos (que não são produzidos em rochas, mas em refinarias, caracterizam-se por possuir uma ligação dupla entre os átomos de carbono. Sua fórmula é  $C_nH_{2n}$ ). A densidade varia, geralmente menor ou igual a 1, mas comumente é de 0.75 a 0.90g/cm<sup>3</sup>.

O petróleo é um mineralóide cuja viscosidade depende de composição primária de hidrocarbonetos. Quanto mais profundo, mais fluido é o petróleo, devido ao quebramento das moléculas pelo calor natural da crosta terrestre. Os mais viscosos e densos apresentam cor preta. Os mais leves possuem cores avermelhadas ou amareladas sob a luz transmitida. Sob a luz refletida é geralmente verde devido ao fenômeno de fluorescência pela presença de hidrocarbonetos aromáticos, (Leinz & Amaral, 1975).

## 2.2 - Água de Formação

A água associada ao petróleo está presente em duas formas: a) livre – em fase diferente da fase do óleo, ou quando o diâmetro da gota favorece a coalescência, separada por decantação, sendo uma mistura instável, não está intimamente associada ao óleo; b) emulsionada – mistura íntima natural entre óleo e água ou criada por cisalhamento no interior de bombas, válvulas, equipamentos, etc. formando gotículas muito pequenas (Fernandes Jr., 2002).

A água produzida é salina (salmoura) com sólidos dispersos (areia, lodo, argila, outros silicatos, gipsita), com teor de sais expresso em concentrações de NaCl, entre 15.000 mg/L e 300.000 mg/L. A água do mar tem teores de 30.000 mg/L a 40.000 mg/L. A água de formação possui uma grande quantidade de sais solúveis: carbonatos, sulfatos, e cloretos de sódio, potássio, cálcio e magnésio. A corrosão está associada aos cloretos. A incrustação está associada aos sulfatos e carbonatos. Os sólidos presentes são devido à erosão, liberados pelas rochas, ou pela interação da água injetada com a água de formação. A solubilidade dos hidrocarbonetos na água aumenta com a temperatura e diminui com o aumento da salinidade, (Lima, 1996).

A presença de grandes volumes de água de formação por ocasião da atividade produtora de óleo é indesejada. Esta ocasiona um maior custo de transporte; superdimensionamento de tubulações, bombas e tanques; maiores gastos de energia com transporte e armazenamento; problemas de refino; corrosão e incrustação nos equipamentos de produção. (Humberto & Azevedo Filho, s.d. e Chapman, 1976).

### **2.3 - Aguarrás**

Barros (1998) considerou que a aguarrás é composta apenas de hidrocarbonetos. Admitiu também que os hidrocarbonetos presentes estariam entre o octano e o dodecano. Para simplificar a caracterização da aguarrás, assumiu que a aguarrás seria a mistura de dois destes componentes.

Em seu trabalho o peso molecular da aguarrás foi calculado sendo (121Kg/Kmol), estando entre o octano (114 Kg/Kmol) e o nonano (128 Kg/Kmol).

### **2.4 - Descrição do “MDIF”**

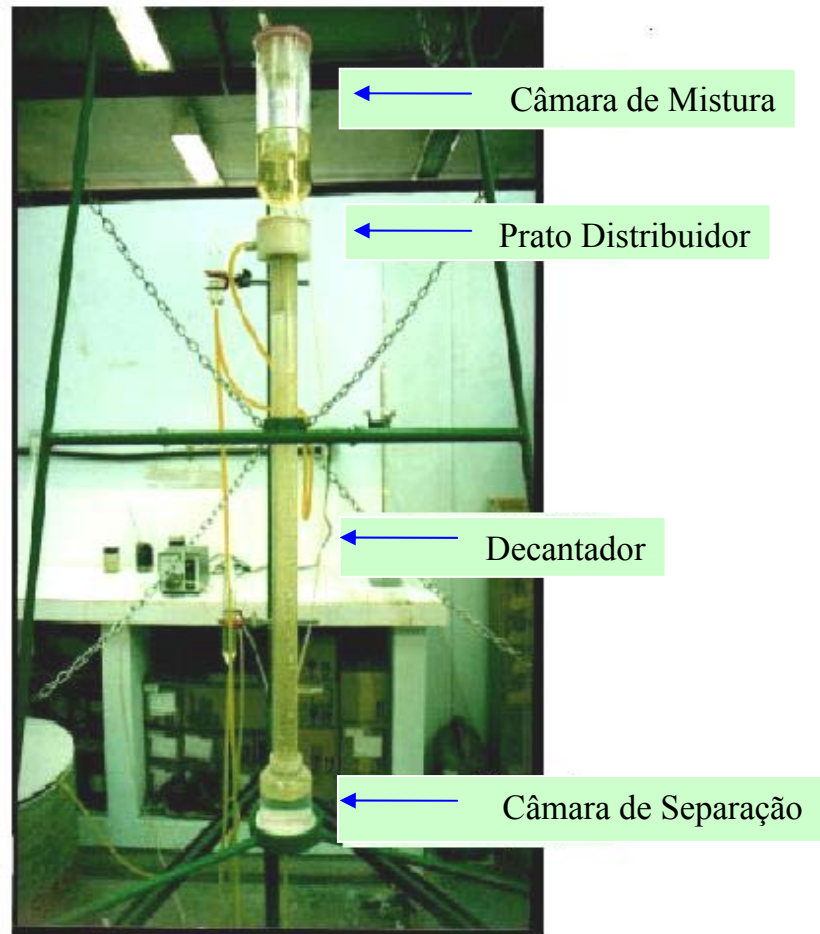
Os misturadores-decantadores se compõem normalmente de uma câmara de mistura (mixer) e de outra de decantação (settler). No mixer produz-se a transferência de massa quando se promove a dispersão de uma das fases na outra (Foust et al, 1982). Esta dispersão passa à câmara de decantação onde ocorre a separação de fases por gravidade. Estes aparelhos

apresentam vantagens como: fortes cargas operacionais (vazões importantes); facilidades de operação e manutenção; simples start-up (Henley e Seader, 1981).

O ponto crítico de tais equipamentos é o grande espaço ocupado pela câmara de decantação necessário para se obter uma boa eficiência de separação entre fases, o que tem incentivado a pesquisa de novos meios práticos para diminuir o tempo de coalescência da fase dispersa na câmara de decantação. Este fator se torna especialmente importante, quando existe limitação de espaço no lay-out da planta industrial, por exemplo, uma plataforma marítima para exploração de petróleo.

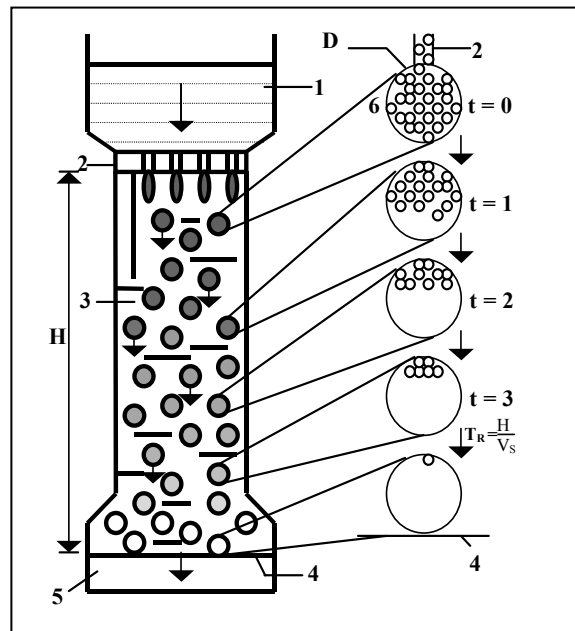
Uma alternativa para resolver o problema é feita através do “Método de Separação à Inversão de Fases” que constitui a base do funcionamento de um novo design de misturador-decantador. O aparelho denominado MDIF (**M**isturador-**D**ecantador à **I**nversão de **F**ases) possui ao mesmo tempo características de um misturador-decantador convencional e de uma coluna à pulverização. O aparelho apresenta como grande vantagem em relação aos tratadores convencionais, uma disposição vertical aliada à alta eficiência de separação de fases (Fernandes Jr., 2002). Estes fatores proporcionam um equipamento mais compacto capaz de tratar até duas vezes mais o volume processado por equipamentos três vezes maiores.

O protótipo atual em escala laboratorial (Figura 1), situado no Laboratório de Tecnologia dos Materiais no curso de Engenharia Química da UFRN, tem aproximadamente 2m de altura e 5cm de diâmetro, e pode ser dividido em quatro partes principais, segundo Chiavenato (1999) : a Câmara de Mistura, o Prato Distribuidor, o Decantador e a Câmara de Separação.



**Figura 1.** Protótipo do MDIF em escala laboratorial.  
(fonte: Chiavenato, 1999).

O princípio de funcionamento do “MDIF” com o sistema água residuária contendo petróleo/aguarrás, baseado no Método de Inversão de Fases (Hadjiev & Kyuchoukov, 1985) visa diminuir a distância entre uma gota da fase dispersa e a interface de separação. O funcionamento do “MDIF” é detalhado a seguir (Figura 2).



**Figura 2.** Princípio do Método a Inversão de Fases.  
(fonte: Hadjiev e Kyuchoukov, 1985).

As fases óleo + água residuária e aguarrás são admitidas em fluxo co-corrente na câmara de mistura (1) e agitadas. A aguarrás é dispersa, em forma de gotas, aumentando assim a superfície específica para transferência do óleo bruto para o solvente orgânico. A fase contínua dentro do misturador é a água residuária, e a fase dispersa é a orgânica, constituída agora de óleo dissolvido em aguarrás; esta mistura, produzida na câmara de mistura, é forçada a passar por gravidade, para dentro do decantador (3) na forma de gotas, que foram geradas pelo prato distribuidor (2). O decantador foi preenchido anteriormente com aguarrás. Assim, a fase contínua dentro do decantador passa a ser a orgânica e a água residuária passa a ser a fase dispersa; esta dispersão obtida no nível do prato perfurado, sob a forma de grandes gotas (água residuária) (6), contém pequenas gotículas da fase originalmente dispersa (óleo bruto). Durante o trajeto das grandes gotas de água residuária portadoras das pequenas gotículas de óleo em direção à interface principal de separação, as pequenas gotículas de óleo (menos densas) se deslocam no sentido preferencialmente ascendente e coalescem no leito orgânico de mesma natureza (aguarrás), ocorrendo assim a separação entre o óleo e a água residuária.

O trajeto das grandes gotas portadoras em direção à interface (4), se faz segundo um tempo de residência,  $T_R = H / V_S$  sendo H a altura do leito orgânico e  $V_S$  a velocidade de sedimentação das gotas. As pequenas gotículas (menos densas), transportadas pelas grandes gotas (mais densas), se deslocam no sentido preferencialmente ascendente e coalescem no leito orgânico de mesma natureza. As gotas não liberadas durante o percurso através do leito orgânico (3), podem ainda ser recuperadas próximo à interface (5).

Nota-se que cada gota portadora funciona como um “micro-decantador”, aumentando a taxa de coalescência pela diminuição da distância entre as gotas e a interface. Pode ocorrer também o efeito de coalescência gota-gota no interior da gota transportadora, resultando em gotículas maiores que aumentaria a velocidade ascendente,  $V_a$ , das gotas transportadas, de diâmetro  $d$ , reduzindo o tempo de coalescência destas gotas, (Paulo et al, 1994).

Em ensaios com água produzida, proveniente da PETROBRAS UN-RNCE (Bacia do Ceará – Mundaú), o MDIF apresentou uma excelente separação óleo/água, chegando a 99,6%, em águas com até 4.609mg/L de petróleo na forma emulsionada (Chiavenato & Paulo, 1999). O efluente obtido na saída do MDIF tem se aproximado de 20 mg/L que é o teor máximo permitido pelos órgãos ambientais federais (Resolução CONAMA Nº 20 – Art. 21).

A eficiência do aparelho pode ser calculada através da Equação (1):

$$Ef = \left( \frac{Ce - Cs}{Ce} \right) * 100 \quad (1)$$

$Ef$  - eficiência (%)

$Ce$  - Concentração da entrada (mg/L)

$Cs$  - Concentração da saída (mg/L)

## 2.5 - Espectrofotometria

A método analítico empregado é um dos mais utilizados dentre as análises quantitativas de concentrações de determinadas substâncias em soluções (Vogel, 1985). O princípio da técnica se baseia na lei de BEER-LAMBERT e será descrita a seguir.



Quando um feixe de luz atinge um corpo ela é refletida, espalhada, absorvida ou atravessa o meio sem sofrer alteração. A absorção depende da natureza do meio, da distância que o feixe de radiação percorre no meio, do comprimento de onda dos fótons e da concentração dos compostos absorventes.

A relação entre a intensidade de radiação incidente ( $I_0$ ), a intensidade transmitida ( $I$ ), a concentração do composto absorvente ( $c$ ), a espessura do meio ( $L$ ) é dada pela lei de BEER-LAMBERT (Júnior e Sartorio, 1982), mostrada pela Equação 2:

$$-\text{Log } I/I_0 = a.c.L \quad (2)$$

Onde  $a$  é o coeficiente de absorção molar, que depende do comprimento de onda e da natureza da substância absorvente. O fator  $I/I_0$  é denominado *transmitância*, enquanto o fator  $-\log(I/I_0)$  é denominado *absorbância*. O coeficiente de absorção molar é função do comprimento de onda da radiação incidente, a transmitância e a absorbância são grandezas que variam com o comprimento de onda, temperatura, e do solvente. A absorbância de uma solução é, analisada no comprimento de onda de maior absorbância.

## 2.6 - Extração Líquido-Líquido

A extração por solvente é a transferência de uma espécie de soluto de sua localização inicial para um solvente conhecido como solvente de extração. Quando o soluto estiver em solução, o processo de extração é chamado de extração líquido-líquido e o solvente de extração deverá ser parcialmente imiscível com o solvente original, (Blackadder & Nedderman, 1982).

Na extração líquido-líquido é estabelecido o contato entre as duas fases líquidas total ou parcialmente imiscíveis, havendo a transferência de um ou mais solutos de uma delas (refinado) para a outra (extrato) (Pombeiro, 1991).

