



DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA MEDIDAS DE ATIVIDADE
TOTAL DE AMOSTRAS DE ÓLEO MARCADO COM ^{198}Au

Eduardo Ramos Gonçalves

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Nuclear, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Nuclear.

Orientadores: Verginia Reis Crispim

Luís Eduardo Barreira Brandão

Rio de Janeiro

Abril de 2013

DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA MEDIDAS DE ATIVIDADE
TOTAL DE AMOSTRAS DE ÓLEO MARCADO COM ^{198}Au

Eduardo Ramos Gonçalves

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA NUCLEAR.

Examinada por:

Prof^ª. Verginia Reis Crispim, D.Sc.

Dr. Luís Eduardo Barreira Brandão, D.Sc.

Prof. Ademir Xavier da Silva, D.Sc.

Dr. Cesar Marques Salgado, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

ABRIL DE 2013

Gonçalves, Eduardo Ramos

Desenvolvimento de Metodologia para Medidas de
Atividade Total de Amostras de Óleo Marcado com ¹⁹⁸
Au/ Eduardo Ramos Gonçalves. – Rio de Janeiro:
UFRJ/COPPE, 2013.

XIII, 62 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Verginia Reis Crispim

Luís Eduardo Barreira Brandão

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa
de Engenharia Nuclear, 2013.

Referências Bibliográficas: p. 59-62.

1. Radiotraçador. 2. Contagem Total. 3. Petróleo. I.
Crispim, Verginia Reis *et al.* II. Universidade Federal
do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia
Nuclear. III. Título.

Dedico este trabalho aos meus pais, que, desde cedo, mostraram a importância do conhecimento e incentivaram, a mim e aos meus irmãos, a buscá-lo.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, que em sua infinita misericórdia devo minha vida, orientação e proteção.

A minha orientadora, Prof^a. Verginia Reis Crispim, pelo companheirismo, atenção, compreensão, apoio, confiança, empenho, orientação na realização deste trabalho.

Ao pesquisador Brandão, pela confiança e apoio, e pela sua generosidade em compartilhar os seus inestimáveis conhecimentos e propiciar entusiasmadas discussões técnicas.

A minha esposa Lilia, pela presença, compreensão e parceira em mais essa jornada.

A minha mãe, que permitiu que eu desfrutasse dos seus cuidados, atenção, amor e carinho desde minha tenra idade.

Aos meus amados familiares e amigos pelo carinho, incentivo e compreensão pelas minhas constantes ausências.

Ao Prof. Marcelo Oliveira Pereira, por apresentar e incentivar meu ingresso no Programa de Engenharia Nuclear.

Ao Instituto de Engenharia Nuclear/CNEN e seus funcionários, principalmente à Ana Cristina, Bira, César, Eder, Luciana e Rosangela, à equipe de operação do Reator Argonauta, em especial: Carlos A. C. Renke, Francisco J. de O. Ferreira e a Rosilda Maria Gomes de Lima pela preparação do ¹⁹⁸Au.

Aos professores do Programa de Engenharia Nuclear da COPPE/UFRJ pela oportunidade e confiança para o desenvolvimento deste trabalho.

À Josevalda L. Noronha, Liliane Oliveira da Rocha, Reginaldo Baptista de Oliveira, Tânia R. M. Moraes, Washington Luiz dos Santos, e a toda equipe administrativa do PEN/COPPE/UFRJ.

Aos ex-alunos do PEN/COPPE/UFRJ que, por meio das suas pesquisas, artigos, dissertações e teses, forneceram dados fundamentais para a realização deste trabalho.

A todos os membros da banca examinadora deste trabalho, por terem aceitado o convite para avaliar esta dissertação.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro a esta pesquisa.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desse trabalho

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA MEDIDAS DE ATIVIDADE
TOTAL DE AMOSTRAS DE ÓLEO MARCADO COM ^{198}Au

Eduardo Ramos Gonçalves

Abril/2013

Orientadores: Verginia Reis Crispim

Luís Eduardo Barreira Brandão

Programa: Engenharia Nuclear

A utilização de radiotraçadores em instalações industriais destinadas ao transporte e processamento de petróleo permite aferir medidores de vazão, medir o tempo médio de residência em colunas de craqueamento, localizar pontos de obstruções e de vazamentos em dutos subterrâneos, assim como, investigar o comportamento do escoamento ou de processos industriais. Montou-se um sistema de transporte de fluido viscoso, com quatro linhas de tubo de PVC com 13 m e bitolas de $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$, 1 e 2 polegadas, respectivamente, interconectadas por válvulas de manobra, destinado à simulação de diferentes condições de vazão e à análise dos perfis fluxo horizontal e ascendente. Com a técnica de Contagem Total mediu-se vazão de derivados de petróleo empregando-se cinco ml (250 kBq) de óleo marcado com ^{198}Au . Utilizou-se detectores cintilador NaI 2"x 2 para se detectar a nuvem radioativa na linha, determinar o fator de calibração F e medir a atividade total. Embora a vazão medida pela técnica apresentasse uma excelente reprodutibilidade, os dados registrados mostraram incertezas em torno de 10% e grande discrepância com o medidor mecânico.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

DEVELOPMENT OF METHODOLOGY FOR MEASURING TOTAL ACTIVITY OF
SAMPLES WITH ^{198}Au MARKED OIL

Eduardo Ramos Gonçalves

April/2013

Advisors: Verginia Reis Crispim

Luís Eduardo Barreira Brandão

Department: Nuclear Engineering

The use of radiotracers in oil transport and processing industrial facilities allows calibrating flowmeters, measuring mean residence time in cracking columns, locate points of obstruction or leak in underground ducts, as well as investigating flow behavior or industrial processes. A viscous fluid transport system was assembled, composed by four PVC pipelines with 13m length and $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$, 1 and 2-inch gauges, respectively, interconnected by maneuvering valves. This system was used to simulate different flow conditions and studies of flow profile in the horizontal and upward directions. Using Total Count technique, flow of oil compounds was measured by injecting five ml (250 kBq) of ^{198}Au marked oil. A NaI scintillation detector 2"x 2" was used to detect the radioactive cloud, determine the calibration factor F and measure total activity. Although the flows measured by technique showed excellent reproducibility, data registered showed inaccuracies around 10% and large discrepancy with data concerning mechanical meter.

