



Copyright 2004, Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás - IBP

Este Trabalho Técnico Científico foi preparado para apresentação no 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, a ser realizado no período de 2 a 5 de outubro de 2005, em Salvador. Este Trabalho Técnico Científico foi selecionado e/ou revisado pela Comissão Científica, para apresentação no Evento. O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pelo IBP. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões do Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás, Sócios e Representantes. É de conhecimento e aprovação do(s) autor(es) que este Trabalho será publicado nos Anais do 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás

PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO DE TUBOS CENTRÍFUGOS UTILIZADOS NA DETERMINAÇÃO DO BSW EM PETRÓLEO

Jeffersson Fernandes de Lima¹, Alberto Kennedy de Almeida Medeiros¹, Gilson Gomes de Medeiros², Nivaldo Ferreira da Silva Jr.¹, Raimundo Norato B. Felipe¹, Renata Carla T. S. Felipe¹.

¹ Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Av. Sen. Salgado Filho, 1559. Tirol, Fone/Fax (84) 215-2635. E-mail: jefferssonlima@pop.com.br, albertokennedy@yahoo.com.br, nivaldojr@cefetrn.br, nonatofelipe@cefetrn.br, rcfelipe@cefetrn.br.

² Universidade Federal do Rio Grande do Norte e Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Av. Sen. Salgado Filho, 1559. Tirol, Fone/Fax (84) 215-2635. E-mail: gilsong@cefetrn.br.

Resumo – É de suma importância para a indústria do petróleo que todos os instrumentos utilizados neste setor estejam devidamente calibrados, reduzindo assim as incertezas envolvidas nas medições. Vários são os instrumentos que necessitam de calibração periódica, como exemplo os medidores de vazão, de volume, de nível, de temperatura, bem como as vidrarias volumétricas utilizadas em laboratórios para análises de amostras de petróleo. Dentre estas vidrarias utilizadas na indústria do petróleo destaca-se, o tubo centrífugo ou tubo para centrifugação, comumente utilizado na determinação do BSW (*Basic Sediment and Water*). Visando contribuir para a otimização dos processos de medições foi desenvolvido um procedimento de calibração para a vidraria volumétrica, em específico o tubo centrífugo, no intuito de orientar o profissional responsável por tal atividade desde a preparação até a emissão do certificado de calibração, sendo neste trabalho mostrado toda a metodologia utilizada para a calibração deste instrumento.

Palavras-Chave: tubo centrífugo; procedimento de calibração; BSW; indústria do petróleo.

Abstract– It's of highest importance for the industry of the petroleum that all the instruments used in this section they are properly gauged, reducing the uncertainties involved like this in the measurements. Several they are the instruments that need periodic calibration, as example the flow meters, of volume, of level, of temperature, as well as you would glaze used at laboratories for analyses of samples of petroleum. Among these you would glaze used in the industry of the petroleum he/she stands out, the centrifugal tube, commonly used in the determination of BSW (*Basic Sediment and Water*). Seeking to contribute for the otimization of the processes of measurements a calibration procedure was developed for it would glaze, in specific the centrifugal tube, in the intention of guiding the responsible professional for such activity from the preparation to the emission of the calibration certificate, being in this shown work the whole methodology used for the calibration of this instrument.

Keywords: centrifugal tube; calibration procedure; BSW; industry of the petroleum.

1. Introdução

Para indicar e caracterizar os estágios da vida produtiva dos reservatórios é utilizado pela engenharia de produção de petróleo alguns parâmetros, entre os quais se destacam a “Razão Gás-Óleo” (RGO), a “Razão Água-Óleo” (RAO) e o índice “*Basic Sediments and Water*” (Thomas, J. E. et al.), comumente denominado de BSW, sendo este último um parâmetro de grande importância, visto que tal fator tem implicância direta sobre a quantificação do volume produzido de petróleo de um dado campo produtor.

Geralmente a determinação do BSW, em campos onde a medição do petróleo produzido, transferido e armazenado é realizada através de tanques, é feita em duas etapas: a primeira é realizada no campo, onde se determina os volumes remanescentes no tanque, de água livre e de óleo contendo a água emulsionada, respectivamente, através da medição do nível de cada uma das fases; na segunda etapa, em laboratório quando depois de retirada a amostra do tanque, a água é separada do óleo pelo processo de aquecimento e centrifugação. Este processo de separação é realizado através de um instrumento conhecido como tubo centrífugo, onde a partir do volume de água, óleo e sedimentos existentes em seu interior determinamos o valor do BSW daquela amostra de petróleo.