A operação de extração líquido-líquido é normalmente aplicada quando este método é o mais disponível ou o mais econômico.

No processo de extração líquido-líquido, têm-se as denominações:

- Solução de Alimentação = solução ou mistura original que contém o soluto;
- Solute = constituinte a ser extraído da solução ou mistura original;
- Solvente = líquido que extrai o soluto da solução ou mistura original;
- Extrato = fase rica em solvente que contém o soluto extraído;
- Refinado = fase pobre em solvente que contém o soluto não extraído;
- Inerte ou Diluente = é o maior constituinte líquido que junto ao soluto compõe a solução de alimentação.

---

---

## **Capítulo III**

### **METODOLOGIA EXPERIMENTAL**

---

---

### 3.1 - Equipamentos e Materiais Utilizados

- Espectrofotômetro de Absorção Molecular, Modelo DR-2000, Marca – Hach (Lab, Meio Ambiente).
- Espectrofotômetro de Absorção Molecular, Modelo Ultrospec III, Marca – Pharmacia LKB (Lab, Meio Ambiente);
- Cubetas para o Espectrofotômetro;
- Hexano, Aguarrás, Clorofórmio, Sulfato de Sódio;
- Água contaminada com petróleo do Polo de Guamaré (RN – Petrobrás);
- Balão de diluição 250 mL;
- Balança de precisão;
- Papel de filtro, funil de transferência, funil de separação de 2000 mL;
- Tanque de agitação e frascos de coleta de 1000 mL .

### 3.2 - Procedimento Comum aos Métodos

A partir de um tanque de agitação de 100 L de água de formação com concentração medida de 20ppm, foram adicionados seqüencialmente petróleo para as seguintes concentrações: 50 e 100ppm. Para cada concentração, 20, 50 e 100ppm, foram retiradas 3 amostras de 1L sendo uma para cada método analítico a ser analisado.

Em cada amostra foi adicionada 120 mL do extratante (aguarrás, hexano ou clorofórmio para sua respectiva análise) e feita uma vigorosa agitação, para uma maior extração do petróleo da fase aquosa para a fase orgânica.

Deixou-se descansar por 30min e em seguida drenado a parte aquosa sendo medida e descartada. A fase orgânica passa por uma filtragem com um dessecador (Sulfato de Sódio) sendo acumulado em um balão de 250 mL.

A fase orgânica já contida no balão de 250 mL e completada com o seu devido extratante (aguarrás, hexano ou clorofórmio). Posteriormente foi transferida uma alíquota para a cubeta do espectrofotômetro, sendo realizada três medições de absorbância para cada amostra.

---

---

## **Capítulo IV**

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

---

---

## 4.1 - Determinação das Curvas de Calibração

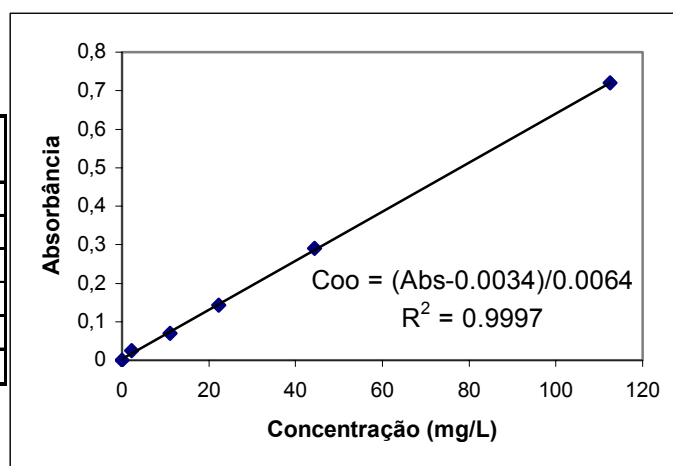
Utilizando um comprimento de onda específico para cada extratante:  $\lambda = 400\text{nm}$  para o Clorofórmio,  $\lambda = 270\text{nm}$  para o Hexano e  $\lambda = 285\text{nm}$  para a Aguarrás, procedeu-se às análises de espectrofotometria com as amostras com concentrações conhecidas, obtendo-se a absorvância para cada uma delas, e conseqüentemente a curva de calibração apresentadas nas tabelas e gráficos 1, 2 e 3.

### 4.1.1 - Curva de Calibração de Óleo em Clorofórmio

Comprimento de onda utilizada  $\lambda = 400\text{nm}$ .

**Tabela 1:** Valores para construção da curva de concentração de 0 a 100ppm.

Ponto	Concentração mg/L	Absorvância abs
1	0	0,000
2	2,2	0,025
3	11,1	0,069
4	22,2	0,143
5	44,4	0,290
6	112,5	0,720



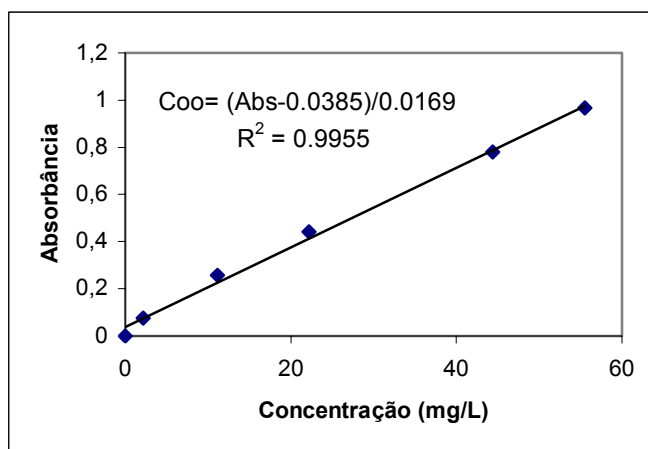
**Gráfico 1** – Concentração vs. absorvância para Clorofórmio e petróleo.

### 4.1.2 - Curva de Calibração de Óleo em Hexano

Comprimento de onda utilizada  $\lambda = 270\text{nm}$ .

**Tabela 2:** Valores para construção da curva de concentração de 0 a 100ppm.

Ponto	Concentração mg/L	Absorbância abs
1	0	0,000
2	2,2	0,075
3	11,1	0,257
4	22,2	0,441
5	44,4	0,779
6	55,5	0,966



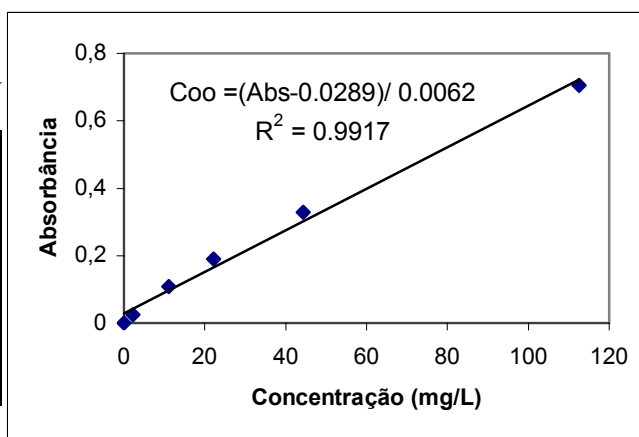
**Gráfico 2** – Concentração vs. absorbância para Hexano e petróleo.

### 4.1.3 - Curva de Calibração de Óleo em Aguarrás

Comprimento de onda utilizada  $\lambda = 285\text{nm}$ .

**Tabela 3:** Valores para construção da curva de concentração de 0 a 100ppm.

Ponto	Concentração mg/L	Absorbância abs
1	0	0
2	2,2	0,025
3	11,1	0,109
4	22,2	0,189
5	44,4	0,330
6	112,5	0,705



**Gráfico 3** – Concentração vs. absorbância para aguarrás e petróleo.

## 4.2 - Análises das Amostras

Após a elaboração das curvas de calibração, fez-se as análises das amostras para cada extratante.

### 4.2.1 - Clorofórmio

**Tabela 4:** Análise feita pelo espectrofotômetro em amostras com o clorofórmio.

amostra nº	volume mL	absorbância			
		1ª análise	2ª análise	3ª análise	média
4	975	0,304	0,306	0,308	0,306
8	1020	0,810	0,809	0,809	0,809
12	1010	0,173	0,173	0,173	0,173

A concentração de 100 ( mg/L ), foi diluída na fração de 1:100mL

A tabela 4 apresenta os valores de absorbância obtidos para a análise das amostras extraídas com o clorofórmio.

Os resultados de concentração da tabela 5, foram obtidos a partir dos valores das equações 3 e 4:

- Para Petróleo em clorofórmio:

$$Coo = (abs - 0,0034) / 0,0064 \quad (3)$$

- Equação geral para concentração de Petróleo em água (Equação 4).

$$Coa = Coo \frac{250}{Vamostra} * Fd \quad (4)$$

Coa – concentração de óleo em água(mg/L);

Coo – concentração de óleo em orgânico(mg/L);

Vamostra – volume de água drenado na filtração(mL);

Fd – fator de diluição usado para a concentração de 100 ppm;

abs – absorbância.



**Tabela 5:** Resultados de concentração para as amostras com o clorofórmio a partir da Equação 4.

Amostras nº	Espectrometria com Clorofórmio e Petróleo			
	Amostra	Amostra	Amostra	Média
4	12,04	12,12	12,20	12,12
8	30,89	30,85	30,85	30,86
12	65,59	65,59	65,59	65,59

#### 4.2.2 - Hexano

**Tabela 6:** Análise feita pelo espectrofotômetro em amostras com o hexano.

Amostra nº	volume mL	absorbância			
		1ª análise	2ª análise	3ª análise	média
3	930	0,772	0,773	0,774	0,773
7	1020	0,230	0,229	0,232	0,230
11	1037	0,435	0,440	0,440	0,438

As concentrações de 50 e 100 ( mg/L ), foram diluídos na fração de 1:100mL

A tabela 6 apresenta os valores de absorbância obtidos para a análise das amostras extraídas com o hexano.

Os resultados de concentração da tabela 7, foram obtidos a partir dos valores das equações 5 e 4:

- Para Petróleo em hexano:

$$C_{oo} = (\text{abs} - 0,0385) / 0,0169 \quad (5)$$

**Tabela 7:** Resultados de concentração para as amostras com o hexano a partir da Equação 4.

Amostras nº	Espectrometria com Hexano e Petróleo			
	Amostra	Amostra	Amostra	Média
3	11.67	11.68	11.70	11.68
7	27.77	27.63	28.06	27.82
11	56.56	57.27	57.27	57.04

### 4.2.3 - Aguarrás

**Tabela 8:** Análise feita pelo espectrofotômetro em amostras com a aguarrás.

amostra n°	volume mL	absorbância			
		1ª análise	2ª análise	3ª análise	média
2	975	0,130	0,130	0,120	0,127
6	995	0,343	0,358	0,358	0,353
10	980	0,660	0,660	0,630	0,650

A tabela 8 apresenta os valores de absorbância obtidos para a análise das amostras extraídas com a aguarrás.

Os resultados de concentração da tabela 9, foram obtidos a partir dos valores das equações 6 e 4:

- Para Petróleo em aguarrás:

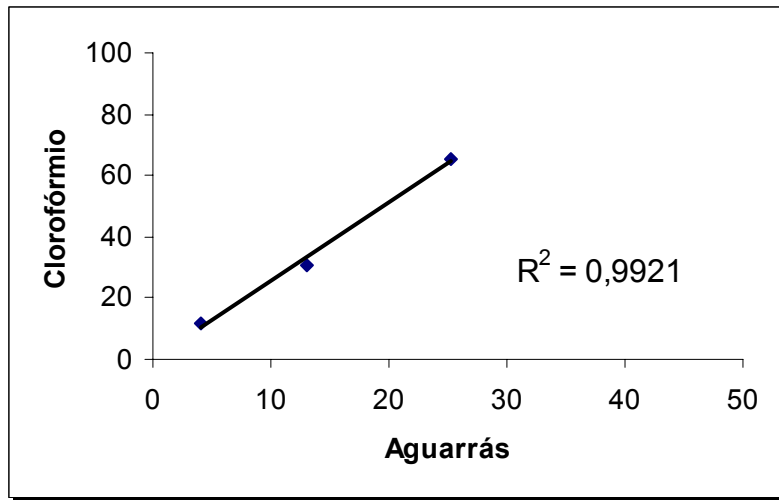
$$C_{oo} = (\text{abs} - 0,0289) / 0,0062 \quad (6)$$

**Tabela 9:** Resultados de concentração para as amostras com a aguarrás a partir da Equação 4.

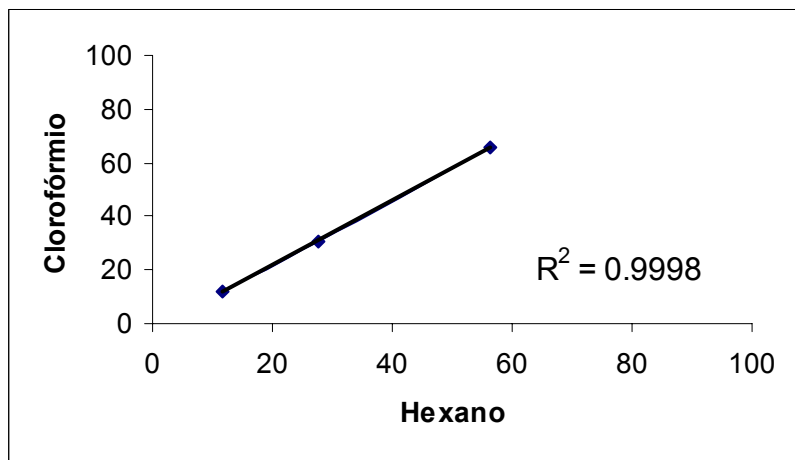
Amostras n°	Espectrometria com Aguarrás e Petróleo			
	Amostra	Amostra	Amostra	Média
2	4.18	4.18	3.77	4.04
6	12.73	13.34	13.34	13.13
10	25.97	25.97	24.73	25.56

### 4.3 - Correlação dos Extratantes com o Clorofórmio para o TOG

Os gráficos 4 e 5 mostram a comparação da correlação para com o clorofórmio com a aguarrás e o hexano respectivamente. A tabela 10 apresenta os dados das tabelas 5, 7 e 9, e assim possibilitando uma melhor visualização entre os extratantes. Já a tabela 11 mostra o desvio percentual entre as extrações do hexano e aguarrás em relação ao usado com o clorofórmio.