SUMÁRIO

CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO	01
I.1 – Generalidades	01
I.2 – Objetivo	04
I.3 – Revisão bibliográfica	05
CAPÍTULO II – FUNDAMENTOS TEÓRICOS	12
II.1 – Medidas de vazão na indústria de petróleo	12
II.1.1 – Tipos de vazão de um fluido escoando em tubulações	12
II.1.2 – Medidores de vazão para petróleo e derivados	14
II.2 – Traçadores radioativos na indústria de petróleo	16
II.3 – Funções distribuição do tempo de residência	19
II.4 – Técnicas de medidas de vazão usando radiotraçadores	20
II.4.1 – Medido da vazão pela técnica da Injeção Contínua.	21
II.4.2 – Medida da vazão pela técnica do Transiente do Tempo.	22
II.4.3 – Medida da vazão pela técnica da Contagem Total.	24
CAPÍTULO III – MATERIAIS E MÉTODOS	29
III.1 – Montagem das linhas de transporte	29
III.1.1 – Sistema de injeção	31
III.1.2 – Sistema de pressurização da linha de transporte	31
III.1.3 – Material transportado	31
III.2 – Sistemas de Detecção da Radiação	32
III.2.1 – Curva característica dos detectores Cintiladores	33
III.2.2 – Curva de eficiência dos detectores Cintiladores (NaI)	34
III.2.3 – Análise do espectro registrado pelo sistema de aquisição pela contagem no fotopico	36
III.3 – Marcação do óleo	37
III.4 – Determinação da atividade total das amostras	37
III.5 – Determinação do fator de calibração F	38

III.6 – Determinação da região do fotopico na energia de 411,8 keV dos Raios gamas emitido pelo ^{198}Au	39
III.7 – Registro de dados experimentais para a medida da vazão	39
CAPÍTULO IV – RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
IV.1 – Caracterização dos detectores cintiladores (NaI)	41
IV.2 – Curvas de eficiência dos detectores	43
IV.3 – Determinação da atividade	48
IV.4 – Determinação da janela para a energia do fotopico de 411,8 keV relativo ao ^{198}Au	48
IV.5 – Determinação do fator de calibração, F, para emprego da técnica de Contagem Total	49
IV.6 – Medida de vazão de derivados de petróleo	51
IV.6.1 – Medida de vazão empregando-se um medidor mecânico	51
IV.6.2 – Medida de vazão através do uso da técnica de Transiente de Tempo	54
IV.6.3 – Medida de vazão através do uso da técnica de Contagem Total	55
CAPÍTULO V – CONCLUSÕES E SUGESTÕES	57
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	59

LISTA DE FIGURAS

Figura II.1 – Depósito de incrustação dentro de um duto de escoamento de petróleo	01
Figura II.1 – Localização adequada do ponto de medida a partir do ponto de injeção do radiotraçador	21
Figura II.2 – Diagrama esquemático para obtenção de medidas pela Técnica Transiente de Tempo	22
Figura II.3 – Diagrama esquemático para obtenção de medidas pela Técnica de Contagem Total	24
Figura III.1 – Linhas de transporte para compostos orgânicos instaladas no laboratório	29
Figura III.2 – Sistema de injeção do radiotraçador na linha de transporte	30
Figura III.3 – Diagrama esquemático do conjunto eletrônico de módulos de instrumentos utilizados nos experimentos	33
Figura III.4 – Diagrama esquemático do conjunto eletrônico de módulos de instrumentos utilizados na detecção das atividade das amostras	33
Figura III.5 – Separação do fotopico 1274,5 keV do radioisótopo ^{22}Na	36
Figura III.6 – Aparato experimental construído para a determinação do fator de calibração F	38
Figura IV.1 – Curvas características dos detectores: (a) detector contador, (b) detector 1, (c) detector contagem total	42
Figura IV.2 – Espectros de emissão gama das fontes radioativa utilizadas: (a) ^{241}Am , (b) ^{60}Co , (c) ^{152}Eu	44
Figura IV.3 – Espectros de emissão gama das fontes radioativa utilizadas: (d) $^{166\text{m}}\text{Ho}$, (e) ^{22}Na e (f) ^{137}Cs	45
Figura IV.4 – Curva de eficiência do detector contador	46
Figura IV.5 – Curva de eficiência do detector empregado para contagem total	47
Figura IV.6 – Gráfico TENSÃO x CPS referente ao fotopico de 411,8 keV de energia do ^{198}Au	49

Figura IV.7 – Taxas de contagem de pulsos registradas em função das injeções do radiotraçador para a determinação do fator F	50
Figura IV.8 – Taxas de contagem registradas durante a sexta injeção do radiotraçador para a determinação do fator F	50
Figura IV.9 – Curva de correspondência entre as concentrações injetadas de radiotraçador e as taxas de contagem de radiotraçador para determinação do fator F	51
Figura IV.10 – Aferição do medidor mecânico pelo método volumétrico	52
Figura IV.11 – Comportamento da vazão no tempo total de aferição	54

