

8º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

Obtenção de emulsões asfálticas: avaliação de fatores associados ao processo de emulsificação

AUTORES:

Petrúcia Karine Santos de Brito, Davi Figueiredo de Carvalho, Valdeir Lira Pessoa e Silva, Maria Carlenise Paiva de Alencar Moura, Tereza Neuma de Castro Dantas

INSTITUIÇÃO:

Universidade Federal do Rio Grande do Norte
UFRN/PPGEQ – Campus Universitário – 59.072-970 – Natal/RN, Brasil
E-mail: petruciakarine@hotmail.com; carlenise@eq.ufrn.br

Este Trabalho foi preparado para apresentação no 8º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás - 8º PDPETRO, realizado pela Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás - ABPG, no período de 20 a 22 de outubro de 2015, em Curitiba/PR. Esse Trabalho foi selecionado pelo Comitê Científico do evento para apresentação, seguindo as informações contidas no documento submetido pelo(s) autor(es). O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pela ABPG. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões da Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás. O(s) autor(es) tem conhecimento e aprovação de que este Trabalho seja publicado nos Anais do 8º PDPETRO.

OBTENÇÃO DE EMULSÕES ASFÁLTICAS: AVALIAÇÃO DE FATORES ASSOCIADOS AO PROCESSO DE EMULSIFICAÇÃO

Abstract

The purpose of this research was to lay down stable asphaltic emulsions (AEs) and evaluate qualitatively the following factors: emulsification temperature, processing time and amount of surfactant. A experimental design (2³) was used as tool to direct the study and reduce the time and the number of steps required to characterize the AEs. Were obtained 11 (eleven) AEs that were characterized by Saybolt Furol Viscosity, evaporation residue and sedimentation, according to the approved specific technical standard. The most stable formulation was estimated by statistical evaluation. In relation to the viscosity, all AEs showed values with the specification. However, an increase in viscosity was observed with increasing the amount of surfactant and with decreasing the process the process temperature. About to evaporation residue, all showed values below the minimum value established by the standard. Finally, sedimentation results showed 05 (five) unstable AEs. A decrease in process time and an increase in the amount of surfactant favored to obtain more stable AEs was noticed. This research concluded that it is possible to obtain stable AEs in the following operating conditions: emulsification temperature by 80 °C, process time by 10 minutes and 1 % (wt.) by surfactant.

Keywords: asphalt, asphaltic emulsions, experimental design, stability

1. Introdução

Emulsões asfálticas (EAs) têm sua aplicação voltada, principalmente, para revestimentos impermeabilizantes e para pavimentação de rodovias. Por se tratar de um produto aplicado a frio, a emulsão asfáltica não necessita de aquecimento, o que reduz os custos com o seu transporte e armazenamento (BRASQUÍMICA, 2014; CORREIA, 2010).

Emulsão asfáltica é um sistema formado pela dispersão de uma fase asfáltica em uma fase aquosa ou vice-versa (DNIT, 2013), sob forte agitação e na presença de um tensoativo, que garanta uma estabilidade mínima para que esse sistema se mantenha aparentemente homogêneo por longos períodos (TORRES, 2013; MYERS, 2006; SCHARAMM, 2005).

A formulação de emulsões asfálticas estáveis demanda um grande número de ensaios a fim de verificar os fatores mais significativos em seu processo de obtenção. Através de um planejamento fatorial 2ⁿ são escolhidos dois níveis para cada fator, de modo que sejam realizados experimentos em todas as suas combinações possíveis. Dessa forma, é possível investigar os efeitos de *n* fatores sobre o processo, minimizando o tempo e trabalho necessários, a qualidade do produto resultante, o custo e a faixa operacional do processo (RODRIGUES & IEMMA, 2005).