O tubo centrífugo ou tubo para centrifugação, mostrado na Figura 1, é formado por um tubo cônico de vidro recozido, com dimensões entre 195 e 203 mm. Para que possamos obter uma medição de elevada exatidão por este instrumento, faz-se necessário que o mesmo esteja devidamente calibrado, visto que os resultados obtidos na análise do teor de sedimentos e água irão influenciar diretamente na determinação dos volumes líquidos reais de óleos para comercialização.



Figura 1. Tubo centrífugo para determinação do BSW em petróleo.

Vendo a necessidade da utilização de tubos centrífugos devidamente calibrados na determinação do BSW em petróleo, este trabalho teve como enfoque principal a elaboração de um procedimento de calibração da capacidade volumétrica deste tipo de vidraria, mostrando as normas que devem ser obedecidas para tal processo, as precauções a serem tomadas, o método que se deve ser utilizado, bem como as principais grandezas de influência existentes no processo.

2. Metodologia

A metodologia empregada para o desenvolvimento da pesquisa foi o levantamento da bibliografia empregada na calibração de vidraria, a partir deste estudo foi estabelecido os parâmetros a serem observados na elaboração do procedimento de calibração e na emissão do certificado tais como:

- unidades de medidas a serem utilizadas nos documentos;
- condições de referências que devem ser obedecidas para o processo de calibração;
- principais precauções a serem tomadas durante o processo,

Além dos parâmetros é descrito o método a ser utilizado e os passos a serem seguidos para efetuar a calibração do tubo centrífugo, como também a descrição das principais grandezas de influência existentes.

3. Resultados

Neste tópico serão mostrados todas as informações a serem consideradas na elaboração de um procedimento e de certificado de calibração de capacidade volumétrica de vidraria utilizada na indústria do petróleo.

3.1. Documentos Utilizados Como Referência Bibliográfica para a Elaboração do Procedimento

Os documentos utilizados como referência para a elaboração de um procedimento de calibração da capacidade volumétrica do tubo centrífugo são mostrados a seguir:

- o Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição. 3º ed. Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003.
- o Norma NBR 11588 (MB 3119). Vidraria volumétrica de laboratório - Métodos de aferição da capacidade e de utilização (Setembro/1989).
- o Norma NIE-DIMEL 043. Cálculo da incerteza de medição na calibração de medidas materializadas de volume pelo método gravimétrico (Agosto/2003).
- o Norma NBR ISO/IEC 17025. Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração (Janeiro/2001).
- o INMETRO. Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia. 2º ed. Brasília: SENAI/DN, 2000.

3.2. Unidades Utilizadas

As unidades de medidas adotadas no procedimento de calibração, preferivelmente devem ser:

- o Temperatura: Celsius (°C).
- o Volume: mililitros (ml).
- o Massa: grama (g).
- o Pressão: milibar (mbar).
- o Massa específica: grama por mililitro (g/ml).

3.3. Condições de Referência

As condições de referências adotadas no processo de calibração do tubo centrífugo são descritas a seguir:

- o Temperatura: o valor de referência é 20 °C, onde teoricamente, supõe-se que o instrumento a ser calibrado contém o volume nominal. Para esta condição é aceitável uma variação na temperatura da água de $\pm 0,1$ °C e para a do ambiente de 1 °C/hora durante o decorrer do processo.
- o Pressão: a pressão de operação aceita para este procedimento de calibração descrito corresponde ao intervalo de 930 a 1040 mbar.