LISTA DE TABELAS

Tabela II.1 – Radiotraçadores mais usados na indústria	18
Tabela III.1 – Características do medidor de vazão mecânico	30
Tabela III.2 – Características do óleo utilizado no experimento	32
Tabela III.3 – Fontes utilizadas para determinação da eficiência do detector	35
Tabela IV.1 – Patamar, ponto de operação e resolução dos conjunto de detecção	41
Tabela IV.2 – Medidas referentes ao fator geométrico F_g do conjunto de detecção da contagem total	43
Tabela IV.3 – Parâmetros referentes à eficiência do conjunto de detecção empregados na medida da atividade	46
Tabela IV.4 – Parâmetros de ajuste referentes à determinação da eficiência do conjunto de detecção da contagem total	47
Tabela IV.5 – Comparação entre as atividades	48
Tabela IV.6 – Valores das atividades injetadas	48
Tabela IV.7 – Variação da vazão registrada por medidor mecânico durante os experimentos	52
Tabela IV.8 – Dados da aferição do medidor mecânico pelo método volumétrico	53
Tabela IV.9 – Medidas da vazão pela técnica de Transiente de Tempo	54
Tabela IV.10 – Medidas da vazão pela técnica de Contagem Total	55

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

I.1 – Generalidades.

A formação de jazidas de petróleo ocorre, quando um relevante volume de material orgânico de qualidade propícia um acumulado decorrente da deposição de determinadas rochas sedimentares, que, sobre condições específicas de pressão e temperatura, formam quatro elementos geológicos distintos, a saber: rocha geradora matura, rocha-reservatório, rocha selante e trapa. Esses elementos, aliados aos fenômenos geológicos, como migração e sincronismo, reúnem as condições imperativas para o surgimento de reservatórios de petróleo (MILANI et al, 2001).

O processo de extração de petróleo consiste da perfuração de poços em jazidas, onde parte deles tem a função de injeção de água no sentido de controlar a pressão e a temperatura do reservatório e outros, a função de escoamento. Nos dutos de escoamentos são transportados não só petróleo, mas, também, materiais variados, em fluxos multifásicos, principalmente, do tipo gás natural-petróleo-água-sedimentos. Em determinadas condições, a água injetada pode reagir, num processo físico-químico, com o meio, ocasionando o surgimento de incrustações nas paredes das tubulações e, assim, modificam o perfil de deslocamento do fluido multifásico, alterando consideravelmente o valor da vazão no duto (GARCIA, 2010). Na Figura I.1 é apresentada uma situação de quase obstrução total de um duto de escoamento de petróleo devido a este tipo de fenômeno.



Figura I.1: Depósito de incrustação dentro de um duto de escoamento de petróleo (GARCIA, 2010).

Após a extração, processos químicos, térmicos e de decantação, separam as fases e as transportam para os tanques de armazenamento, por meio de tubulações, para, em seguida, realizarem a transferência de custódia.

Durante toda a cadeia produtiva de petróleo, é imprescindível o uso de tubulações no transporte, aos quais se denominam de oleodutos. Nestes sistemas de transporte, diversos fatores agregam vantagens aos processos produtivos (custo-manutenção-benefícios ambientais), como por exemplo, o transporte de grandes volumes a custos competitivos. Contudo, essas unidades requerem um constante processo de inspeções regulares, devendo ser observados os requisitos rigorosos de segurança e monitoramento da pressão interna do oleoduto e sua vazão (CANDEIRO, 2008). No Brasil, existem 586 dutos destinados à movimentação de petróleo e derivados, totalizando 19,7 mil quilômetros de extensão (ANP, 2012).

Para que haja o escoamento de petróleo e de seus derivados, através dos dutos, é necessário o emprego de bombas que promovam o deslocamento dos fluidos, a pressão e vazão constantes, pois, sem essas características, se torna impossível a medição do volume transportado (RIBEIRO, 2003). Segundo este autor, mesmo após os processos de separação, a presença de gases, água e sedimentos é constatada. Este fato é extremamente indesejado, pois, além de promover o desgaste dos componentes das bombas e medidores, acarretam medições inexatas.

A medição de vazão de petróleo e de seus derivados é feita manualmente ou por meio de medidores de vazão mecânicos, aprovados pela Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis – ANP.

A cadeia produtiva da indústria de petróleo e gás natural é extensa e complexa, os dados referentes à indústria petrolífera revelam números expressivos (ANP, 2012), O levantamento realizado pela ANP, em 2011, revelou que, dentre as reservas provadas de petróleo, as do Brasil detém a 14ª maior reserva, com 15,1 bilhões de barris de petróleo, pertencendo 80,7 % desse total ao Estado do Rio de Janeiro. Neste contexto, o Brasil ocupa a 13ª posição, quanto à produção mundial de petróleo, com 2,2 milhões de barris/dia, que representa 2,6% do total de petróleo produzido no mundo. O Estado do Rio de Janeiro aparece também como o maior estado produtor brasileiro, fornecendo 74% do total de petróleo produzido no País.

As participações governamentais, na arrecadação paga pelas concessionárias de exploração e produção de petróleo e gás natural, são regidas atualmente pela Lei nº 9 478/1997. Em 2011, foram arrecadados R\$ 13 bilhões em royalties, R\$ 12,6 bilhões em participação especial, e foram pagos R\$ 196,5 milhões, a título de ocupação ou retenção de área, e, ainda, R\$ 1,03 bilhão foram destinados aos investimentos aplicados em instituições de pesquisa e desenvolvimento, credenciadas pela ANP.