Em um estudo preliminar verificou-se que algumas variáveis, tais como a quantidade de tensoativo (0,3% - 3,0%) e a metodologia de adição das fases, influenciavam na viscosidade, entre outros ensaios de caracterização das EAs obtidas (BRITO et al., 2014). Nesse estudo foram avaliados os fatores temperatura e tempo de emulsificação e quantidade de tensoativo, cada um em dois níveis predefinidos e escolhidos com base em formulações desenvolvidas por Lima (2012) e Torres (2013). O intuito foi de analisar os efeitos de tais fatores sobre a viscosidade, o resíduo por evaporação e a sedimentação de cada emulsão obtida e, conseqüentemente, estimar as melhores condições para a obtenção de EAs mais estáveis.

2. Metodologia

O principal objetivo desse trabalho foi formular emulsões asfálticas e avaliar a influência dos fatores temperatura de emulsificação, tempo de processo e quantidade de tensoativo na estabilidade dessas emulsões.

2.1. Materiais

Foram utilizados os seguintes materiais e reagentes: água corrente, tensoativo, ácido e aditivo na composição da fase aquosa, cimento asfáltico de petróleo (CAP) e solvente na composição da fase asfáltica. Os equipamentos utilizados foram: banho-maria adaptado para aquecer o CAP, moinho coloidal encamisado e adaptado para produzir EAs em escala laboratorial, termômetro analógico, balança digital, viscosímetro Saybolt Furol, chapa aquecedora, béqueres, bastões de vidro e funis de decantação.

2.2. Planejamento experimental

Um planejamento fatorial completo 2^3 com três repetições no ponto central foi elaborado para estudar os fatores (A, B e C) que exercem maior influência sobre as respostas: viscosidade (R1), resíduo por evaporação (R2) e sedimentação (R3). Não houve variação na composição da fase asfáltica, porém a composição da fase aquosa variou de acordo com as quantidades de tensoativo utilizadas. A matriz codificada do planejamento experimental, contendo os fatores e os seus respectivos níveis escolhidos, foi construída utilizando o software Statistica 7.0, conforme Calado e Montgomery (2003), e apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Matriz do planejamento fatorial 2^3 com repetições no ponto central

Fatores	Níveis		
	-1	0	+1
A: Temperatura (°C)	80	90	100
B: Tempo (min.)	10	15	20
C: Tensoativo (%)	0,3	1	1,7
Ensaios	A	B	C
EA1	-1	-1	-1
EA2	+1	-1	-1
EA3	-1	+1	-1
EA4	+1	+1	-1
EA5	-1	-1	+1
EA6	+1	-1	+1
EA7	-1	+1	+1
EA8	+1	+1	+1
EA9	0	0	0
EA10	0	0	0
EA11	0	0	0

2.3. Obtenção e caracterização das emulsões asfálticas

As EAs foram preparadas com base na mesma metodologia seguida por Lima (2012) e os ensaios experimentais de caracterização executados conforme as NBRs recomendadas pela Norma DNIT 165/2013. Para cada ensaio foram preparadas, separadamente, as fases aquosa e asfáltica, com

composições mássicas (%) predefinidas. As respectivas fases foram previamente aquecidas a 60 °C e 100 °C, sendo a fase asfáltica introduzida no moinho coloidal (Figura 1) imediatamente após a adição da fase aquosa e de forma contínua. Completada a adição das fases, o sistema permaneceu sob agitação nas condições definidas pela matriz do planejamento para cada ensaio.



Figura 1. Moinho coloidal

Os ensaios de caracterização das EAs realizados foram: viscosidade Saybolt Furol (VSF) a 50 °C (NBR 14491/2000), resíduo por evaporação (NBR 14376/2007) e sedimentação (NBR 6570/2010).

2.3.1. Determinação da VSF a 50 °C

Para a determinação da VSF uma amostra de emulsão asfáltica escoou em fluxo contínuo, através de um orifício de dimensões padronizadas (orifício Furol), quando as temperaturas do banho do viscosímetro e da emulsão atingiram 50 °C. O tempo, em segundos, necessário para a amostra atingir a marcação de 60 mL no frasco receptor indicou o resultado, que foi expresso em Segundos Saybolt Furol (SSF).