**Gráfico 4** – Correlação entre a Aguarrás e o Clorofórmio para o TOG.



**Gráfico 5** – Correlação entre o Hexano e o Clorofórmio para o TOG.

**Tabela 10:** Tabela comparativa entre as análises das amostras de Água de Formação contendo Petróleo.

Espectrofotometria com Clorofórmio e Petróleo				Espectrofotometria com Aguarrás e Petróleo			
Amostra	Amostra	Amostra	Média	Amostra	Amostra	Amostra	Média
12.04	12.12	12.20	12.12	4.18	4.18	3.77	4.04
30.89	30.85	30.85	30.86	12.73	13.34	13.34	13.13
65.59	65.59	65.59	65.59	25.97	25.97	24.73	25.56
Espectrofotometria com Hexano e Petróleo							
Amostra	Amostra	Amostra	Média				
11.67	11.68	11.70	11.68				
27.77	27.63	28.06	27.82				
56.56	57.27	57.27	57.04				

**Tabela 11:** Desvio apresentado entre as extrações do Hexano e Aguarrás comparadas com o Clorofórmio.

Clorofórmio	Aguarrás			Hexano		
Média (mg/L)	Média(mg/L)	Desvio Clor.	% Desvio Clor.	Média(mg/L)	Desvio Clor.	% Desvio Clor.
12,12	4,04	8,08	66,65	11,68	0,44	3,63
30,86	13,13	17,73	57,45	27,82	3,04	9,86
65,59	25,56	40,04	61,04	57,04	8,56	13,05

As amostras apresentaram uma formação de uma pequena emulsão que não impediram a realização das análises com os três métodos.

Os resultados de absorvância tiveram resultados muito próximos, com baixo desvio com relação as suas médias, para todos os extratantes aqui utilizados (tabelas 04, 06 e 08).

Com relação aos valores do método padrão por clorofórmio, nas concentração de petróleo em água, o método que apresentou os menores desvios foi o método de Espectrofotometria com hexano (tabela 11).



---

---

## **Capítulo V**

## **CONCLUSÕES**

---

---

## 5.1 - Conclusões

Os testes apresentaram as seguintes conclusões:

As curvas de calibração, de petróleo aguarrás e petróleo em hexano, apresentaram um excelente coeficiente de correlação ( $R^2$ ), demonstrando uma provável utilização do método a ser implantado.

O método de Espectrofotometria com hexano demonstrou ser um método aplicável a partir dos resultados obtidos.

O hexano é mais viável economicamente à medida que o preço é mais baixo e apresenta uma menor toxidez com relação ao clorofórmio.

## 5.2 - Sugestões para Trabalhos Futuros

- Realizar análises comparativas principalmente a altas concentrações com um maior fator de diluição;
- Realizar análise espectrofotométrica comparativa entre Clorofórmio, Hexano e Nafta;
- Realizar análise comparativa entre os métodos: Espectrofotométrico e o Horiba e/ou Infracal.

---

---

## **Capítulo VI**

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

---

---



## 6.1 - Referências Bibliográficas

☰ – Artigos

☰ – Dissertações

📖 – Livros

☰ BARROS, N.C.B.F. de. **Simulação do Sistema de Absorção da Unidade de Processamento de Gás Natural de Guamaré (UPGN-GMR)**. Natal-RN, 1998. 272p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

📖 BLACKADDER, D. A.; NEDDERMAN, R.M.. **Manual de Operações Unitárias**. Tradução de Luiz Roberto de Godoi Vidal, São Paulo, Hemus Editora, 1982.

📖 CHAPMAN, R. E.. **Petroleum Geology: a concise study**. 2ª ed., Amsterdam/Holanda, Elsevier Scientific Publishing Company, 1976.

☰ CHIAVENATO, M.C.; PAULO, J.B.A. – **Utilização de um Novo Design de Mixer-Settler no Tratamento de águas Residuárias Contaminadas com Óleo Bruto**. II Congresso de Engenharia de Processos do Mercosul (II EMPROMER). Florianópolis, vol.I, p 471-472, 30/08 a 02/09/1999.

☰ CHIAVENATO, M.C. **Utilização de um Novo Design de Mixer-Settler à Inversão de Fases para Tratamento de Dispersões e/ou Emulsões do Tipo Óleo Bruto/Água de Formação**. Natal-RN, 1999. 146p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

☰ FERNANDES JR, W.E. **Planejamento Experimental Aplicado a um Novo Separador Líquido-Líquido Utilizado no Tratamento de Águas Residuais Contaminadas com Petróleo**. Natal - RN, 2002. 125p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

📖 FOUST, A. S. Et al. **Princípio das Operações Unitárias**. 2ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982.

📖 HADJIEV, D.; KYUCHOUKOV, G.. **Bulgarian Patent**, nº 72358, 12.11.1985.

📖 HENLEY, E.J.; SEADER, J.D.. **Equilibrium-Stage Separation Operations in Chemical Engineering**. United States of America, John Wiley & Sons, 1981.

📖 HUMBERTO, J.; AZEVEDO FILHO, J.D.. **Curso de Tratamento de Óleo**. Bahia, EPBA / PETROBRÁS, S.d..

📖 LEINZ, V.; AMARAL, S.E.. **Geologia Geral**. 6ª ed., São Paulo, Companhia Editora Nacional, 1975.

📖 LIMA, A.F.. **Caracterização e Estudo da Bioconversão da Matéria Orgânica Dissolvida em Efluentes da Petrobrás no Rio Grande do Norte**. Natal, 1996. 131p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

📖 JÚNIOR, K. J.; SARTORIO, L.. **Química Analítica Quantitativa**. São Paulo, Moderna, 1982.

📖 PAULO, J.B.A.; HADJIEV, D.; GOURDON, C.; CASAMATTA, G.. **Desempenho de um novo tipo de mixer-settler na extração de cobre**. In: CONGRESSO ÍTALO-BRASILIANO D'INGEGNERIA MINERARIA, III, Verona-Italia, setembro-1994. p. 156-160.

📖 POMBEIRO, A. J. L.O.. **Técnicas e Operações Unitárias em Química Laboratorial**. 2ª ed., Lisboa/Portugal, Fundação Calouste Gulbenkian, 1991.

📖 THOMAS, J.E.; TRIGGIA, A. A.; CORREIA, C. A.; VEROTTI FILHO, C.; XAVIER, J. A. D.; MACHADO, J. C.; DE ROSSI, N. C. M.; PITOMBO, N. E. S.; GOUVEA, P. C. V. M.; CARVALHO, R. S.; BARRAGAN, R. V.. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. Rio de Janeiro, Interferência, PETROBRÁS, 2001.

 VOGEL, A. I.. **Química Orgânica Qualitativa**. 3a ed., Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos, 1985.

---

---

**Anexo I**

**TRABALHO FINAL DE CURSO**

---

---



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

---

**RELATÓRIO DE TRABALHO FINAL DE CURSO – DEQ300**

**CONCEPÇÃO DE UM SEPARADOR ÓLEO – ÁGUA  
EM ESCALA PILOTO  
“MDIF”**

---

**GRADUANDO**  
Norberto Araújo de Moraes

**ORIENTADOR**  
Prof. Dr. João Bosco de Araújo Paulo

**NATAL, março de 2005.**

NORBERTO ARAÚJO DE MORAES

**MDIF**  
**INDUSTRIAL**



---

**CONCEPÇÃO DE UM SEPARADOR ÓLEO – ÁGUA  
EM ESCALA PILOTO “MDIF”**

---

**Banca Examinadora:**

**Prof. Dr. João Bosco de Araújo Paulo**  
**ORIENTADOR E PRESIDENTE DA BANCA**

**Ms. Wilaci Eutrópio Fernandes Júnior**  
**SUPERVISOR DO TRABALHO FINAL**

**Prof. Dr. Eduardo Lins de Barros Neto**

**NATAL, março de 2005.**

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	a
2. OBJETIVO .....	a
2.1. Objetivo Geral .....	a
2.2. Objetivo Específico .....	a
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	b
3.1. Propriedades Físico-Químicas dos Fluidos .....	b
3.1.1. Densidade ou Massa Específica .....	b
3.1.2. Tensão Superficial e Interfacial .....	b
3.1.3. Viscosidade Absoluta ou Dinâmica .....	c
3.2. Scale-Up (Extrapolação de Escala) .....	c
3.2.1. A Natureza do Projeto .....	e
3.2.2. Códigos, Normas e Fatores de Segurança .....	f
3.2.3. Materiais de Construção .....	h
3.2.4. Extrapolação de Escala para Misturadores .....	h
4. VISITAS TÉCNICAS .....	i
4.1. Henfíbra .....	i
4.2. Petrobrás – Pólo de Guamaré .....	i
5. ATIVIDADES REALIZADAS .....	j
5.1. Determinação das Propriedades Físico-Químicas dos Fluidos .....	j
5.1.1. Procedimento Experimental .....	k
5.1.1.1. Preparação das Amostras .....	k
5.1.1.1.1. Água de Formação .....	k
5.1.1.1.2. Orgânicos .....	k
5.1.1.1.3. Preparação das Amostras de Água e Orgânico para Determinação das Propriedades Físico-Químicas.....	k
5.1.1.1.4. Preparação das Amostras de Água Destilada e Orgânicos para Análise do Nitrogênio Amoniacal .....	l
5.1.1.2. Análise da Densidade .....	l
5.1.1.3. Análise da Viscosidade .....	m
5.1.1.4. Análise das Tensões Superficiais e Interfaciais .....	o
5.1.1.5. Análises Complementares .....	p
5.2. Metodologia Adotada para a Extrapolação de Escala .....	q
5.2.1. Extrapolação da Câmara de Decantação .....	q

5.2.2. Extrapolação das Câmaras de Mistura e de Separação .....	r
5.2.3. Extrapolação do Misturador .....	s
5.2.4. Local de Instalação do MDIF .....	t
5.3. Elaboração dos Fluxogramas .....	t
6. TRABALHO A SEREM REALIZADOS .....	u
6.1. Hemfibra .....	u
6.2. Petrobras – Pólo de Guamaré .....	v
7. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	v
7.1. Propriedades Físico-Químicas dos Fluidos .....	v
7.2. Extrapolação de Escala (Scale-Up) .....	v
7.2.1. Câmara de Decantação .....	v
7.2.2. Câmara de Mistura .....	w
7.2.3. Conjunto Reator/Misturador .....	x
7.2.3.1. Reator .....	x
7.2.3.2. Agitador .....	y
7.2.4. Prato Perfurado .....	z
7.2.5. Câmara de Separação .....	aa
7.2.6. MDIF Industrial .....	bb
7.2.7. Equipamentos e Acessórios do MDIF Industrial .....	dd
8. CONCLUSÃO .....	ee
8.1. Propriedades Físico-Químicas dos Fluidos .....	ee
8.2. Extrapolação de Escala .....	ee
8.3. Análise Final .....	ff
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	ff



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 5.1</b> – Picnômetro de vidro .....	m
<b>Figura 5.2</b> – Viscosímetro Ubbelohde .....	n
<b>Figura 5.3</b> – Método do anel de Du Noüy .....	p
<b>Figura 5.4</b> – Fluxograma de Processo .....	u
<b>Figura 7.1</b> – Principais vistas da câmara de decantação .....	w
<b>Figura 7.2</b> – Principais vistas da câmara de mistura .....	x
<b>Figura 7.3</b> – Aspectos do reator .....	y
<b>Figura 7.4</b> – Aspectos do agitador .....	z
<b>Figura 7.5</b> – Aspectos do Prato Perfurado .....	aa
<b>Figura 7.6</b> – Aspectos da câmara de separação .....	bb
<b>Figura 7.7</b> – Vista explodida e geral do MDIF industrial .....	cc
<b>Figura 7.8</b> – Representação em 3D do protótipo do MDIF em escala piloto .....	dd

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 3.1</b> – Valores da razão de scale-up .....	d
<b>Tabela 3.2</b> – Fatores para extrapolação de escala ou projeto .....	e
<b>Tabela 5.1</b> – Laboratórios e equipamentos ou métodos utilizados para análises complementares .....	p
<b>Tabela 7.1</b> – Principais dimensões da câmara de decantação .....	w
<b>Tabela 7.2</b> – Principais dimensões da câmara de mistura .....	x
<b>Tabela 7.3:</b> Principais dimensões do reator .....	y
<b>Tabela 7.4:</b> Principais dimensões do agitador .....	z
<b>Tabela 7.5:</b> Principais dimensões do Prato Perfurado .....	aa
<b>Tabela 7.6:</b> Principais dimensões da câmara de separação .....	bb

## 1 – INTRODUÇÃO

O tratamento de efluentes provenientes da indústria petrolífera vem se constituindo em preocupação crescente das empresas produtoras de óleo e gás. Neste contexto desenvolvido foi proposto um novo equipamento de separação para sistemas líquido/líquido denominado “MDIF” (Misturador Decantador à Inversão de Fases).

Em ensaios com águas produzidas, provenientes da PETROBRAS UN-RNCE (Bacia do Ceará – Mundaú), o “MDIF” apresentou uma excelente separação óleo/água, chegando a 99,6%, em águas com até 4.609mg/L de petróleo, (CHIAVENATO & PAULO, 1999). Os resultados promissores obtidos com o protótipo de laboratório do novo design de aparelho vêm estimular a construção em escala piloto ou semi-industrial de um protótipo do novo separador.

O protótipo do MDIF em escala piloto ou semi-industrial será implantado na Petrobras no Pólo de Industrial de Guamaré. Este piloto visa realizar o tratamento de 240 m<sup>3</sup>/d de água contendo óleo na forma emulsionada com teores entre 50 e 150ppm, possibilitando o envio para o meio ambiente com teores menores que 20 ppm, que é o teor máximo permitido pelo CONAMA Nº 20.

## 2 – OBJETIVO

### 2.1 – OBJETIVO GERAL

O presente trabalho objetiva integrar os conhecimentos acadêmicos adquiridos durante a realização do curso de Engenharia Química da UFRN visando extrair o profissional que há no estudante e buscar o sucesso no seu desenvolvimento como profissional.