A importância dos dados acima expostos, em termos de economia brasileira e do Estado do Rio de Janeiro, mostra a relevância da precisão na medição de vazão. Diversas são as técnicas empregadas para o cálculo da vazão e RIBEIRO (2003) citou que os métodos mais empregados necessitam de um dispositivo de medida que fique em contato direto com o fluido e, em muitos casos, devido aos efeitos abrasivo\corrosivo do fluido, o sensor deverá passar por uma manutenção constante e ser aferido com certa periodicidade. O autor ressaltou que, para o emprego de medidores de vazão em dutos de transporte de petróleo e de seus derivados, freqüentemente, requer a instalação de equipamentos auxiliares, que interferem na precisão da medida. Contudo, esses inconvenientes, quando do caso do uso das técnicas de radiotraçadores, são minimizados pela penetrabilidade da radiação na matéria que permite o emprego de técnicas não invasivas e independentes das dimensões dos sistemas analisados, pois para cada caso é realizado o cálculo correto da atividade necessária e da geometria de medição IAEA (1990). As técnicas que utilizam radiotraçadores consistem do emprego das funções estatísticas de distribuição do tempo de residência (RTD) em seus sistemas de análise e aquisição de dados. São técnicas reconhecidas por sua segurança, efetiva precisão, custos competitivos e tem seu emprego regido por certificações internacionais (IAEA, 2001).

Embora haja uma vasta literatura sobre o emprego de técnicas de medição de vazão com o uso de radiotraçadores, a maioria retrata a aplicação em água e, em menor quantidade, em fluxos gasosos. Não obstante, são raras as publicações que descrevem seu emprego compostos orgânicos. A AIEA relata que pesquisas e tecnologias nessa área foram e são desenvolvidas pelas grandes companhias de petróleo, mantendo em segredo os resultados e aplicações alcançadas (IAEA, 2001). Em pesquisas realizadas no Laboratório de Radiotraçadores do Instituto de Engenharia Nuclear (IEN), foram desenvolvidas técnicas com radiotraçadores, para medir a vazão em escoamento de água

(RAMOS, 2006), e de gás (CANDEIRO, 2008). Não obstante, imprescindível se torna consolidar a técnica com radiotraçadores, para aferição de vazão de petróleo e de seus derivados.

Dentre as técnicas de medição de vazão com radiotraçadores, as duas mais utilizadas são as de: Medida de Transiente de Tempo e Contagem Total, sendo esta última a utilizada neste trabalho de pesquisa como foco principal da medida de vazão e a primeira, utilizada para comparação de resultados.

A técnica de Contagem Total apresenta como principais vantagens: a de ser uma técnica absoluta, pois independe de leituras de dispositivos adicionais, a não ser os diretamente usados para o registro da nuvem radioativa, e a de ser necessário apenas um único detector, para fornecer o resultado final. Outras vantagens podem ser citadas, tais como: 1) a independência do volume interno do duto de transporte, podendo ser aplicada na presença ou não de obstruções; 2) inexistência de restrição, quanto à natureza do duto ou do material a ser transportado; 3) trata-se de uma técnica não invasiva, que permite diagnóstico em tempo real.

I.2 – Objetivos.

O objetivo principal deste trabalho de pesquisa é a aplicação da técnica de Contagem Total para medida de vazão em dutos que transportam derivados de petróleo. Não obstante, a aplicação desta técnica, permitirá desenvolver metodologias para avaliação e aferição de medidores de vazão de petróleo e seus derivados.

Como objetivos secundários destacam-se:

- i. Comparar as metodologias ao se utilizar as técnicas de Contagem Total e Transiente de Tempo, respectivamente, para medidas de vazão em derivados de petróleo.
- ii. Desenvolver um processo de marcação do óleo.

Para atingir esses objetivos foram necessárias as seguintes etapas:

- i. Projeto e montagem de linhas de transporte de fluido orgânico;

- ii. Calibração de conjuntos de detecção utilizando detectores cintiladores, NaI (2”x 2”);
- iii. Projeto e montagem de dispositivo experimental para determinação do fator de calibração, F;
- iv. Escolha adequada do radiotraçador.

I.3 – Revisão bibliográficas.

Para um traçador, a ser utilizado num meio, são requeridas diversas características, quer sejam físico-química e/ou econômica. Inicialmente, o emprego de radioisótopos como traçadores enfrentou vários desafios tecnológicos, principalmente, quanto a sua reação com o meio. Muitos radiotraçadores reagem com o meio, perdendo suas propriedades físico-químicas; assim sendo, o desenvolvimento de novas técnicas para obtenção de radiotraçadores tornou-se imperativo.

Em 1952, Hommer Jacobson fez referência ao emprego do bromo como radiotraçador em compostos orgânicos. Relatou que, como o elemento bromo é volátil e bastante corrosivo, deve ser irradiado, numa composição salina, principalmente, como brometo de potássio. Jacobson patenteou a técnica de separação do bromo da fórmula salina, que consistia em misturar brometo de potássio com brometo de alumínio anidro, numa câmara de vácuo, sob aquecimento até o ponto de fusão (próximo a 200°C), quando o gás bromo é alocado num recipiente selado. Em seguida, condensou e repetiu o processo de evaporação do brometo de alumínio até alcançar o equilíbrio. Ao final do processo, o gás bromo registrava 80% a 90% da atividade do brometo potássio irradiado.

Em 1953, P. V. Danckwerts descreveu como as funções de tempo de residência podiam medir e determinar o comportamento de fluxos de materiais em sistemas reais. O autor derivou as funções de distribuição do tempo de residência, distribuição de idade interna, função acumulativa de tempo de residência e tempo médio de residência.