2.3.2. Determinação do resíduo por evaporação

O resíduo por evaporação foi determinado aquecendo uma amostra de emulsão reservada em chapa aquecedora e agitação constante, até a total evaporação da água e do solvente.

A massa inicial do conjunto (recipiente + bastão) e do conjunto com a amostra foi anotada no início do experimento, sendo o ensaio interrompido quando o conjunto com o resíduo asfáltico atingiu uma massa constante entre as pesagens. Os resultados, expressos em percentual de resíduo asfáltico, foram determinados pela Equação 1.

$$\text{Resíduo (\%)} = \frac{C-A}{(B-A)} \times 100 \quad (1)$$

Onde:

A é a massa do conjunto de ensaio;

B é a massa do conjunto de ensaio e amostra;

C é a massa do conjunto de ensaio e resíduo asfáltico.

2.3.3. Determinação da sedimentação

Por fim, o ensaio de sedimentação foi determinado pela diferença entre os resíduos asfálticos das amostras de topo e de fundo (Equação 2), em percentual. Foi utilizada a Equação 1 para determinação dos resíduos de topo e de fundo.

$$\text{Sedimentação (\%)} = F - T \quad (2)$$

2.4. Análises estatísticas

As análises estatísticas foram executadas no software Statistica 7.0. A Equação 3 apresenta, de forma geral, o cálculo de efeitos principais e de interação (y_{ij}):

$$y_{ij} = \left(\frac{\sum R_+}{\sum n_+} \right) - \left(\frac{\sum R_-}{\sum n_-} \right) \quad (3)$$

Onde i representa cada fator ou interação entre os fatores estudados, j representa cada resposta avaliada, R_+ as respostas dos respectivos níveis positivos (n_+) e R_- as respostas dos respectivos níveis negativos (n_-).

3. Resultados e Discussão

Os resultados de caracterização quanto à viscosidade (R_1), resíduo por evaporação (R_2) e sedimentação (R_3) das EAs obtidas estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Resultados dos ensaios de caracterização das EAs

Ensaio	R_1 (SSF)	R_2 (%)	R_3 (%)
EA1	47	50,4	11,1
EA2	23	50,9	0,8
EA3	44	47,7	34,2
EA4	28	46,2	40,2
EA5	105	52,3	3,5
EA6	75	53,9	2,2
EA7	94	50,5	1,0
EA8	31	48,8	11,7
EA9	57	53,2	4,7
EA10	67	49,4	5,6
EA11	53	51,8	2,7

3.1. Viscosidade Saybolt Furol (R_1)

Todas as EAs apresentaram resultados para a resposta R_1 de acordo com a Norma DNIT 165/2013, variando entre 23 e 105 SSF, conforme a Tabela 2. Segundo essa norma, as EAs que apresentam viscosidade entre 20 SSF e 200 SSF são classificadas como EAs de ruptura média 1C (RM-1C). É possível visualizar na Figura 2 o Diagrama de Pareto, indicando que para a resposta R_1 apenas os fatores temperatura e tensoativo, ao nível de confiança de 95% ($p < 0,05$; $R^2 = 0,982$).

A diminuição da temperatura do processo e o aumento da quantidade de tensoativo resultaram em aumento da viscosidade das EAs obtidas. Portanto, para a viscosidade o efeito da temperatura foi

negativo, enquanto que o efeito do tensoativo foi positivo, e não foram identificados efeitos de interação entre os fatores ao nível de confiança de 95%.