### 2.2 – OBJETIVO ESPECÍFICO

O intuito deste trabalho visa fazer o acompanhamento de todas as etapas, desde a concepção, construção, implantação e operação de uma unidade piloto ou semi-industrial deste novo design de aparelho denominado **MDIF** (misturador-decantador à inversão de fases) no pólo Industrial de Guamaré. O desenvolvimento deste trabalho ocorre em três locais distintos: UFRN (Laboratório de Tecnologia dos

---

Norberto Araújo de Moraes

Materiais); Petrobras, onde será montado o protótipo do MDIF, no Pólo Industrial de Guamaré e na Hemfibra - responsável pela confecção do MDIF.

### 3 – FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 – PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS FLUIDOS

A determinação das propriedades físico-químicas em sistemas envolvendo fases fluidas se constitui numa etapa importante na compreensão dos fenômenos físicos e/ou químicos que ocorrem nos processos.

##### 3.1.1 – Densidade ou Massa Específica ( $\rho$ )

Para uma dada amostra de uma substância, a relação entre a massa  $m$  em kg e o volume  $V$  em  $m^3$  que esta ocupa é denominada de *massa específica*, Brasil (1999). A unidade de *massa específica* no SI é o  $kg.m^{-3}$ .

A *densidade* é a relação entre a massa e o volume de uma substância, enquanto que a *densidade relativa* é a relação entre as densidades de duas substâncias tomando a água como padrão (HIMMELBLAU, 1984; DANA & HURLBUT JR., 1970 e LILEY & GAMBILL, 1980).

##### 3.1.2 – Tensão Superficial e Interfacial ( $\gamma$ )

A tensão superficial (entre o líquido e seu vapor em equilíbrio) ou interfacial (entre dois líquidos imiscíveis postos em contato) é o trabalho necessário para aumentar a área da superfície ou interface de uma unidade num processo isotérmico e reversível (RABOCKAI, 1979). Sua unidade no SI é o  $N.m^{-1}$ . Ele observou que o aumento da temperatura e a diminuição da pressão reduzem a tensão superficial.

A tensão interfacial entre dois líquidos imiscíveis apresenta geralmente um valor intermediário entre os valores das tensões superficiais dos líquidos participantes. O valor da tensão interfacial pode ser previsto pela regra de Antonoff que leva em conta a tensão superficial de cada um dos líquidos. A aplicação desta regra para sistemas formados por líquidos orgânicos e água, sem saturação mútua das fases pode resultar em erros grosseiros da medida. Por outro lado, quando se

tem o cuidado de saturar mutuamente as fases envolvidas, o erro é minimizado (LILLEY & GAMBILL, 1980).

### 3.1.3 – Viscosidade Absoluta ou Dinâmica ( $\mu$ )

A viscosidade é a propriedade que determina o grau da resistência do fluido a uma força cisalhante. A lei da viscosidade de Newton diz que a tensão cisalhante  $\tau$  – razão entre a força  $F$  e a área  $A$  – numa interface tangente à direção do escoamento é proporcional à variação da velocidade  $u$  na direção  $y$  normal a interface. Esta constante de proporcionalidade é a *viscosidade absoluta*. Esta viscosidade é dependente da temperatura do fluido e praticamente independente da pressão (BRASIL, 1999). A unidade de viscosidade no SI é o **kg. m<sup>-1</sup>. s<sup>-1</sup>** ou **Pa.s**.

### 3.2 – SCALE-UP (EXTRAPOLAÇÃO DE ESCALA)

Bisio e Kabel (1985) definem o scale-up como um processo ou grupo de atividades que se operacionaliza desde o cálculo, o estudo e até as demonstrações para uma bem sucedida operação comercial. O scale-up ou extrapolação de escala é inerente a toda atividade industrial. As plantas não podem ser construídas nem os produtos podem ser obtidos sem o devido cálculo, estudo e testes em condições comerciais.

Os autores revelam que, quando um novo processo químico ou uma mudança em alguma parte do processo se desloca do laboratório para uma operação de manufatura comercial, problemas não esperados são encontrados. O problema pode ser de natureza física, química ou envolvendo algum dos aspectos de ambos.

A bem sucedida partida e operação de uma unidade em tamanho comercial para quem opera e projeta é, em parte, decorrente de experiências e testes para uma menor escala de operação.

A razão de scale-up é definida como a razão entre o tamanho da unidade comercial e a melhor performance da unidade em menor escala em que os dados são obtidos.

Razão de scale-up = taxa de produção comercial / taxa de produção em unidade piloto.

Alguns equipamentos como: trocadores de calor, colunas de destilação, bombas e muitos outros tipos de equipamentos convencionais, podem ser adequadamente projetados sem usar uma planta piloto, em função da grande quantidade de dados disponíveis na literatura.

A Tabela 3.1 apresenta os valores normalmente encontrados quando realizamos o scale-up de equipamentos de laboratório para unidades de planta piloto da ordem de 500 a 1000 e da unidade piloto para plantas comerciais com valores da ordem de 200 a 500.

**Tabela 3.1.** Valores da razão de scale-up (fonte: Bisio & Kabel, 1985).

Sistema	Escala de operação (Kg/h)		Razão de scale-up	
	Laboratório	Planta piloto	Laboratório para planta piloto	Planta piloto para comercial
Reagentes líquidos e gasosos, produtos líquidos.	0.01 - 0.20	1 – 30	100 – 500	100 – 500
Reagentes líquidos, sólidos ou produtos líquidos viscosos.	0.005 – 0.20	1 – 20	20 – 200	20 - 250

A Tabela 3.2 apresenta uma análise de importantes fatores para diferentes tipos de equipamentos. Ela mostra a variável mais importante que caracteriza o tamanho ou capacidade do equipamento e a máxima razão de extrapolação de escala para estas variáveis.

**Tabela 3.2.** Fatores para extrapolação de escala ou projeto.  
(fonte: Peters & Timmerhaus, 1991).

Tipo do equipamento	Necessita dados de uma planta-piloto?	Variáveis mais importantes para o projeto operacional.	Variáveis importantes caracterizando tamanho ou capacidade	Máxima razão de extrapolação baseada na indicação da variável característica	Fator de segurança aproximado (%)
Bombas centrífugas	Não	<ul style="list-style-type: none"> <li>Pressão de descarga</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Taxa fluxo</li> <li>Entrada energia</li> <li>Diâmetro do impelidor</li> </ul>	<p>&gt;100:1</p> <p>&gt;100:1</p> <p>10:1</p>	20
Misturadores	Não	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mecanismo de operação</li> <li>Geometria do sistema</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Taxa de fluxo</li> <li>Entrada de energia</li> </ul>	<p>&gt;100:1</p> <p>20:1</p>	20
Separadores	Não	<ul style="list-style-type: none"> <li>Velocidade de sedimentação</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Volume</li> <li>Tempo de residência</li> </ul>	> 100:1	15
Coluna a Spray	Não	<ul style="list-style-type: none"> <li>Solubilidade do gás</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Taxa de fluxo</li> <li>Entrada de energia</li> </ul>	10:1	20

### 3.2.1 – A natureza do Projeto

Coulson & Richardson (1989) definem o projeto como uma atividade criativa, representando a síntese, a reunião de idéias para atingir um objetivo desejado. O projetista irá criar um projeto para um artigo, ou um processo de fabricação. No

projeto de um processo químico, existe a necessidade premente do produto e a oportunidade comercial.

Na coleta dos dados para o projeto se deve observar fatores como:

- Reunião de todos os fatores relevantes e dados necessários, que incluirão informações sobre os processos possíveis, sobre o desempenho do equipamento e valores das propriedades físicas;
- Observação às normas nacionais que constituam fontes de métodos e dados de projeto ao mesmo tempo em que atuam como limitações ao mesmo;
- Observância às condições limitantes do projeto, especialmente as de origem externa que devem ser identificadas na fase inicial do processo;

O projeto de engenharia pode dividir-se em três grupos, conforme o grau de novidade em causa:

1. Modificações e acréscimos a uma fábrica existente;
2. Nova capacidade de produção, repetindo projetos antigos, somente com pequenas modificações de projeto;

**3. Processos novos, desenvolvidos a partir de investigação laboratorial, passando por instalação piloto até ao processo comercial:** *a) primeira etapa de um novo projeto será esboçar um diagrama de blocos grosseiro, que represente as principais etapas no processo e registrar a função principal (objetivo) e os principais constrangimentos de cada etapa. b) depois, a experiência deve indicar quais os tipos de operações unitárias e de equipamento devem ser considerados;*

### **3.2.2 – CÓDIGOS, NORMAS E FATORES DE SEGURANÇA**

Segundo Coulson & Richards (1989) as normas abrangem:

- Materiais, propriedades e composições;
- Método de ensaio do funcionamento, das composições e da qualidade;

- Tamanhos recomendados; por exemplo, tubos, placas, perfis;
- Métodos de projeto, inspeção e fabricação;
- Normas práticas para funcionamento e segurança da instalação.

As normas e códigos de projeto foram estabelecidos não só com a finalidade de padronizar e simplificar o cálculo e projeto dos vasos de pressão, mas principalmente para garantir condições mínimas de segurança para a sua operação (CARVALHO, 1998). A prática tem comprovado que a observância dessas normas torna muito baixa a probabilidade de ocorrência de acidentes graves.

Um código ou norma de projeto representa um conjunto coerente de premissas que são características do documento, relacionando critérios de cálculo, coeficientes de segurança, padronização e especificação de materiais, detalhes de fabricação e inspeção, extensão mínima dos exames não destrutivos e critérios de aceitação a serem adotados para os materiais e juntas soldadas. Estes itens não devem ser desvinculados, ou seja, deve ser aplicado em todo o projeto.

O autor relata que os projetos tradicionais ou convencionais dos vasos de pressão seguem os seguintes códigos de projetos: A.D. Merkblatt; SNCT; ASME VIII Divisão 1 e a B.S. 5500 (projeto simplificado).

Outros códigos, que envolvem técnicas computacionais, adotam filosofias de maiores tensões de projeto, associadas a uma rigorosa e criteriosa análise de tensões dos equipamentos: ASME VIII Divisão 2 e a B.S. 5500 (projeto baseado em análise de tensões).

O código brasileiro foi elaborado pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). A norma relacionada com vasos de pressão é a NB-109.

Coulson & Richardson (1989) apresentam os fatores de segurança (fatores de projeto), pois como o projeto é uma arte inexata, surgirão erros e incertezas devidos a imprecisão nos dados de projeto disponíveis e às aproximações que são necessárias fazer nos cálculos de projeto. Para assegurar que a especificação do projeto seja respeitada, introduzem-se fatores para proporcionar uma margem de segurança no projeto; segurança no sentido de que o equipamento não deixará de



desempenhar satisfatoriamente a sua finalidade e de que funcionará com segurança: não constituirá um perigo. Deve-se usar o termo “Fator de projeto”.

Os fatores de projeto aplicam-se para conferir alguma margem de tolerância no projeto de processos. Este fator determinará as vazões máximas para projeto de equipamento, instrumentação e tubulação.

### 3.2.3 – Materiais de Construção

Carvalho (1998) define como “Vaso de Pressão” todos os reservatórios, de qualquer tipo, dimensões ou finalidades, não sujeitos a chama, que contenham qualquer fluido, projetado para resistir com segurança uma pressão interna superior a 1 Kgf/cm<sup>2</sup> ou inferior à pressão atmosférica; ou submetidos à pressão externa.

Em refinarias de petróleo, indústrias químicas e petroquímicas os vasos de pressão constituem um conjunto importante de equipamentos que abrangem os mais variados usos.

A construção de um vaso de pressão envolve uma série de cuidados especiais relacionados com o seu projeto, fabricação, montagem, inspeção e testes. A ocorrência de falhas em um vaso de pressão, no momento da operação, além de provocar perda de produto e parada do processo, pode acarretar perda de vidas. Por isso este equipamento é considerado de grande risco e periculosidade.

### 3.2.4 – Extrapolação de escala para misturadores

A extrapolação permite reproduzir em escala industrial os resultados obtidos sobre uma operação física ou química efetuada na escala de laboratório ou piloto.

Bertrand (1992) afirma que as relações de um ou mais parâmetros são os mesmos para as duas escalas diferentes (escala de laboratório e escala industrial), sendo definido como o **princípio da similaridade**. São cinco os principais tipos de similaridade: geométrica, cinemática, dinâmica, química e térmica.

A similaridade geométrica refere que as relações entre as dimensões geométricas são as mesmas para as duas escalas, a escala piloto e a industrial. A similaridade geométrica é condição imperativa para os outros tipos de similaridade.

O autor enfatiza que os pontos geometricamente importantes são descritos abaixo:

- I. A geometria do impelidor do agitador;
- II. A dimensão relativa do impelidor-reator ( $d/D = \text{constante}$ );
- III. A forma do reator e a altura relativa do líquido ( $H/D = \text{constante}$ );
- IV. Os equipamentos internos do reator (defletores, serpentinas, etc.);
- V. A posição relativa do impelidor à base do reator ( $H_a/D = \text{constante}$ ).

No início da extrapolação deve-se eleger uma propriedade invariante, sendo recomendado para a similaridade geométrica que se opte por uma das seguintes propriedades: número de Reynolds, número de Froude, número de Weber, velocidade periférica ( $V_p$ ) ou razão potência por unidade de volume ( $P/V$ ).

## **4 – VISITAS TÉCNICAS**

### **4.1 – HEMFÍBRA**

Realizou-se uma visita à empresa Hemfibra, com a finalidade de mostrar o projeto do protótipo do MDIF.

Uma das razões da visita foi saber se a empresa teria condições de confeccionar os equipamentos do MDIF (partes da coluna e o reservatório do orgânico). E por último fez-se a solicitação para o orçamento da construção dos equipamentos propostos.

A empresa Hemfibra localiza-se à Rua Projetada, s/n, Km2, RN – 160, Distrito Industrial. CEP: 59290-000, São Gonçalo do Amarante – Rio Grande do Norte – Brasil. Telefone: (84)227-2255. Fax: (84)227-2299. Endereço eletrônico: [www.hemfibra.com.br](http://www.hemfibra.com.br), e-mail: [hemfibra@hemfibra.com.br](mailto:hemfibra@hemfibra.com.br).