Em 1958, D. E. Hull desenvolveu a técnica de contagem total. Descreveu as inúmeras restrições do uso de medidores de vazão mecânicos em dutos fechados e

afirmou que a técnica de contagem total pode ser empregada em larga escala de vazão e em todos os tipos de fluxo, mesmo em dutos parcialmente preenchidos. Num oleoduto que liga os estados americanos do Colorado e Utah, Hull fez uma injeção, do tipo pistão, de um radiotraçador e, com um contador Geiger, detectou a passagem da nuvem radioativa por diversos pontos do oleoduto. Embora as curvas das contagens tivessem formatos diferentes, as áreas abaixo das curvas eram constantes. Essas áreas representavam a contagem total detectada da atividade da nuvem radioativa extraída da radiação de fundo. Com a atividade injetada no duto conhecida, o fator de calibração, determinado pela reprodução em laboratório do mesmo arranjo de detecção utilizado *in situ* e mesmo radiotraçador, e a contagem total detectada pela passagem do radiotraçador, mediu a vazão com incerteza de 1%. O autor ressaltou que, para o emprego da técnica, era necessário que a vazão a ser medida fosse constante.

Em 1961, Bernard A. Fries ressaltou as vantagens do emprego do ^{198}Au como radiotraçador, para medição de vazão em dutos de petróleo, e patenteou dois compostos estáveis, obtidos por meio da secura de cloreto áureo com adição de cianeto de sódio e anidrido sulfúrico.

Em 1964, K. Akerman e A. Szuchnik descreveram as características, vantagens e desvantagens do emprego de compostos químicos dos radioisótopos ^{14}C , ^3H , ^{36}Cl , ^{82}Br e ^{131}I , respectivamente, como radiotraçadores, para investigar a movimentação de materiais no refino e na indústria petroquímica. Os autores relataram que, embora ^{14}C e ^3H tenham boa adsorção aos compostos orgânicos, eles apresentam desvantagens, tais como: 1) meia-vida longa (5568 anos e 12 anos, respectivamente); 2) emissão de radiação gama de relativamente baixa energia (0,155MeV e 0,018MeV, respectivamente); e 3) custo elevado dos compostos de ^{14}C e compostos de ^3H instáveis. Confirmaram ainda que o ^{36}Cl tinha propriedades físico-químicas semelhantes às dos hidrocarbonetos, porém, possuíam meia-vida longa ($4,0 \cdot 10^5$ anos) e que, apesar de compostos de ^{131}I apresentarem características radioquímicas mais favoráveis, suas propriedades físico-químicas não eram adequadas. Segundo os autores, os compostos de ^{82}Br apresentavam as melhores características de um radiotraçador para marcar escoamento de petróleo e seus derivados.

Em 1963, R. A. Evans e R. L. Ely Jr formalizaram uma função que representasse a equação obtida de forma empírica por Hull para a medida de vazão pela técnica de contagem total.

Em 1965, Colin. G. Clayton revisou o emprego das técnicas de injeção contínua, contagem total e transiente de tempo, em medições de vazão de líquidos e gases, em dutos fechados e canais abertos. Concluiu que o emprego de radiotraçadores permitiria se obter medidas de vazão com incertezas de 1% e descreveu as condições para que essa precisão fosse alcançada. Além disso, ressaltou como se deveria proceder para a escolha do radiotraçador.

Em 1965, B. L. Campbell e W. R. Ellis, objetivando produzir um radiotraçador estável, termicamente e eletroquimicamente, para o Grupo de Pesquisas Industriais da Comissão de Energia Atômica Australiana, a ser empregado na indústria de petróleo australiana, desenvolveram uma técnica para a obtenção de ouro por processos químicos, por meio dos compostos AuCl_3 e HAuCl_4 adicionados à Ambertite (LA-1, LA-2), com rendimentos próximos de 100%.

Em 1972, E. Gaspar e M. Oncescu afirmaram que os métodos de determinação de vazão, usando-se radiotraçadores, são similares aos originais métodos químicos, exceto as peculiaridades das aplicações práticas. Na abordagem sobre a técnica de contagem total, os autores descreveram os procedimentos para a determinação do fator de calibração, em laboratório, assim como, o uso da técnica para fluxos convergentes e divergentes.

Em 1974, a Organização Internacional de Padrões (ISO), em sua Norma ISO 2975/VII, normatizou o emprego da técnica de transiente de tempo na medição do fluxo de água em dutos fechados por meio de radiotraçadores. Na norma, foram explicitadas as condições requeridas à aplicação da técnica, os procedimentos, a seleção do traçador e a estimativa da incerteza da medida da vazão. Realizaram um ensaio experimental para medir a vazão, seguindo as instruções constantes na ISO 2975/VII, usando um duto de 2 metros de diâmetro, 10 mCi de atividade de ^{24}Na , na composição química de NaHCO_3 , dois detectores distantes de 72 m e 172 m do ponto de injeção do radiotraçador. A vazão foi medida com uma incerteza de 0,5%.

Em 1976, J. Graczyk e E. Iller fizeram testes laboratoriais com o radioisótopo ^{82}Br , visando investigar: o comportamento do fluxo de hidrocarbonetos; a dinâmica de fases no fluxo; sua composição em diversas partes no equipamento de destilação; além da eficiência de purificação, nos processos de obtenção de compostos de radiotraçador.

Em 1978, B. J. Barry detalhou um estudo em aplicações da técnica de injeção contínua, podendo ser estendida à técnica de contagem total contínua de situações, em que a homogeneização do traçador com o meio não é alcançada no ponto de detecção e propôs equações para medir a vazão e sua incerteza, desde que se conheça a média ponderada da concentração ou um fator de correção através de média aritmética das concentrações.