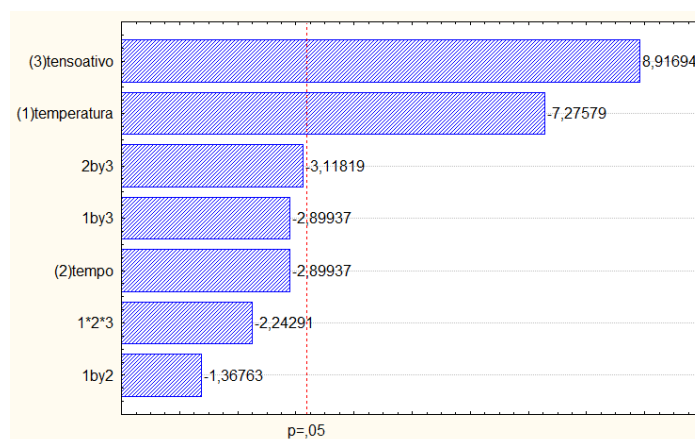


Figura 2. Diagrama de Pareto para R_1

3.2. Resíduo por evaporação (R_2)

De acordo com os resultados R_2 mostrados na Tabela 2, todas as EAs apresentaram resíduo asfáltico abaixo do mínimo exigido pela Norma DNIT 165/2013, que é de 62% para EAs de RM-1C. Esse resultado já era esperado, como consequência da quantidade de CAP prefixada na formulação das EAs do planejamento proposto. O Diagrama de Pareto da Figura 3 mostra que nenhum dos fatores estudados apresentou efeito significativo para a resposta R_2 , ao nível de confiança de 95% ($p < 0,05$).

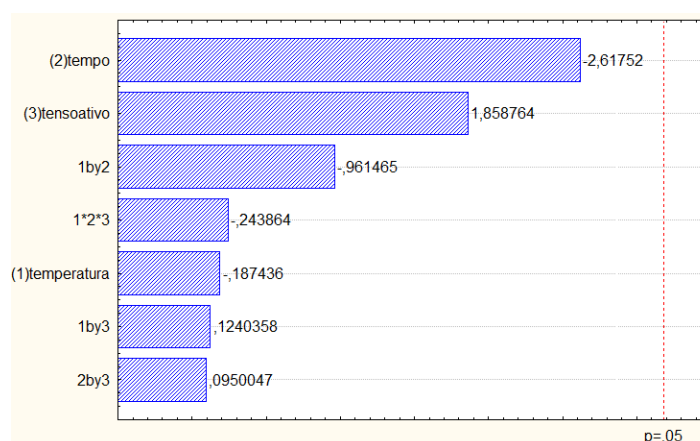
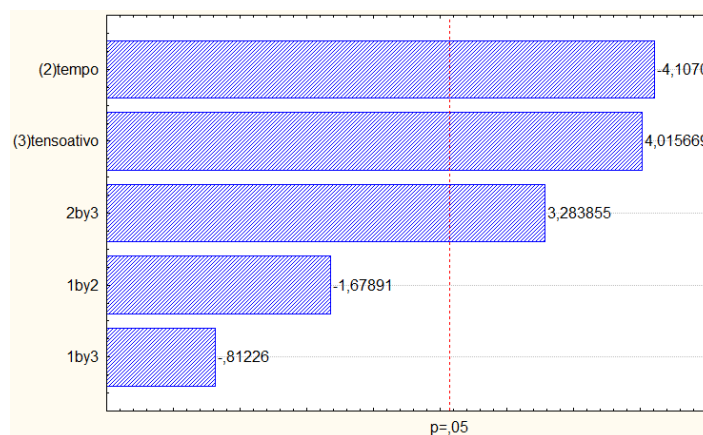


Figura 3. Diagrama de Pareto para R_2

Isso sugere que a quantidade de CAP utilizada na obtenção de EAs é um fator determinante no percentual de resíduo obtido.

3.3. Sedimentação (R_3)

Os resultados de R_3 apresentados na Tabela 2 apontaram cinco EAs instáveis, isto é, com valores superiores ao estabelecido pela Norma DNIT 165/2013, que é de até 5%. De acordo com o Diagrama de Pareto da Figura 4, o fator tempo apresentou efeito significativo antagônico em relação à sedimentação, isto é, a diminuição do tempo de processo favoreceu a obtenção de EAs mais estáveis. Porém, ao ignorar o efeito da temperatura e o efeito de interação entre os três fatores (temperatura, tempo e teor de tensoativo), foram observados efeitos significativos e positivos, tanto para o fator tensoativo quanto para o fator de interação tempo x tensoativo.