### **4.2 – PETROBRAS: PÓLO DE GUAMARÉ**

Foi realizada uma visita a empresa Petróleo Brasileiro SA – PETROBRAS, situada no Pólo Industrial de Guamaré, localizada na cidade de Guamaré –RN.

As razões da visita foram de conhecer a área escolhida para implantação do protótipo proposto, de conversar sobre a infraestrutura necessária e melhor layout para o projeto.

## **5 – ATIVIDADES REALIZADAS**

As etapas de desenvolvimento de trabalho para o MDIF em escala piloto dividi-se em três etapas:

A primeira etapa, realizada no laboratório de Tecnologia dos Materiais do curso de Engenharia Química da UFRN, visava conhecer as propriedades físico-químicas dos fluidos, a extrapolação de escala e a elaboração de fluxogramas.

A segunda etapa, que será realizada na empresa Hemfibra, visa acompanhar e supervisionar a construção dos equipamentos.

Na última etapa, que será realizada no Pólo de Guamaré, na Petrobras, será feito o acompanhamento da montagem e funcionamento do protótipo do MDIF em escala piloto.

### **5.1 – DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS FLUIDOS**

Muitos problemas de operação e de baixos rendimentos em processos industriais podem ser explicados através do conhecimento das propriedades físico-químicas das fases envolvidas.

As propriedades físico-químicas de maior interesse são: densidade, viscosidade, tensão superficial e tensão interfacial.

Os fluidos de interesse são a água de formação do petróleo oriunda de uma Estação de Tratamento de Efluentes e o extratante utilizado no processo denominado aguarrás.

## **5.1.1 – Procedimento Experimental**

### **5.1.1.1 – Preparação das Amostras**

#### **5.1.1.1.1 – Água de Formação**

As amostras recebidas foram preservadas usando-se 5 mL de solução  $H_2SO_4$  em água destilada (1:1), até garantir um pH igual ou menor que dois e mantidas sob refrigeração a 4 °C, conforme MT-Petrobras n° 37-0084-0 de 1999.

As amostras foram filtradas. Em seguida, realizou-se a extração do óleo dissolvido com hexano em funil de separação. Após descanso de 12 horas, a água tratada isenta de óleo, foi transferida para diversos balões volumétricos de 100 mL.

#### **5.1.1.1.2 – Orgânicos**

Foram utilizados dois tipos de aguarrás. A aguarrás (mistura de hidrocarbonetos) proveniente do processo da UPGN-I tem coloração laranja. A aguarrás proveniente do Vaso V-400.05 possui cor amarelo claro. Ambas foram postas em balão volumétrico de 2000 mL e acondicionadas longe do calor e da luminosidade.

#### **5.1.1.1.3 – Preparação das amostras de água e orgânico para determinação das propriedades físico-químicas.**

Em um becker de 250 mL promove-se a saturação das fases aquosa e orgânica (1:1) através de forte agitação em agitador magnético, por 1 hora. A seguir, transfere-se todo o conteúdo para um funil de separação de 250 mL, deixando decantar naturalmente por 24 h. As fases são posteriormente transferidas para dois balões de 100 mL.

#### 5.1.1.1.4 – Preparação das amostras de água destilada e de orgânicos para análise do nitrogênio amoniacal.

Para a detecção de nitrogênio amoniacal nos agentes extratantes fornecidos, utiliza-se na extração da amônia a água destilada. Desta forma garante-se que a amônia detectada será totalmente proveniente do extratante.

Em um becker de 250 mL promove-se a saturação das fases aquosa (água destilada) e orgânica (1:1) sob forte agitação em agitador magnético, por 1 hora. Após, transfere-se todo o conteúdo para um funil de separação de 250 mL, deixando decantar por 24h. A fase aquosa é transferida para um balão de 100 mL para análise.

#### 5.1.1.2 – Análise da Densidade

As determinações de densidade foram realizadas pelo **método do picnômetro**, conforme descrito por Danna e Hurlbut (1970).

O picnômetro é um pequeno frasco de vidro adaptado com uma rolha de vidro, através da qual foi perfurada uma abertura capilar, conforme Figura 5.1.

O método consiste em tarar o picnômetro com água destilada anotando seu peso vazio e cheio, bem como o volume. O picnômetro é seco, em estufa (30 °C) e depois de resfriado em dessecador, é pesado vazio. Introduce-se a substância a ser medida, tendo-se o cuidado de evitar bolhas de ar no seu interior. A rolha de vidro é introduzida, tendo-se a precaução de secar as paredes externas com papel macio que não soltem fibras aderentes. Pesa-se o picnômetro cheio. A densidade é determinada pela Equação (1). A temperatura ambiente é mantida constante em 25 °C. O modelo da balança analítica utilizada é o AG-200 da Gehaka com precisão de 0,0001g.

$$\rho = \frac{P_c - P_v}{V} \quad (1)$$

Onde,

$\rho$  = densidade (g/mL);

$P_v$  = peso do picnômetro vazio (g);

$P_c$  = peso do picnômetro cheio (g);

$V$  = volume do picnômetro (mL).



**Figura 5.1.** Picnômetro de vidro.  
(fonte: Danna e Hurlbut, 1970).

### 5.1.1.3 – Análise da Viscosidade

As análises de viscosidade são realizadas em **Viscosímetro Tipo Ubbelohde**. Um instrumento simples, porém preciso para a medida da viscosidade é o viscosímetro capilar, (MUNK, 1989). O princípio da medida é baseado na Equação (2) denominada de Equação de Poiseuille, que relaciona o tempo  $t$  necessário para um volume  $V$  do líquido atravessar um capilar de raio  $r$  e comprimento  $L$  com a viscosidade  $\mu$ , quando a este é aplicado um diferencial de pressão  $\Delta P$  nas suas extremidades. Quando os parâmetros de fabricação do viscosímetro e as condições da análise são mantidos constantes e ainda se têm dados confiáveis na literatura sobre um líquido padrão, pode-se utilizar a viscosidade relativa como forma de se determinar a viscosidade de um líquido qualquer, conforme a Equação (3).

$$t = \frac{8LV\mu}{\pi r^4 \Delta P} \quad (2)$$

$$\mu_1 = \frac{t_1 \mu_0}{t_0} \quad (3)$$

Onde,

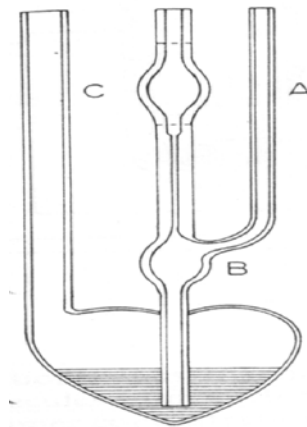
$\mu_0$  = viscosidade do líquido padrão (Pa.s)

$\mu_1$  = viscosidade a determinar (Pa.s)

$t_0$  = tempo de escoamento do líquido padrão (s)

$t_1$  = tempo de escoamento do líquido a determinar (s).

O método consiste em mergulhar o viscosímetro em um banho termostaticado (30°C). O líquido é introduzido no bulbo C (10 mL). Aguarda-se 10 minutos para que ocorra a equalização térmica. Tampona-se o bulbo A e produz-se vácuo no bulbo B. Quando o líquido ultrapassar a primeira marca de leitura, finaliza-se o vácuo e abre-se para a atmosfera as extremidades superiores dos bulbos A e B. Com cronômetro digital inicia-se a marcação do tempo de escoamento entre as duas marcas. Inicialmente mede-se o tempo para água destilada.



**Figura 5.2.** Viscosímetro Ubbelohde.

(fonte: Munk, 1989)

O viscosímetro utilizado para as medidas de viscosidade é do tipo Ubbelohde, conforme Figura 5.2 O modelo empregado foi o AKV/O da Cannon-

Fenske, de diâmetro 0 e precisão de 0,1 s, pertencente ao Laboratório de Membranas e Colóides do Departamento de Química da UFRN.

#### **5.1.1.4 – Análise das Tensões superficiais e interfaciais**

O método adotado para a medição das tensões superficiais e interfaciais é o *Método do Anel de Du Noüy*, Figura 5.3.

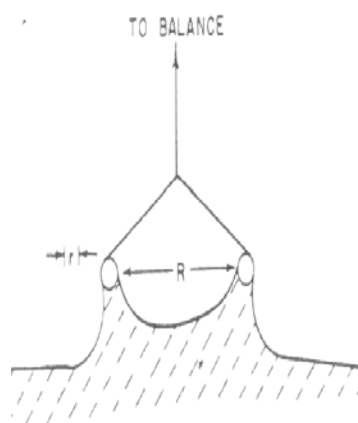
Este método é extremamente usado e envolve a determinação da força de separação de um anel ou círculo de arame da superfície de um líquido, (ADAMSON, 1990). Este método pertence à família dos métodos de separação e é de grande precisão. Os erros atribuídos ao tensiômetro usual em que o anel é construído de platina são da ordem de 0,5%. O anel é geralmente flambado em chama oxidante antes de cada medida, visando evitar que graxas o contaminem.

O tensiômetro utilizado para a realização das medidas de tensão superficial e interfacial é o do tipo Du Noüy.

Em um becker de 50 mL são colocados 40 mL da amostra. A temperatura foi mantida constante em 25 °C. Introduce-se o anel a cerca de 1 cm abaixo da superfície da amostra (tensão superficial) ou 1 cm no interior da fase mais densa (tensão interfacial). Eleva-se cuidadosamente o anel até a ruptura do filme interfacial ou superficial. Existe uma relação direta entre a força de separação e a tensão superficial ou interfacial.

Na análise da tensão interfacial entre dois líquidos imiscíveis, se promove previamente a saturação mútua entre as fases, conforme orientação de Liley e Gambill (1980) e descrita no item 3.6.2.





**Figura 5.3.** Método do anel de Du Noüy.

(fonte: Adamson, 1990)

#### 5.1.1.5 – Análises Complementares

Foram realizadas análises complementares da água de formação, com a finalidade de solucionar o tipo do orgânico a ser utilizado.

Os laboratórios onde se realizam as análises complementares estão descritos na Tabela 5.1.

**Tabela 5.1.** Laboratórios e equipamentos ou métodos utilizados para análises complementares. (fonte: Relatório n°002/MDIF/ Petrobras, 2003)

Análise	Método ou Equipamento	Laboratório
PH	PHmetro Tec-3MP – Tecnal	Materiais/ DEQ/UFRN
Condutividade	Condutímetro Tec-4MP – Tecnal	Materiais/ DEQ/UFRN
Turbidez	Turbidímetro – TB-1000 – Tecnopon	Materiais/ DEQ/UFRN
Amônia	Método Titrimétrico (volumétrico)	Meio ambiente/DEQ/UFRN
Salinidade	Método Argentométrico ou de Mohr	Meio ambiente/DEQ/UFRN
Viscosidade do petróleo bruto	Reômetro: RS150 (Rheostress 150) – Haake.	Estudos do Petróleo/DQ/UFRN
Alcalinidade	Método de Kapp	Meio ambiente/DEQ/UFRN

## 5.2 – METODOLOGIA ADOTADA PARA A EXTRAPOLAÇÃO DE ESCALA

O misturador-decantador à inversão de fases (MDIF) é dividido em duas operações unitárias principais: a mistura e a separação. O aparelho tem características de um misturador-decantador convencional e de uma coluna spray. Ele é constituído de quatro partes principais: a câmara de mistura, o prato perfurado, a câmara de decantação e a câmara de separação.

### 5.2.1 – Extrapolação da câmara de decantação

Bisio e Kabel (1985) orientam na Tabela 3.1 que a razão de scale-up para sistemas que utilizam produtos líquidos não-viscosos devem ficar entre 100 e 500. Desta forma utilizaremos o valor de 100 para a razão de scale-up.

Peters e Timmerhaus (1991) apresentam na Tabela 3.2 que as variáveis mais importantes para a extrapolação de escala de separadores são o volume e o tempo de residência. Elegemos a vazão efetiva como variável mais importante nesta etapa que é a determinante do MDIF.

De acordo com os dados das Tabelas 3.1 e 3.2 obtivemos o valor da vazão efetiva média do aparelho da ordem de 10 m<sup>3</sup>/h ou 240 m<sup>3</sup>/d.

A extrapolação da etapa de separação do MDIF, que se caracteriza como um fator preponderante na obtenção dos resultados do projeto, é de forma peculiar. Esta é uma etapa complexa, pois como relatado, combina características de um decantador convencional e de uma coluna spray. Por ser uma tecnologia inovadora na operação da extração líquido-líquido **NÃO** existe literatura disponível para realização do seu scale-up. A metodologia para a realização do scale-up desta importante etapa no processo será a literatura disponível para operações em laboratório de autores como: Hadjiev e Kuychoukov (1989); Hadjiev e Aurelle (1995); Paulo et al (1993, 1994, 1996); Chiavenato (1999) e Fernandes Jr. (2002), que mais se aprofundaram no estudo deste aparelho.

O design vertical do aparelho é mantido para sua confecção em escala piloto, visto ser de grande utilidade para a instalação em locais de pequena área superficial.

Para o cálculo do diâmetro da câmara de decantação, verificou-se em todos os autores citados os excelentes resultados obtidos por este aparelho quando trabalhando em vazões específicas da ordem de **40 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h** ou mais. Optou-se por utilizar esta vazão específica para o cálculo do diâmetro da câmara de decantação. Desta forma o diâmetro será de **0,6 m** e será o mesmo para o prato perfurado e interligação com as câmaras de mistura e separação.

Fernandes Jr. (2002) trabalhou com alturas da câmara de decantação de 0,50, 0,75 e 1,0m, tendo concluído que a altura de 1,0m obteve a melhor performance para todas as condições de concentração, agitação, vazão e relação O/A empregadas. Hadjiev e Paulo (2002) relataram em artigo onde trabalharam com um sistema querosene-água em que várias alturas de leito orgânico (câmara de decantação) foram empregadas, chegando-se à conclusão que o aumento de altura de 1,50 para 2,0m eleva em 2,5% a eficiência de separação. Acima de 2,0m não ocorreu aumento significativo na eficiência de separação.