Em 1988, William E. Showalter *et al* descreveram as vantagens do emprego de traçadores radioativos no controle de deslocamento de volumes de petróleo. Os autores patentearam o uso de radioisótopos dos grupos VIB, VIIB e de terras raras presentes na tabela periódica, na verificação da permeabilidade de jazidas de petróleo, quando uma pequena quantidade de óleo marcado era misturada ao óleo a ser injetado em um poço. Segundo eles, por meio da detecção desse óleo marcado, podia-se analisar o caminho percorrido pelo óleo injetado e a permeabilidade do poço.

Em 1990, no Guidebook da Agencia Internacional de Energia Atômica, consta a recomendação de que a técnica de transiente de tempo seja empregada em sistemas com dutos fechados, onde o volume, na seção em que a medida for feita, é conhecido. Ainda recomenda que a injeção do traçador no fluxo deva ser na forma de um pulso rápido (tipo pistão). A concentração do traçador será detectada por dois detectores, posicionados após a distância de homogeneização, em dois pontos externos à tubulação. Analisadores de sinal fornecerão as medidas que, por meio das funções estatísticas de distribuição de tempo de residência, determinarão o transiente de tempo entre os dois pontos de detecção. A técnica de contagem total é abordada de forma abreviada, destacando que ela poderá ser empregada, na situação de escoamentos em canais abertos, através da imersão do detector. É ressaltada a recomendação de que a contagem total seja de 40 000, para alcançar a acurácia de 1% , para um nível de confiança de 95%.

Em 2001, E. J. Milani *et al* descreveram, em termos geológicos, como acontece a formação das jazidas de petróleo, através de rochas sedimentares. Forneceram informações sobre a distribuição das reservas mundiais de petróleo e, mais detalhadamente, as encontradas no Brasil.

Em 2002, Andrew Gadley descreveu as condições em que a água escoava em dutos parcialmente preenchidos, principalmente, numa rede de esgoto. Descreveu os diversos métodos e equipamentos usados para a medição da vazão e suas respectivas normas específicas de uso. Ressaltou que o uso de traçadores é vantajoso, quanto ao acesso imediato aos resultados, evitando o custo de análises laboratoriais.

Em 2006, Vitor Santos Ramos realizou medidas de vazão de escoamento de água em tubulações, empregando as técnicas de transiente de tempo, contagem total e um contador calibrado. Este trabalho serviu de referência ao trabalho atual, pois os propósitos das pesquisas são semelhantes, exceto pelas características do meio que escoava, no caso, o óleo. Ramos encontrou incertezas relativas, entre as medidas pela técnica de transiente de tempo e o contador calibrado, de 1%. Com relação às incertezas relativas, entre as medidas com a técnica de contagem total e o contador calibrado, foram calculadas em 2,5%, para a vazão de $0,13 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$, e 4%, para a vazão de $0,07 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$, e 14%, para a vazão de 0,03 l/s. Ele destacou que a vazão mais lenta propiciou um efeito calda, no gráfico representativo das contagens, gerando um erro maior na medida da área sob a curva. Como alternativa para diminuir essas incertezas, sugeriu o aumento da atividade do radiotraçador a ser inserido no sistema, sob injeção mais rápida possível.

Em 2007, Manish Sharma pesquisou os processos nucleares de ativações dos isótopos: $^{232}\text{Th}(n; \gamma)$, $^{232}\text{Th}(n; 2n)$, $^{197}\text{Au}(n; \gamma)$, $^{197}\text{Au}(n; \alpha)$, $^{197}\text{Au}(n; xn)$, $^{59}\text{Co}(n; \alpha)$, $^{59}\text{Co}(n; xn)$, $^{181}\text{Ta}(n; \gamma)$ e $^{181}\text{Ta}(n; xn)$, incidindo um feixe de prótons de 1 GeV de energia sobre alvos cercados por 6,0 cm de parafina e determinou as seções de choque relativas às reações nucleares, respectivamente. Os resultados para a reação $^{197}\text{Au}(n; \gamma)^{198}\text{Au}$ foi a emissão raios γ com 411.80 keV e uma seção de choque correspondente a 26.9 ± 0.67 barns ($1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$).

Em 2008, a Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA) publicou um relatório de cunho educacional e dirigido ao treinamento de operadores em aplicações tecnológicas com radiotraçadores, nas quais as funções de tempo de residência (RTD) foram abordadas, de forma detalhada, assim como: suas aplicações na indústria e no meio ambiente, a escolha de radiotraçadores, as técnicas de medida de vazão e os tipos de injeção de radiotraçadores.

Em 2008, Ricardo E. M. Candeiro desenvolveu uma unidade móvel para a produção de radiotraçador gasoso brometo de metila, CH_3Br , marcado com o radioisótopo ^{82}Br . Empregou a técnica de transiente de tempo para medir a vazão de sistemas gasosos, em tubulações com diversos diâmetros, que resultaram incertezas de 2% nas medidas efetuadas.

Em 2008, D. A. Sirelkhatimi *et al*, buscando obter melhorias no projeto, empregaram cinco detectores de NaI(Tl) (1"x1") e injetaram 150 mCi do gás ^{41}Ar , em processadores na indústria petroquímica. Empregando as funções estatísticas de tempo de residência, constataram a ocorrência de comportamentos do tipo canalizações e falhas quanto à mistura perfeita de materiais.

Em 2010, Hossein Seraj *et al*, ao utilizarem traçadores fluorescentes e radioativos, apresentaram as correções que devem ser consideradas nas medições de um medidor de vazão Venturi, quando empregado num duto que transportava gás, na presença de água e de condensados (óleo). Neste trabalho, foram apresentadas algumas vantagens do uso de radiotraçadores para determinar essas correções. O fator de correção foi determinado, mediante o posicionamento externo de duas fontes diferentes, emissores de radiação γ num lado da tubulação, e um detector posicionado diametralmente oposto a elas. Através da perda de intensidade do fluxo de raios γ e do conhecimento das densidades das fases, determina-se o fator de correção.