3.4. Precauções a Serem Tomadas

- o Utilizar luvas ao manusear o material que será utilizado na calibração.
- o Os recipientes para conter e fornecer água devem estar devidamente limpos, e quando possível, fazer a utilização de etanol e insuflação de ar quente para a secagem dos recipientes. O método de limpeza de vidraria é mostrado no anexo A da norma NBR 11588 (MB3119).
- o O recipiente a ser calibrado, previamente limpo, deve ficar cheio de água pura, deionizada e destilada, até o instante da calibração.
- o Certificar-se que a balança utilizada na pesagem do instrumento a ser calibrado esteja calibrada e que a mesma possua um erro de exatidão inferior a 0,1 do limite de erro do mensurando, como também que a mesma encontre-se em uma superfície plana.
- o Certificar-se que os termômetros utilizados nas medições de temperatura possuam um limite de erro inferior a 0,1 °C.
- o Certificar-se que a variação da temperatura da água esteja dentro do permitido, ou seja, $\pm 0,1$ °C, bem como, para a temperatura ambiente que deve possuir uma variação máxima de 1 °C/hora.
- o Efetuar climatização do local de operação para estabilização térmica em um período mínimo de 3 horas.
- o Certificar-se que o barômetro utilizado na determinação da pressão atmosférica possui um limite de erro inferior a 1 mbar.
- o Ao efetuar a leitura do menisco formado no interior do instrumento a ser calibrado aconselha-se para uma melhor visualização deste, a utilização de um cartão de papel opaco atrás da coluna graduada.

3.5. Método Utilizado

Para a calibração da capacidade volumétrica o principal método utilizado é o processo gravimétrico, onde consiste em determinar o volume de água contido pelo tubo centrífugo, sendo este volume determinado através da determinação da massa usando a massa específica deste. Adotando e admitindo-se que todas as grandezas de influência existentes no processo adotem o ml como unidade de grandeza, consideramos a Equação 1 como aquela que descreve a calibração da capacidade volumétrica do tubo centrífugo.

$$V_{20} = m \times \left(\frac{1}{r_A - r_a} \right) \times \left(1 - \frac{r_a}{r_m} \right) \times [1 - g_f (t_A - 20)] \quad (1)$$

Para a Equação 1 descrita temos:

V_{20} = Volume contido pelo instrumento na temperatura de referência

m = massa do frasco com água menos a massa do frasco sem água

ρ_A = massa específica da água

ρ_a = massa específica do ar

ρ_m = massa específica do peso usado na calibração da balança

γ_f = coeficiente de expansão cúbica do tubo centrífugo

t_A = temperatura da água

3.6. Processo de Calibração

As marcações do tubo centrífugo a serem calibradas são todas aquelas até a marca de 0,5 ml; das marcas de 1 ml, 1,5 ml e 2 ml; e das marcas de 50 ml e 100 ml. Ao final do processo devem-se considerar as tolerâncias de calibração exigidas pela norma ASTM E 542, conforme mostrado na Tabela 1.

Tabela 1. Tolerância de Calibração de Tubos Centrífugos de 203 mm

Faixa (ml)	Subdivisão (ml)	Tolerância do volume (ml)
0 a 0,1	0,05	$\pm 0,02$
> 0,1 a 0,3	0,05	$\pm 0,03$
> 0,3 a 0,5	0,05	$\pm 0,05$
> 0,5 a 1,0	0,10	$\pm 0,05$
> 1,0 a 2,0	0,10	$\pm 0,10$
> 2,0 a 3,0	0,20	$\pm 0,10$
> 3,0 a 5,0	0,50	$\pm 0,20$
> 5,0 a 10	1,00	$\pm 0,50$
> 10 a 25	5,00	$\pm 1,00$
> 25 a 100	25,00	$\pm 1,00$

Devem ser seguidos os seguintes passos para a calibração das marcações do tubo centrífugo:

- o Efetuar a fixação do suporte para o instrumento na balança.
- o Realizar a tara deste suporte.
- o Derramar o volume de água existente no tubo centrífugo e realizar a secagem deste com insuflação de ar quente.
- o Fixar o tubo centrífugo no suporte.
- o Realizar a pesagem do tubo centrífugo vazio e anotar o valor indicado pela balança.
- o Após a primeira pesagem retira-se o instrumento do suporte e o fixa-o em posição vertical para enchimento.
- o Encher o instrumento de forma que a água escoe de maneira contínua e uniforme até a marcação a ser calibrada.
- o Aguardar alguns segundos para que haja o escoamento da possível água existente nas paredes internas do tubo centrífugo.
- o Realizar o ajuste até a marcação, drenando o excesso com auxílio de uma pipeta ou papel de filtro.
- o O operador da calibração deve posicionar-se de forma que seus olhos fiquem em um mesmo plano que a linha de referência a ser calibrada e em seguida deve-se realizar a leitura do menisco na base deste.
- o Fixar o tubo centrífugo, desta vez contendo o volume de água, no suporte preso à balança e anotar o valor indicado.
- o Após o registro do peso do volume de água contido no instrumento, deve-se inserir um termômetro neste para a medição da temperatura da água, como também registrar os valores da temperatura ambiente, pressão atmosférica e umidade no instante da pesagem. Sendo estes dados utilizados em cálculos subsequentes.
- o Coletar uma amostra da água utilizada na calibração para realizar a determinação da massa específica desta.
- o Realizar este processo operacional no mínimo 3 vezes para cada marcação a ser calibrada, no intuito de obtermos uma média e desvio-padrão para a determinação do volume contido para tal marcação.
- o Elaborar a planilha de cálculo da incerteza no volume do tubo centrífugo.
- o Emitir o certificado de calibração deste instrumento.