Levando em consideração estes autores e consultando-se os demais citados, optou-se por trabalhar com uma altura da câmara de decantação de **2,0m**.

Para o cálculo das dimensões do prato perfurado utilizou-se a similaridade geométrica, Bertrand (1992). Assim sendo, manteve-se no prato a fração da área cega (1/4), a transparência (5%), o material (techynil), o diâmetro do furo (1mm) e a configuração da malha do furo (configuração tipo triangular).

### **5.2.2 – Extrapolação das câmaras de mistura e de separação**

As câmaras de mistura e separação possuem a mesma configuração e dimensões.

Para a obtenção da dimensão da largura externa utilizou-se a similaridade geométrica, com os dados de laboratório, entre o diâmetro externo da câmara de mistura e o diâmetro da coluna em laboratório. Este valor (2,4) multiplicado pelo diâmetro da coluna de campo (0,6m) resulta no diâmetro de **1,4m**. Para a altura desta câmara levou-se em consideração uma altura de líquido de 0,5m necessário ao processo e a altura do reator. Desta forma a altura calculada foi de **1,5m**. As câmaras de mistura e separação têm a mesma configuração geométrica.

### 5.2.3 – Extrapolação do Misturador

Na etapa de mistura estão localizados o reator e o misturador. A câmara de mistura tem por finalidade suportar o reator, receber os fluidos efluentes deste e proporcionar uma altura de líquido que impeça a passagem de bolhas de ar para o interior da câmara de decantação pela própria turbulência gerada na agitação. A metodologia empregada para a extrapolação do conjunto reator/misturador é amplamente difundida, tendo diversos autores versado sobre o assunto.

De acordo com Bertrand (1992) adotou-se a **similaridade geométrica** e como parâmetro invariável a **velocidade periférica**.

Utilizou-se a Equação (5) de Nagata (1950) para determinar a rotação mínima para a dispersão do orgânico no aquoso. Obteve-se uma agitação mínima de 639,30rpm. A velocidade periférica mínima é de 1,0004m/s. O Número de Reynolds foi da ordem de  $10^3$ , significando que o sistema é de transição, mas próximo ao turbulento ( $Re > 10^4$ ). O Fator de escala, número empregado para a conversão dos valores das propriedades obtidas em laboratório para campo, sendo  $K = d_2/d_1$ , relação entre diâmetros dos impelidores, foi calculado em 8,3.

$$N_c = KD^{-\frac{2}{3}} \left( \frac{\mu_c}{\rho_c} \right)^{\frac{1}{9}} \left( \frac{\rho_c - \rho_d}{\rho_c} \right)^{0.26} \quad (4)$$

Onde,

$N_c$  = velocidade de agitação crítica (rpm);

$K$  = coeficiente de proporcionalidade;

$D$  = diâmetro do vaso (m);

$\mu_c$  = viscosidade da fase contínua (Kg/m.s)

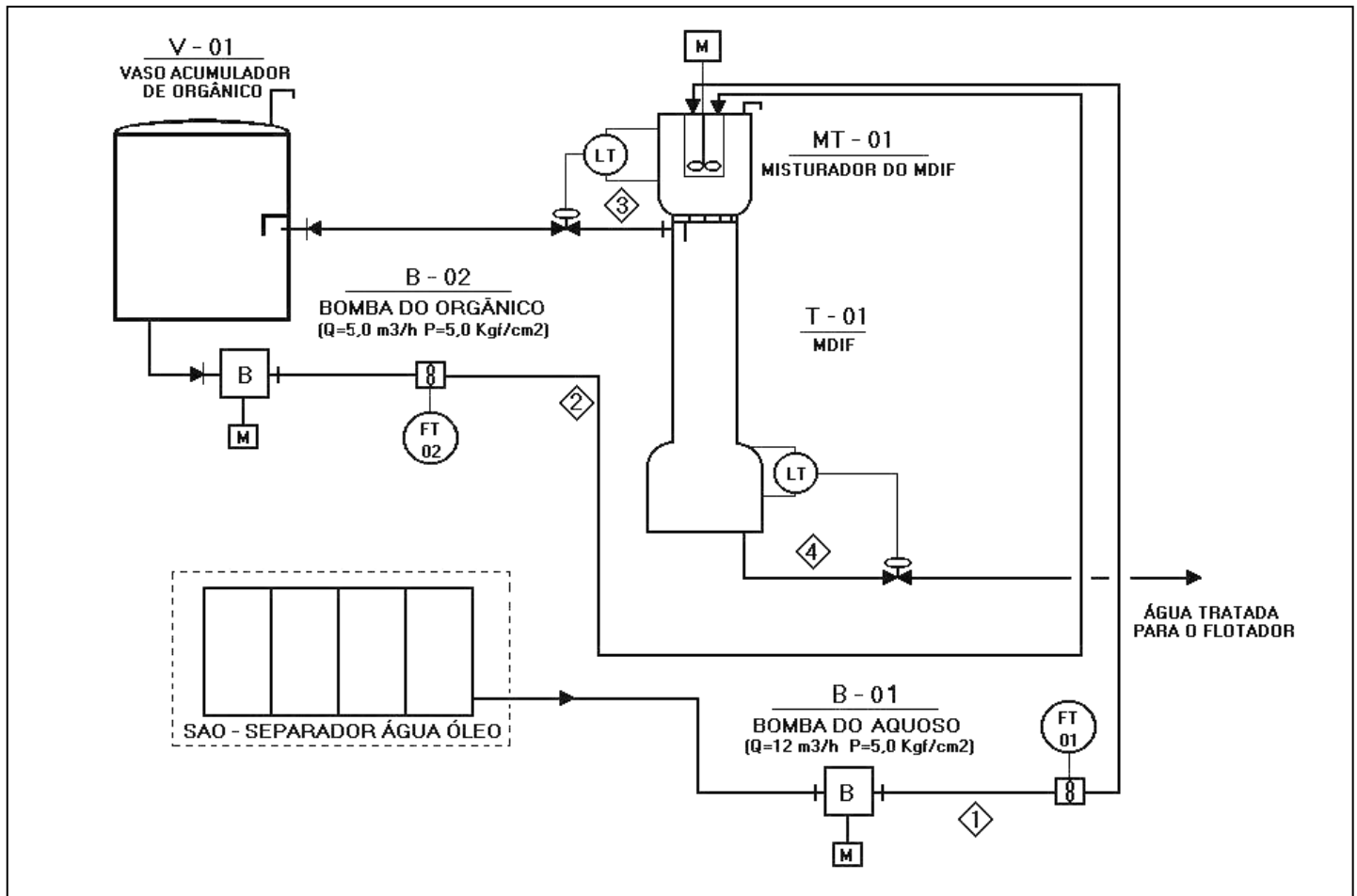
#### **5.2.4 – Local de Instalação do MDIF**

A determinação do local, realizado em conjunto com a Petrobras, seguiu certas condições. Os equipamentos que compõem o MDIF devem ser instalados em local de fácil logística, devido ao transporte e montagem.

Optou-se por instalar o conjunto próximo ao (novo) Separador Água-Óleo (SAO) da Estação de Tratamentos de Efluentes (ETE) do Pólo Industrial de Guamaré/RN, onde ocupará uma área de 100m<sup>2</sup>.

#### **5.3– ELABORAÇÃO DOS FLUXOGRAMAS**

A partir da escolha da área a ser ocupada ter sido estabelecida, foram feitas reuniões, na qual discutiu-se a melhor forma de implantação dos equipamentos em campo e em seguida, foram elaborados os fluxogramas de Processo e Engenharia do protótipo do MDIF em escala piloto. A seguir, está representado o fluxograma de Processo, Figura 5.4.



**Figura 5.4.** Fluxograma de Processos.  
(fonte: Relatório n°005/MDIF/ Petrobras, 2003)

## 6 – TRABALHOS A SEREM REALIZADOS

### 6.1 – HEMFIBRA

A Hemfibra é a empresa responsável pela construção das partes do MDIF e pela construção do Vaso Acumulador.

Na empresa, será realizado o acompanhamento da segunda etapa do trabalho, que é a construção dos equipamentos, visando supervisionar a construção e promover o trabalho de engenheiro em empresa.

## **6.2 – PETROBRAS: PÓLO DE GUAMARÉ**

No Pólo Industrial de Guamaré será realizada a última etapa do projeto, que é o acompanhamento de implantação e operação do funcionamento do MDIF em escala piloto.

O acompanhamento de implantação refere-se a montagem de todas as partes do projeto do protótipo do MDIF para verificar possíveis falhas da construção até possíveis vazamentos das linhas do processo.

A etapa de acompanhamento de operação refere-se em obter do protótipo em escala piloto as condições operacionais mais próximas das alcançadas pelo protótipo de escala laboratorial.

## **7 – RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **7.1 – PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS FLUIDOS**

Devido ao projeto de implantação do MDIF estar ainda em andamento, estes dados, no momento, não podem ser apresentados neste trabalho sem a liberação da Petrobras.

### **7.2 – EXTRAPOLAÇÃO DE ESCALA (SCALE-UP)**

O MDIF foi concebido para operar em um estágio de separação com um fator de escala de 100, sendo sua vazão efetiva média de 10 m<sup>3</sup>/h e vazão específica média de 40m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h. A concentração de óleo na alimentação é prevista na faixa de 50 a 150mg/L.

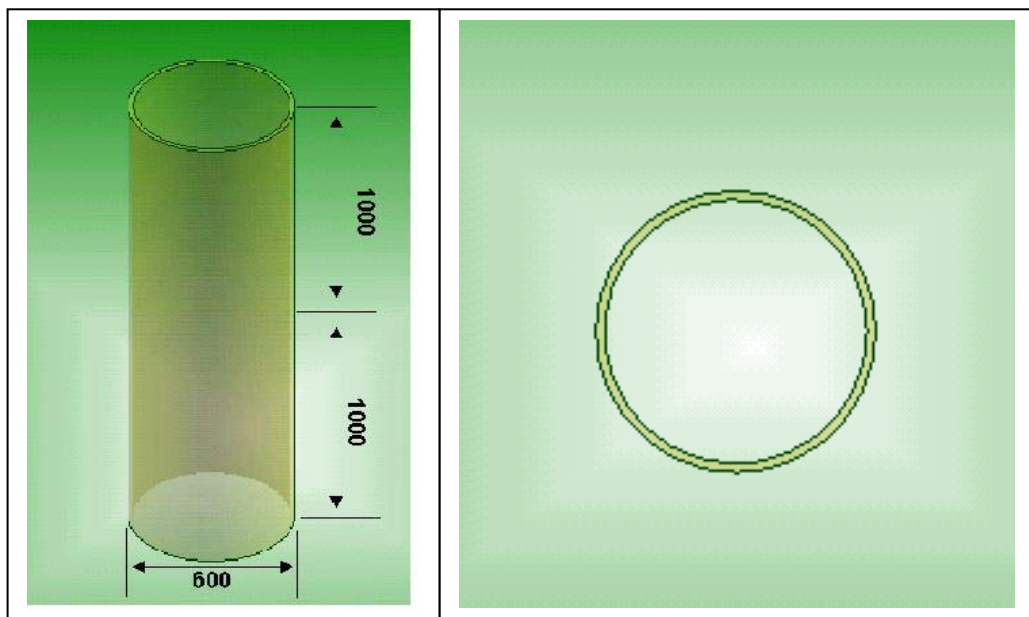
#### **7.2.1 – Câmara de Decantação**

A câmara de decantação, confeccionada em fibra de vidro estrutural, será totalmente preenchida com o orgânico aguarrás. Em seu topo instala-se o prato perfurado e a saída do orgânico saturado em óleo. Na sua base monta-se a câmara de separação. A Tabela 7.1 apresenta as principais dimensões da câmara de decantação. A Figura 7.1 mostra algumas vistas da câmara de decantação.

**Tabela 7.1.** Principais dimensões da câmara de decantação.

(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

<b>Dimensões</b>	<b>Valores</b>
Diâmetro	600 mm
Altura	2000 mm
Material de construção	Fibra de vidro estrutural

**Figura 7.1.** Principais vistas da câmara de decantação.

(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003)

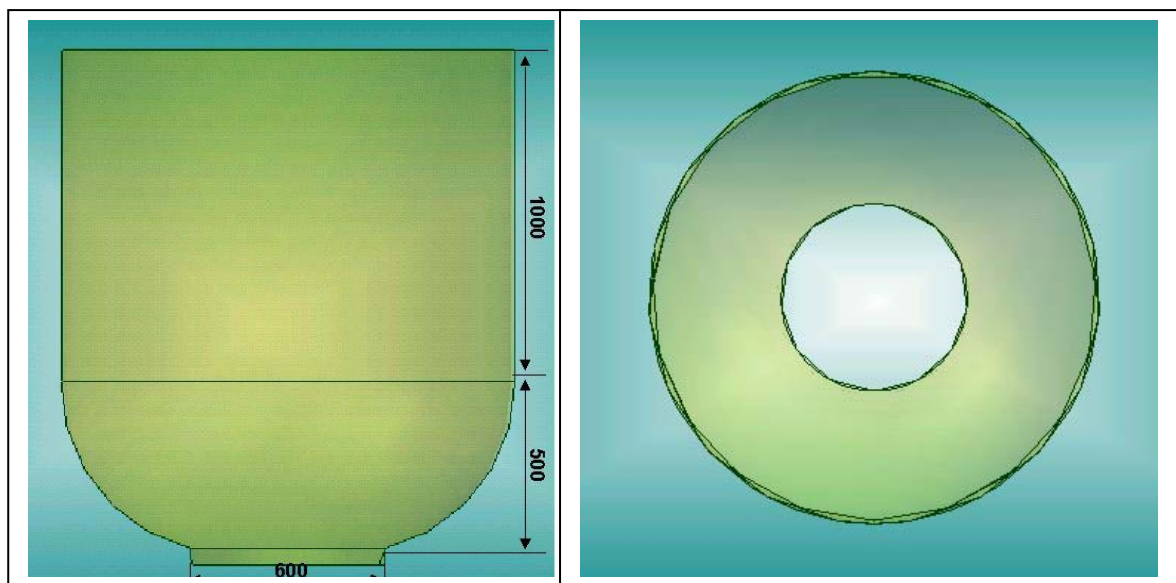
### 7.2.2 – Câmara de Mistura

A câmara de Mistura, confeccionada em fibra de vidro estrutural, terá como função suportar o reator e receber deste os líquidos efluentes. Será parcialmente preenchida pelo orgânico aguarrás. Fisicamente está instalada acima do prato perfurado no topo da câmara de decantação. A Tabela 7.2 apresenta as principais dimensões da câmara de mistura. A Figura 7.2 mostra algumas vistas da câmara de mistura.