Em 2010, H. Kasban *et al*, analisaram o emprego de radiotraçadores na indústria e os procedimentos adequados para determinar a distribuição do tempo de residência, o tempo de mistura, medição de vazão, detecção de incrustações e vazamentos em dutos subterrâneos. Além disso, investigaram colunas de destilação e defeitos de solda em tubulações.

Em 2010, Janaína P. C. Garcia, descreveu o processo de formação de incrustações em tubulações que transportam petróleo. Ressaltou ser esse o principal problema enfrentado pela indústria petrolífera, decorrente de entupimentos, que provocam o decréscimo da seção reta transversal das tubulações e, conseqüentemente, diminuição de vazão, reduzindo a eficiência das instalações. Pesquisou sobre a composição dessas incrustações e as analisou, de forma qualitativa e quantitativa.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

II.1 – Medidas de vazão na indústria de petróleo.

Na indústria de petróleo, as formas de se medir a extração, a produção, o transporte, a comercialização e a taxação de impostos envolvem o conhecimento do valor da vazão, que pode ser conceituada como a quantidade de produto que passa num ponto de referência por intervalo de tempo. Normalmente a vazão é expressa em volume ou massa e, especificamente na indústria de petróleo, pelo número de barris por dia.

Nas plantas industriais, geralmente o petróleo é transportado em tubulações fechadas e de seção circular, onde podem ser observados vários tipos de vazão, em destaque: ideal ou real, laminar ou turbulento, em regime estável ou instável, uniforme ou não uniforme, compressível ou incompressível, homogênea ou multifásica.

II.1.1 – Tipos de vazão de um fluido escoando em tubulações.

A vazão de um fluido pode variar em função de suas pressão e temperatura. Essas grandezas interferem diretamente na velocidade, na densidade e na viscosidade do fluido dentro de uma tubulação.

A vazão de um fluido sem viscosidade é classificada como vazão ideal, onde as forças internas, em qualquer seção, são sempre perpendiculares a ela e, portanto, não há movimento rotacional das partículas, em torno de seus centros de massa e nem tensão de cisalhamento. Na prática ela nunca é observada, mas sim a vazão real, visto que todos os fluidos reais possuem algum grau de viscosidade.

A vazão laminar ocorre quando as partículas do fluido se movem de modo suave e contínuo, em linhas retas paralelas ao eixo da tubulação de modo ordenado e com pouca deformação. Ela pode ser considerada como a vazão em que toda a turbulência é amortecida pela ação da viscosidade e, frequentemente, é observada em óleos lubrificantes semelhantes ao utilizado na atual pesquisa. Na vazão turbulenta, as velocidades locais e as pressões variam aleatoriamente, de modo que as partículas não seguem a mesma trajetória, formando redemoinhos. Em (RIBEIRO, 2003, p207) o autor esclarece que “Na prática industrial e na natureza, a maioria das vazões é turbulenta e muitos medidores só conseguem medir vazões com número de Reynolds acima de um determinado limite, tipicamente de 10^4 ”.

Numa vazão estável, a velocidade de escoamento, em qualquer ponto do escoamento, não sofre alteração no tempo. Ela é constante no tempo, mas não necessariamente será constante em todos os pontos do deslocamento. Portanto, a vazão estável só é observada em regime de vazão laminar. Já na vazão instável, essa velocidade varia com o tempo, típica de uma vazão turbulenta. Não obstante, se os valores flutuam em torno de um valor médio constante, de modo simétrico, a vazão poderá ser tratada como estável.

Uma vazão uniforme se caracteriza quando a velocidade é constante por todo deslocamento. Dessa forma, a pressão, a densidade e a viscosidade também permanecem constantes em todo volume transportado. A vazão de líquidos sob pressão em tubulações longas com diâmetro constante é considerada uniforme, com a vazão estável ou instável, porém, se a seção transversal de uma tubulação variar, durante o escoamento, será considerada como não uniforme.

Numa vazão multifásica, nota-se a presença de fluidos ou sólidos separados por interfaces, enquanto que, na homogênea, a presença de uma única substância e em único estado físico e estável.

II.1.2 – Medidores de vazão para petróleo e derivados.

Existe um número considerável de tipos e modelos de medidores para medir vazão de petróleo e seus derivados, porém, a ANP, órgão regulador do setor, só autoriza o uso daqueles do tipo de vazão com deslocamento positivo, medidor de massa de Coriolis, medidor ultra-sônico por tempo de propagação e fita/réguas de medição ao prumo, sendo este último utilizado somente em tanques.

Em relação aos medidores do tipo de vazão com deslocamento positivo, o fluido, ao ser transportado dentro da tubulação, adquire energia cinética. A medição é feita instalando-se na tubulação um elemento primário (componente do medidor que fica em contato com o fluido) que opera extraindo uma fração dessa energia e transmitindo a um sensor cuja resposta corresponda proporcionalmente ao valor dessa energia. Os medidores do tipo deslocamento positivo são os mais empregados na indústria de petróleo, principalmente pela precisão das medidas, por não requerer nenhum condicionamento do regime de fluxo, pela capacidade de medir fluidos viscosos e capacidade de medir vazões próximas de zero, e, sobretudo, por não necessitarem de alimentação externa de energia. Entretanto, tecnicamente, é um processo invasivo, que acarreta perda de carga, a sua aplicação é limitada pela tolerância da escala do medidor e, principalmente, devido à alta suscetibilidade à corrosão e à erosão, que exigem mais manutenção.