3.7. Principais Fontes de Incertezas do Processo de Calibração Pelo Método Gravimétrico

No processo de calibração da capacidade volumétrica de vidrarias pelo método gravimétrico várias são as contribuições das grandezas de influência na incerteza final do instrumento, sendo assim faz-se necessário que o operador responsável pelo serviço de calibração conheça bem quais são estas influências no intuito de tentar minimizar os efeitos gerados por estes e quantificá-los para que desta maneira seja garantida a elevada exatidão de medição do tubo centrífugo. Dentre as inúmeras grandezas existentes, destacam-se os efeitos gerados pela repetitividade na

determinação do volume contido no instrumento, contribuições de massa (incerteza da balança e resolução desta), incerteza na determinação da massa específica da água utilizada no processo de calibração, incerteza na determinação da massa específica do ar, incerteza gerada pela dúvida no coeficiente de expansão volumétrica do tubo centrífugo, bem como pela incerteza do termômetro utilizado na determinação da temperatura da água de operação.

3.8. Certificado de Calibração

Como finalização do processo de calibração do tubo centrífugo é realizada a emissão do certificado de calibração deste instrumento, tal documento constando todas as informações referentes a aparelhos utilizados, método de calibração, parâmetros considerados e resultados obtidos durante a calibração. Na Tabela 2 podemos observar um modelo de certificado de calibração.

Tabela 2. Certificado de calibração de Tubo Centrífugo de 203 mm.

<u>CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N° XXXXXX/05</u>				
SOLICITANTE: CEFET-RN				
ENDEREÇO: Natal				
CEP : 00000-000				
<u>DESCRIÇÃO DO INSTRUMENTO</u>				
OBJETO DA CALIBRAÇÃO: Tubo centrífugo		CAPACIDADE NOMINAL: 100 ml		
FABRICANTE:				
CLASSIFICAÇÃO:		TOLERÂNCIA: Conforme Item 3.6 deste trabalho		
<u>INSTRUMENTOS UTILIZADOS PARA A CALIBRAÇÃO</u>				
INSTRUMENTO	MARCA	CERTIFICADO N°	DATA CALIBRAÇÃO	VALIDADE
Balança				
Termômetro				
Picnomêtro				
Termo-higrógrafo				
Barômetro				
<u>GENERALIDADES</u>				
DATA DA CALIBRAÇÃO:				
LOCAL DA CALIBRAÇÃO: Laboratório de volumetria do CEFET-RN				
PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO UTILIZADO: REDE10/05 - 001				
DESCRIÇÃO: A calibração foi efetuada pelo método gravimétrico, cujo procedimento é baseado nas Normas NBR 11588/89. Os resultados obtidos são referentes à média de três determinações.				
<u>PARÂMETROS UTILIZADOS</u>				
TEMPERATURA AMBIENTE (°C)	TEMPERATURA DA ÁGUA (°C)	MASSA ESPECÍFICA DA ÁGUA (g/ml)	UMIDADE RELATIVA DO AR (%)	PRESSÃO BAROMÉTRICA (mbar)
20				
<u>RESULTADOS OBTIDOS</u>				
VOLUME NOMINAL (ml)	VOLUME MEDIDO (ml)	ERRO	INCERTEZA	FATOR DE ABRANGÊNCIA (k)
0,1	0,11	-0,01	0,005	2,0
0,2	0,21	-0,01	0,005	2,1
0,3	0,33	-0,03	0,005	2,0
0,4	0,45	-0,05	0,005	2,0
0,5	0,54	-0,04	0,005	2,0
1	1,08	-0,08	0,005	2,0
1,5	1,55	-0,05	0,005	2,0
2,0	2,1	-0,1	0,005	2,0
50	50,8	-0,8	0,005	2,0
100	100,25	-0,25	0,005	2,0
<u>Observações:</u>				
1-Incerteza Expandida declarada como incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência "k", com probabilidade de abrangência de aproximadamente 95,45%.				
2- Este certificado tem significado restrito e diz respeito tão somente ao objeto calibrado, descrito nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer outros, mesmo similares.				
3- Sua reprodução só poderá ser total e depende da aprovação formal deste laboratório.				