**Tabela 7.2.** Principais dimensões da câmara de mistura.  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

<b>Dimensões</b>	<b>Valores</b>
Menor diâmetro	600 mm
Maior diâmetro	1400 mm
Altura	1500 mm
Material de construção	Fibra de vidro estrutural



**Figura 7.2.** Principais vistas da câmara de mistura.  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

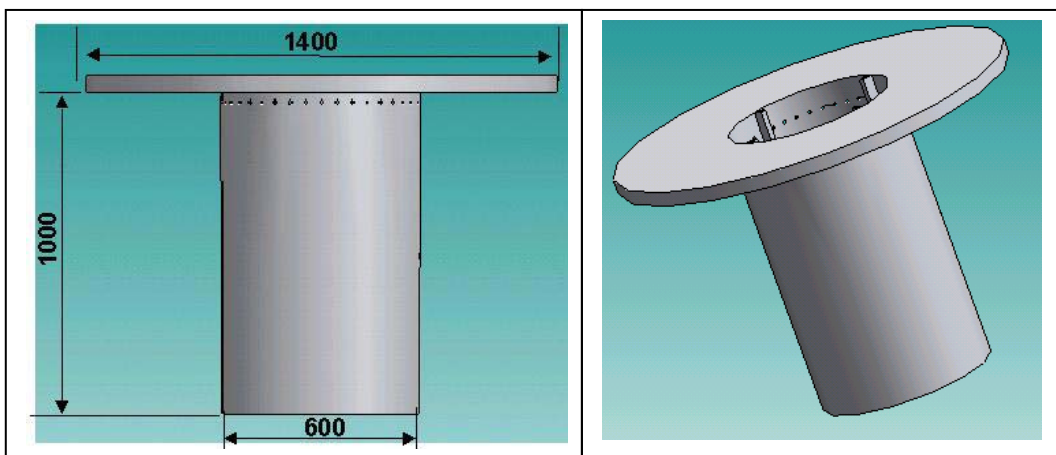
### 7.2.3 – Conjunto reator/misturador

#### 7.2.3.1 – Reator

O reator, confeccionado em aço inoxidável, tem como finalidade proporcionar a transferência do óleo do meio aquoso para o orgânico. Será preenchido pelo aquoso. Fisicamente está instalado sobre a câmara de mistura. A Tabela 7.3 apresenta as principais dimensões do reator. A Figura 7.3 mostra algumas vistas do reator.

**Tabela 7.3.** Principais dimensões do reator.  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

<b>Dimensões</b>	<b>Valores</b>
Diâmetro	600 mm
Altura	1000 mm
Largura da chicana (4)	74mm
Altura do impelidor à base do reator	372mm
Material de construção	Aço inoxidável



**Figura 7.3.** Aspectos do reator.  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

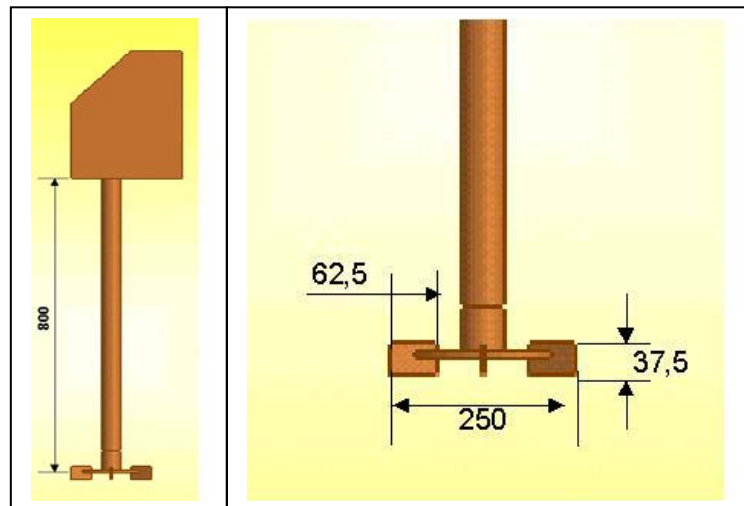
#### 7.2.3.2 – Agitador

O agitador, com seu impelidor confeccionado em aço inoxidável, terá como função promover a dispersão do orgânico no seio aquoso quando ambos adentrarem o reator. Fisicamente está instalado dentro do reator. A Tabela 7.4 apresenta as principais dimensões da câmara de mistura. A Figura 7.4 mostra alguns aspectos do agitador.

**Tabela 7.4.** Principais dimensões do agitador.

(fonte: Relatório nº004/MDIF/Petrobras, 2003).

<b>Dimensões</b>	<b>Valores</b>
Diâmetro do impelidor	250 mm
Altura da haste do impelidor	800 mm
Altura do impelidor	37,5 mm
Largura do impelidor	62,5 mm
Tipo da turbina	Rusthon
Número de pás	6
Material de construção	Aço inoxidável

**Figura 7.4.** Aspectos do agitador.  
(fonte: Relatório nº004/MDIF/Petrobras, 2003).

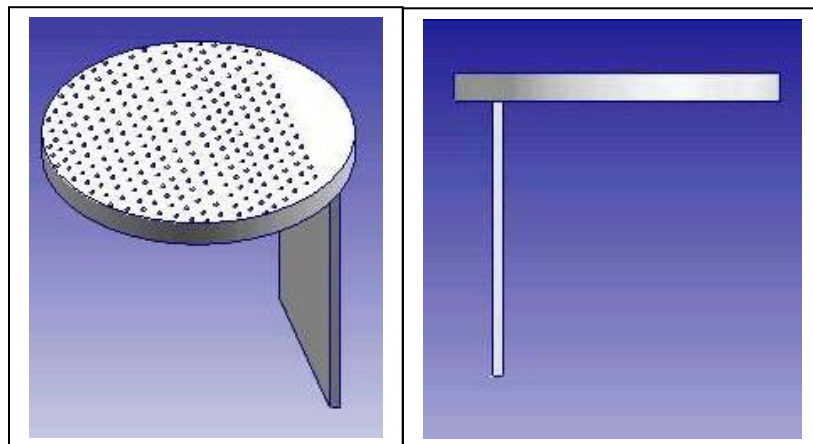
#### 7.2.4 – Prato perfurado

O prato perfurado será confeccionado em technnyl. A Tabela 7.5 apresenta as principais dimensões do prato perfurado. A Figura 7.5 mostra algumas vistas do prato perfurado.

**Tabela 7.5.** Principais dimensões da câmara de mistura.

(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

<b>Dimensões</b>	<b>Valores</b>
Diâmetro	600 mm
Espessura	50mm
Altura do defletor	200mm
Espessura do defletor	20mm
Distância do defletor à borda do prato	150mm
Diâmetro dos furos	1,0mm
Número de furos	12.821
Transparência	5%
Área cega	1/4
Material de construção	Techinyl

**Figura 7.5.** Aspectos do Prato Perfurado.  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

### 7.2.5 – Câmara de Separação

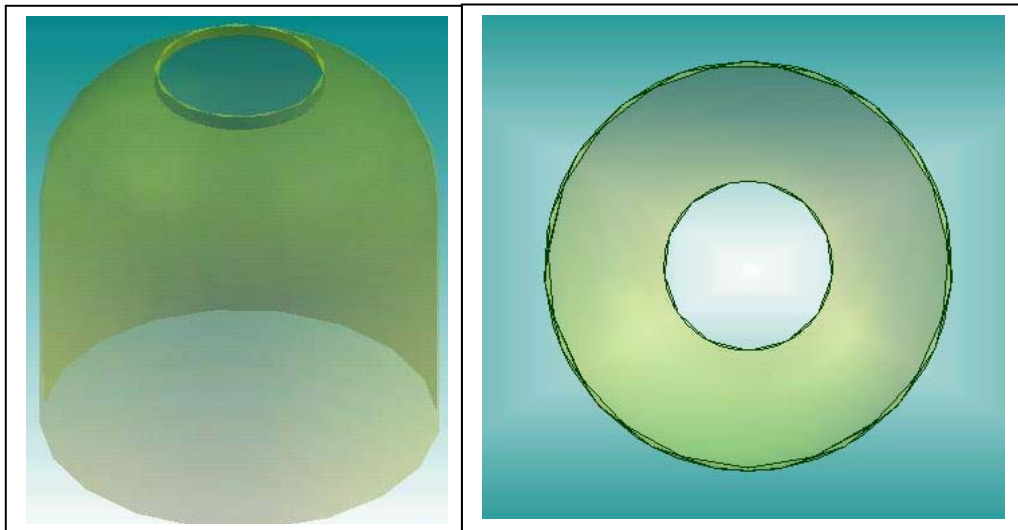
A câmara de separação será confeccionada em fibra de vidro estrutural e terá como função receber os efluentes da câmara de decantação, proporcionando uma interface de separação orgânico/água tratada. Será preenchida pela água tratada. Fisicamente está instalada abaixo da base da câmara de decantação. A

Tabela 7.6 apresenta as principais dimensões da câmara de separação. A Figura 7.6 mostra algumas vistas da câmara de separação.

**Tabela 7.6.** Principais dimensões da câmara de separação.

(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

<b>Dimensões</b>	<b>Valores</b>
Menor diâmetro	600 mm
Maior diâmetro	1400 mm
Altura	1500 mm
Material de construção	Fibra de vidro estrutural

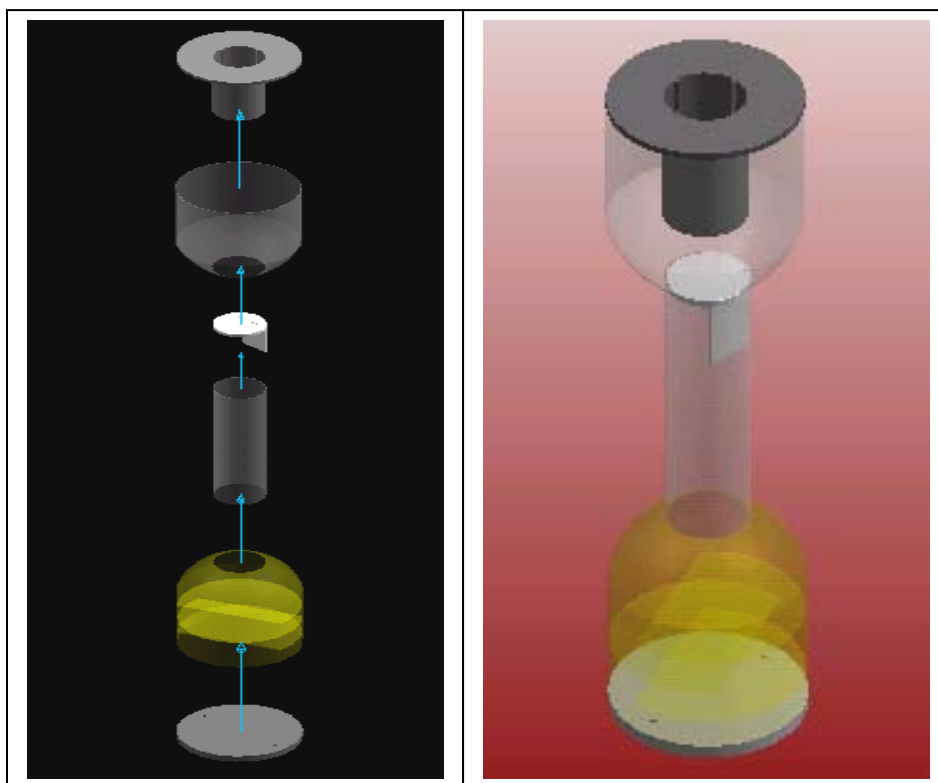


**Figura 7.6.** Aspectos da câmara de separação.

(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

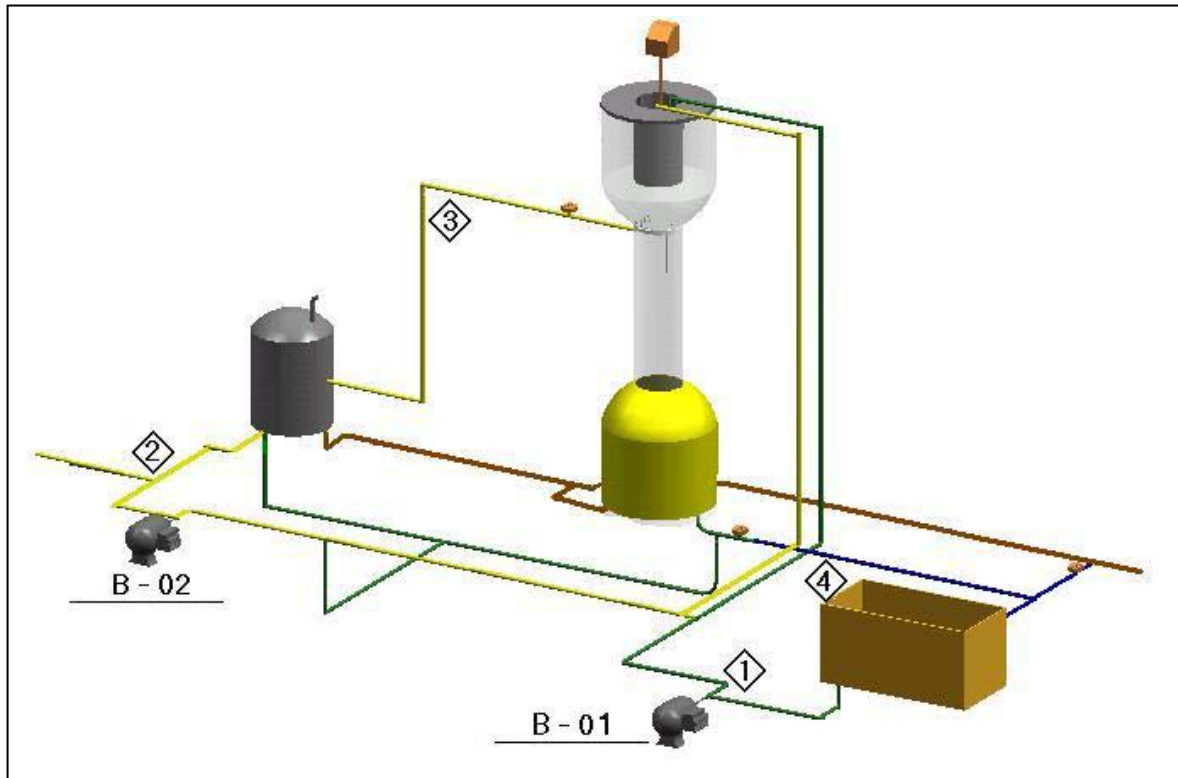
### 7.2.6 – MDIF industrial

A Figura 7.7 apresenta a montagem das partes componentes do MDIF.