Figura 4: Diagrama de Pareto para R_3

A análise estatística dos resultados de sedimentação foi realizada ao nível de significância de 95% ($p < 0,05$; $R^2 = 0,904$).

4. Conclusões

De forma geral, pode-se concluir que os três fatores estudados influenciaram no processo para a obtenção de emulsões asfálticas (EAs) mais estáveis. Os efeitos desses fatores não foram significativos, ao nível de confiança de 95%, apenas para o resíduo por evaporação, indicando que a quantidade de CAP da formulação é o fator determinante para essa resposta. EAs estáveis podem ser obtidas trabalhando com os menores níveis de temperatura e de tempo, e com quantidade de tensoativo próximo ao valor médio entre os níveis predefinidos no planejamento fatorial proposto. Do ponto de vista econômico, o resultado desse trabalho é positivo e promissor quanto à redução nos custos e no tempo de produção de EAs.

Agradecimentos

Os autores agradecem aos laboratórios do NUPEG e LTT pela infraestrutura disponibilizada para a execução dos experimentos e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa concedida à mestranda envolvida na pesquisa.

Referências Bibliográficas

- ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). NBR 14491: Emulsões asfálticas – Determinação da viscosidade Saybolt Furol. Rio de Janeiro, 2000 (válida a partir de 29.05.2000).
- _____. NBR 6570: Emulsões asfálticas – Determinação da sedimentação e estabilidade à estocagem. Rio de Janeiro, 2010 (válida a partir de 05.02.2010).
- _____. NBR 14376: Emulsões asfálticas – Determinação do resíduo asfáltico por evaporação – Método expedito. Rio de Janeiro, 2007 (válida a partir de 02.05.2007).
- BRASQUÍMICA. Informações técnicas: emulsões asfálticas para pavimentação. Disponível em <http://www.brasquimica.com.br/informacoes-tecnicas/prg_pub_det.cfm/emulsoes-asfalticas-para-pavimentacao> Acesso em: 10 fevereiro 2014.

BRITO, P.K.S.; Silva, V. L. P.; Moura, M. C. P. A.; Barros Neto, E. L.; Dantas, T. N. C. Estudos preliminares para a obtenção de uma emulsão asfáltica modificada com óleo lubrificante usado ou contaminado (OLUC). Anais do 54º Congresso Brasileiro de Química, Natal, RN, 2014. ISBN 978-85-85905-10-1

CALADO V.; MONTGOMERY, D.. *Planejamento de Experimentos Usando o Statistica*. 1ª Ed., EPapers, Rio de Janeiro, 2003.

CORREIA, Natália S. Comportamento de geotêxteis não tecidos impregnados com emulsão asfáltica usados como sistema anti-reflexão de trincas. 2010. 131f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Departamento de Geotecnia, Programa de Pós-Graduação em Geotecnia e Área de Concentração em Geossintéticos, Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos.

DNIT (Departamento Nacional de Infra-estrutura de Transportes). Instituto de Pesquisas Rodoviárias (IPR). Norma DNIT 165/2013 - EM: Emulsões asfálticas para pavimentação – Especificação de material. Rio de Janeiro, 2013.

LIMA, Cristian K. M. Obtenção de emulsões asfálticas modificadas utilizando resíduos industriais. 2012. 134f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

MYERS, Drew. *Surfactant science and technology*. 3. ed. New Jersey: John Wiley, 2006.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F.. *Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos*. 1ª Ed., Casa do Pão Editora, Campinas, 2005.

SCHARAMM, Laurier L.. *Emulsions, foams and suspensions: Fundamentals and applications*. Weinheim: Wiley-VCH, 2005.

TORRES, J. C. L. Obtenção de emulsões asfálticas convencionais e modificadas com argilas e nanoargilas. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.