4- Os resultados mostrados neste modelo são meramente ilustrativos.

R. S. P.
Responsável Técnico

4. Conclusão

Foi observado com a realização deste trabalho que é de grande importância para as empresas da indústria do petróleo possuir instrumentos devidamente acurados e calibrados, pois desta forma garante-se uma elevada exatidão na medição realizada.

No que se diz à vidraria volumétrica utilizada neste setor, em especial o tubo centrífugo, viu-se que é de extrema necessidade ter-se tal instrumento devidamente calibrado, visto que, os resultados indicados por este geram influência direta no cálculo do volume total produzido de petróleo por cada campo produtor.

No decorrer dos estudos para a elaboração do procedimento de calibração da capacidade volumétrica de vidraria aplicada à indústria do petróleo, viu-se que o processo gravimétrico possui várias grandezas de influências que podem vir a comprometer a obtenção de um tubo centrífugo de elevada exatidão de medição. Dentre estas grandezas destacam-se as influências geradas pela determinação da massa específica da água e do ar, bem como a má limpeza do instrumento a ser calibrado que ocasiona a modificação do menisco formado no interior do tubo centrífugo gerando assim um erro de leitura por parte do operador da calibração.

A implantação de tal procedimento de calibração no laboratório de volumetria do Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte (CEFET-RN) possui certa importância para a indústria do petróleo, principalmente para os laboratórios de análises da região RN/CE, pelo fato de garantir a prestação do serviço de calibração para tais, sem que haja a necessidade de um grande deslocamento destes instrumentos para outras regiões do país.

5. Agradecimentos

Este trabalho foi realizado como parte do projeto de pesquisa “Incerteza de Medição de Petróleo e Gás Natural”, participante da Rede de Instrumentação e Controle (Rede 10/05). Os autores agradecem à Finep, pelo apoio financeiro, e ao CNPq, pela bolsa concedida aos estudantes Jeffersson Fernandes de Lima e Alberto Kennedy de Almeida Medeiros, o que foi essencial para realização deste trabalho.

6. Referências

- ANP/INMETRO. Regulamento técnico da medição de petróleo e gás natural. Portaria Conjunta nº 01. 2000
- INMETRO. Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição. 3º ed. Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003.
- LIMA, J. F., MEDEIROS, A. K. A., MEDEIROS, G. G., SILVA Jr, N. F. S., FELIPE, R. N. B., FELIPE, R. C. T. S. Parâmetros para calibração de tubos centrífugos usados na determinação do BSW em petróleo. Artigo publicado nos Anais do IV Congresso Latino-Americano de Metrologia, Foz do Iguaçu - PR, Brasil, 2004.
- LINK, Walter. Tópicos Avançados da Metrologia Mecânica. 1º ed. Rio de Janeiro: INMETRO, 2000.
- LIRA, F. A. Metrologia na Indústria. São Paulo: Érica, 2001.
- N. R. V. Santos, R. N. B. Felipe, G. G. Medeiros, R. C. T. S. Felipe, N. F. Silva Jr. Medição de petróleo em tanque – estudo da incerteza envolvida na determinação do BSW. Artigo publicado nos Anais do III Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Belém – PA, 2004.
- Norma NBR 11588 (MB 3119). Vidraria volumétrica de laboratório - Métodos de aferição da capacidade e de utilização (Setembro/1989).
- NBR 14647. Produtos de petróleo – Determinação da água e sedimentos em petróleo e óleos combustíveis pelo método de centrifugação. (Março/2001).
- Norma NIE-DIMEL 043. Cálculo da incerteza de medição na calibração de medidas materializadas de volume pelo método gravimétrico (Agosto/2003).
- Thomas, J. E. et al. Fundamentos de engenharia de petróleo. Rio de Janeiro: Interciência, 2001.