**Figura 7.7.** Vista explodida e geral do MDIF industrial.  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

A Figura 7.8 é uma representação do lay-out em 3D do MDIF em escala piloto.



**Figura 7.8.** Representação em 3D do protótipo do MDIF em escala piloto  
(fonte: Relatório n°004/MDIF/Petrobras, 2003).

### 7.2.7 – Equipamentos e acessórios do MDIF industrial

O MDIF industrial é composto de uma coluna de 5m de altura e 1,4m de base. A coluna opera a pressão atmosférica e temperatura ambiente. O transporte do fluido é realizado por duas bombas dosadoras, sendo uma para o orgânico e outra para o aquoso de alimentação. A saída dos fluidos da coluna dá-se por diferença de altura de nível líquido entre a coluna e o destino. O orgânico é armazenado em um tanque de 15m<sup>3</sup>. O controle da instrumentação será realizado por um controlador lógico programável (PLC).

## 8 – CONCLUSÃO

### 8.1 – PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS FLUIDOS

- Os resultados das propriedades físico-químicas foram usuais e situam-se no grau de confiança de 95%;
- A aguarrás do processo da UPGN-I contém nitrogênio amoniacal, com provável interferência nas propriedades físico-químicas da água de formação saturada nesta substância;
- A aguarrás do V-400.05 possui propriedades físico-químicas que possibilitam sua utilização nos testes de laboratório, sendo esta a escolhida para a realização dos experimentos;
- As condições operacionais envolvem fases mutuamente saturadas, tanto da água de formação com aguarrás, quanto da aguarrás com água de formação. Desta forma, todos os cálculos de extrapolação de escala para o MDIF foram obtidos nesta condição de saturação mútua.

### 8.2 – EXTRAPOLAÇÃO DE ESCALA

- A concepção do protótipo em escala semi-industrial envolveu a extrapolação de escala do aparelho de laboratório. Devido o caráter inovador do aparelho, algumas partes que o compõem **NÃO** puderam ser extrapoladas com dados da literatura. Isto ocorreu, com a câmara de decantação, com a câmara de mistura e a câmara de separação. Nestas condições, foi adotada a solução de similaridade geométrica com o protótipo de laboratório. É bem provável, que futuros ajustes sejam necessários quando da realização de testes de campo.
- O fator de escala indicado para esta fase é de 100. Assim sendo, pretende-se tratar em média 240 m<sup>3</sup>/dia. O aparelho terá altura de 5m, diâmetro externo de 1,4 m (na base e no topo) e diâmetro da coluna de 0,6 m. Com este aparelho espera-se tratar uma vazão específica da ordem de 40 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>.h.



- O local de instalação será à saída do (novo) SAO – Separador Água-Óleo que está sendo construído na Estação de Tratamento de Efluentes – ETE do Pólo Industrial de Guamaré-RN – Petrobras.

### 8.3 – ANÁLISE FINAL

O trabalho final de curso (DEQ300) cumpriu os objetivos propostos e tanto esta como o estágio supervisionado (DEQ330) são de suma importância à formação acadêmica e profissional do estudante, pois possibilitam o aluno a aplicação dos conhecimentos teóricos adquiridos durante o curso de graduação em Engenharia Química da UFRN. As principais áreas por mim estudadas foram: Fenômenos de Transporte (Transferência de Massa), Operações Unitárias (Extração Líquido – Líquido e Extrapolação de Escala), Engenharia de Processos, Instrumentação e Controle e Engenharia do Meio Ambiente, que conseqüentemente contribuíram para uma maior visão do âmbito laboratorial ao industrial e revelando ao aluno uma das faces do mercado de trabalho de um engenheiro químico.


## 9 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS


 – Artigos


 – Dissertações


 – Livros


 ADAMSON, A. W.. **Physical chemistry of surfaces**. 5<sup>a</sup> ed. USA: Jonh Willey & Sons, 1990.


 BERTRAND, J.. **Extrapolation: Agitation mecanique et melange**. Toulouse – France. Laboratóire de Génie Chimique-INPT. 1992. Apostila. 18p.


 BISIO, A.; KABEL, R.L.. **Scaleup of chemical processes: conversional from laboratory scale tests to successful commercial size design**. USA, Jonh Willey & Sons, 1985.


 BRASIL, N. Í. do. **Introdução à engenharia química**. Rio de Janeiro: Interciência, PETROBRAS, 1999.


 CARVALHO, N.F.de. **Inspeção e manutenção de vasos de pressão**. Rio de Janeiro, Petrobras/ ABST-REF/RPBC, apostila,138p. 1998.

 CHIAVENATO, M.C.; PAULO, J.B.A.. **Utilização de um Novo Design de Mixer-Settler no Tratamento de águas Residuárias Contaminadas com Óleo Bruto**. II Congresso de Engenharia de Processos do Mercosul (II EMPROMER). Florianópolis, vol.I, p 471-472, 30/08 a 02/09/1999.

 CHIAVENATO, M.C.. **Utilização de um Novo Design de Mixer-Settler à Inversão de Fases para Tratamento de Dispersões e/ou Emulsões do Tipo Óleo Bruto/Água de Formação**. Natal-RN, 1999. 146p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

 COULSON, J.M.; RICHARDSON, J.F.. **Tecnologia Química: uma introdução ao projecto em tecnologia química**. Lisboa-Portugal, fundação Calouste Gulbenkian, 1989 (volume VI).

 DANA, J.D.T.; HURIBUT Jr., C.S.. **Manual de Mineralogia**. Rio de Janeiro: Livro Técnico, 1970. (vol. I ).

 FERNANDES JR, W.E.. **Planejamento Experimental Aplicado a um Novo Separador Líquido-Líquido Utilizado no Tratamento de Águas Residuais Contaminadas com Petróleo**. Natal - RN, 2002. 125p. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

☰ HADJIEV, D.; PAULO, J.B.A.. **Mixer-settlers based on phase inversions: design of the settling zone**. Separation and Purification Technology, (2002) – No prelo.

☰ HADJIEV, D.; AURELLE, Y.. **Phase inversion: a method for separation of fine liquid-liquid dispersions**. The chemical engineering journal. N.58, p.45-51, 1995.

☰ HADJIEV, D.; KUYCHOUKOV, G. A.. **Separator for liquid-liquid dispersions**. The chemical engineering journal, n.41, p.113-116, 1989.

📖 HIMMELBLAU, D. M.. **Engenharia química: princípios e cálculos**. Tradução de Jossyl de Souza Peixoto. 4ª ed., Rio de Janeiro: Prentice-Hall do Brasil, 1984.

📖 LILEY, P. E.; GAMBILL, W.R.. **Dados físicos e químicos**. In: **Perry, Robert H.; Chilton, Cecil H. Manual de Engenharia Química**. Tradução de Horácio Macedo, Luíza M. Barbosa e Paulo Emídio F. Barbosa. 5ª ed., Rio de Janeiro: Guanabara dois, 1980.

📖 MUNK, P.. **Introduction to macromolecular science**. USA: Jonh Wiley&Sons, 1989.

☰ NAGATA, S.; YOSHIOKA, T.; TERAMOTO, D.. **Agitation of two immiscible liquids**. Trans. Soc. Chem. Engrs. Of Japan, 8, p.43, 1950.

☰ PAULO, J.B.A.; HADJIEV, D.; GOURDON, C.. **Utilização de LIX 984 na extração de cobre através de um novo design de mixer-settler**. In: CONGRESSO ÍTALO-BRASILIANO D'INGEGNERIA MINERARIA, IV, Canela/RS, 1996 . p. 531-535.

☰ PAULO, J.B.A.; HADJIEV, D.; GOURDON, C.; CASAMATTA, G.. **Desempenho de um novo tipo de mixer-settler na extração de cobre.** In: CONGRESSO ÍTALO-BRASILIANO D'INGEGNERIA MINERARIA, III, Verona-Italia, setembro-1994. p. 156-160.

☰ PAULO, J.B.A.; HADJIEV, D.; GOURDON, C.; CASAMATTA, G.. **Mixer-Settler based on phase inversion.** In: CONGRESSO ÍTALO-BRASILIANO D'INGEGNERIA MINERARIA, II, São Paulo, setembro/1993. **Anais** 1093-1100.

📖 PETERS, M.S.; TIMMERHAUS, K.D.. **Plant design and economics for chemical engineers.** 4<sup>th</sup> ed. U.S.A. Mcgraw-Hill, 1991.

📖 RABOCKAI, T.. **Físico-química de superfícies.** Washington/USA: Monografia OEA, 1979 (128p).

---

---

**Anexo II**

**PUBLICAÇÕES**

---

---

## Publicações

1. XV Congresso de Iniciação Científica da UFRN – CIENTEC.  
**Período:** 16 a 19/11/ 2004, Natal/RN.  
**Órgão(s) Promotor(es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte.  
**Trabalho Apresentado:** “Medição de Tamanho e Distribuição de Gotas em Sistema Líquido-Líquido”.
2. XV Congresso Regional Estudantes de Engenharia Química – COREEQ.  
**Período:** 03 a 09/10/ 2004, Recife/PE.  
**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade Federal de Pernambuco.  
**Trabalho Apresentado:** “Tratamento de Águas Contaminadas com Petróleo Através do MDIF: Análise Comparativa Entre Extratantes Utilizando a Espectrofotometria”.
3. XV Congresso Brasileiro de Engenharia Química – COBEQ.  
**Período:** 26 a 29/09/ 2004, Curitiba/PR.  
**Órgão(s) Promotor (es):** ABEQ; DEQ/UFPR e DEQ/UEM.  
**Trabalho Apresentado:** “Efeito da Amônia sobre Propriedades Físico-Químicas do Sistema Solvente/Água Produzida na Indústria do Petróleo”.
4. XV Congresso Brasileiro de Engenharia Química – COBEQ.  
**Período:** 26 a 29/09/ 2004, Curitiba/PR.  
**Órgão(s) Promotor (es):** ABEQ; DEQ/UFPR e DEQ/UEM.  
**Trabalho Apresentado:** “Considerações sobre a Hidrodinâmica de um Novo Separador Líquido-Líquido Aplicado ao Tratamento de Águas Contaminadas com Óleo”.
5. XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa – ENTMME.  
**Período:** 15 a 18/06/ 2004, Florianópolis/SC.  
**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade do Extremo Sul Catarinense.  
**Trabalho Apresentado:** “Tratamento de Águas Contaminadas com Petróleo Através de Novo Design de Misturador-Decantador: Concepção de um Protótipo em Escala Semi-Industrial”.
6. XIV Congresso de Iniciação Científica da UFRN – CIENTEC.  
**Período:** 21 a 24/10/ 2003, Natal/RN.  
**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte.  
**Trabalho Apresentado:** “Influência da Amônia como Agente Tensoativo em Extratantes de Petróleo”.
7. XIV Congresso de Iniciação Científica da UFRN – CIENTEC.  
**Período:** 21 a 24/10/ 2003, Natal/RN.  
**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte.  
**Trabalho Apresentado:** “Estudo Hidrodinâmico de um Novo Separador Líquido-Líquido Aplicado ao Tratamento de Águas Contaminadas com Óleo”.

8. III Congresso Brasileiro de Metrologia.

**Período:** 05 a 09/09/ 2003, Recife/PE.

**Órgão(s) Promotor (es):** Sociedade Brasileira de Metrologia – SBM .

**Trabalho Apresentado:** “Medida de Tamanho e Distribuição de gotas em Novo Designe de Extrator Líquido-Líquido”.

9. XIII Congresso de Iniciação Científica da UFRN – CIENTEC.

**Período:** 09 a 13/09/ 2002, Natal/RN.

**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

**Trabalho Apresentado:** “Validação da Equação Empírica Gerada para Análise da Eficiência de Separação de um Novo Designe de Misturador – Decantador (MDIF) para Poços Petrolíferos de Xaréu – CE e Guamaré – RN e Comparação do Uso de Aguarrás em Relação ao Nafta como Extratante Neste Método”.

10. XIII Congresso de Iniciação Científica da UFRN – CIENTEC.

**Período:** 09 a 13/09/ 2002, Natal/RN.

**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

**Trabalho Apresentado:** “Determinação da Eficiência de Separação Óleo/Água de um Extrator Líquido-Líquido à Inversão de Fases: Análise Comparativa entre Aguarrás e Clorofórmio Utilizando o Método Espectrofotométrico”.

11. 1º Congresso Brasileiro de P & D em Petróleo e Gás.

**Período:** 25 a 28/11/ 2001, Natal/RN.

**Órgão(s) Promotor(es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte e Sociedade Brasileira de Química.

**Trabalho Apresentado:** “Influencia das Principais Variáveis de Processo Sobre a Eficiência de Separação Óleo/Água Utilizando um Novo Design de Misturador-Decantador: Aplicação ao Tratamento de Águas de Formação”.

12. XII Congresso de Iniciação Científica da UFRN – CIENTEC.

**Período:** 19 a 23/11/ 2001, Natal/RN.

**Órgão(s) Promotor (es):** Universidade Federal do Rio Grande do Norte .

**Trabalho Apresentado:** “Análise Comparativa dos Métodos Analíticos Utilizados na Determinação da Eficiência de Separação Óleo – Água”.