Quanto ao medidor de massa de Coriolis, seu princípio de funcionamento baseia-se no efeito de movimentos rotacionais do fluido, quando a força de Coriolis atua sobre ele. O fluido, ao percorrer um tubo curvo com uma frequência natural, geralmente em forma de “U”, provoca uma pequena deformação elástica no tubo e, dessa forma, altera sua frequência. Sensores magnéticos captam essa alteração, que é diretamente proporcional à massa e à velocidade do fluido. Pelas características de funcionamento, um medidor Coriolis tem a vantagem de tornar sua operação independente do perfil de vazão, sendo capaz de registrar vazões quase nulas, e sendo pouco afetado pelas mudanças de viscosidade e pelos efeitos de corrosão e abrasão. Em compensação, requer limpeza frequente do tubo (e sempre que houver mudança do tipo de fluido). Um fator a ser observado é que, como um medidor de vazão mássico, será necessário o

conhecimento prévio da densidade do fluido, para se obter a vazão volumétrica. O medidor Coriolis requer, ainda, cuidados na instalação, pois é sensível a choques mecânicos e vibrações e produz alta perda de carga.

A técnica de medida do tempo de propagação emprega um medidor ultra-sônico para medir os tempos de trânsito de uma onda ultra-sônica, ao atravessar uma seção diagonal do tubo, propagando-se contra e no sentido do deslocamento do fluido. A diferença entre esses tempos é proporcional à vazão do fluido. Por ser um medidor não invasivo, não proporciona perda de carga e nem sofre desgastes de seus componentes. Outra característica favorável a esse tipo de medidor é a mobilidade, pois possui pequenas dimensões, peso e é de fácil instalação. Todavia, como o espalhamento da onda ultra-sônica é altamente indesejável, esta técnica de medição é muito sensível às incrustações e depósitos (volume morto) nas paredes do tubo.

A medição com fita/régua de medição ao prumo consiste em uma fita/régua com precisão milimétrica em que é submergida dentro do tanque de estocagem de fluido alinhada à linha de prumo. Para facilitar a leitura da medição, aplica-se uma pasta especial que tem a característica de mudar de cor ao contato com hidrocarbonetos. Assim, o volume do fluido pode ser obtido verificando-se na tabela de arqueação do tanque, o valor referente à medida da altura do fluido.

Este método de medida é vantajoso pelo custo baixo e pela boa precisão, porém, em relação às condições de segurança, a liberação de gases nocivos põe em risco a saúde do operador, além dos riscos de incêndio e explosão e da dependência sobre as condições do tempo, que podem impedir a medição.

Em geral, as incertezas dos medidores de vazão dos tipos de deslocamento positivo e Coriolis são entorno de 0,3% e dos ultra-sônicos, de 2%. Esses valores são para medidores novos e para operações semelhantes às condições laboratoriais. O contato direto do petróleo e de seus derivados com as partes móveis do medidor acarretam desgastes em seus componentes, provocando um maior deslizamento – passagem de fluido sem ser medido – e, assim, influenciando na precisão das medidas. Segundo RIBEIRO (2003), vários fatores contribuem para incertezas nas medidas e, dentre elas, ressaltou:

- A análise de vazão de fluidos é complexa e nem sempre sujeita a uma análise matemática exata. A maioria das fórmulas empíricas propostas para a medição da vazão em tubos limita-se à aplicação em condições reais do processo que se aproximem das operacionais efetuadas em laboratório; nesse sentido, acoplados a um medidor de vazão, equipamentos auxiliares são instalados a montante, tais como: retificadores de vazão, reguladores de perfil de velocidade, filtros e tomadas de medição, que podem elevar a incerteza da medição até 5%;
- Se a vazão não for homogênea (monofásica) e a tubulação não estiver totalmente preenchida, o medidor não será capaz de medir corretamente o volume que o atravessa. A presença de ar ou gás entranhado e impureza sem líquidos, mesmo em pequenas proporções, acarretam grandes flutuações nas medidas e nenhum medidor de vazão é capaz de distinguir fase numa tubulação.

II.2 – Traçadores radioativos na indústria de petróleo.

Traçador é qualquer substância que possui propriedades que possibilitam a sua identificação e a observação de seu comportamento em processos físicos, químicos ou biológicos. Distinguem-se os traçadores em dois grupos: os naturais e os artificiais.

Traçadores naturais são aqueles encontrados no próprio meio de estudo, isto é, já estão presentes na população/material objeto de estudo. Como exemplos de traçadores naturais, citam-se:

- Isótopos – ^{14}C , ^{18}O , ^2H , ^3H ;
- Biológicos – Bactérias e algas.

Traçadores artificiais são os que são inseridos ao meio de estudo para observação. Por não serem naturais, seu emprego deve ser criterioso, principalmente quando for usado no meio ambiente. Dentre os traçadores artificiais podem ser destacados:

- Corantes Fluorescentes – Fluoresceína de Sódio, Eosina, Piranina;
- Radioativos – ^{24}Na , ^{82}Br , ^{131}I , ^{140}La , ^{198}Au .

Sendo os traçadores radioativos os mais usados em processos industriais de diagnósticos em tempo real (IAEA, 2008).

A utilização de radiotraçadores sem instalações industriais de transporte e processamento de petróleo permite a aferição de medidores de vazão, medida do tempo médio de residência em colunas de craqueamento, localização de pontos de obstruções e vazamentos em dutos subterrâneos, além, da investigação do comportamento do escoamento ou de processos industriais como, por exemplo, as torres de destilação (BASKAN, 2010). O uso de radiotraçadores apóia-se em três aspectos fundamentais: simplicidade, baixo custo e alta precisão (BARBOUR, 1969). Na Tabela II.1 encontram-se listados os radiotraçadores mais empregados na industria.

Segundo CLAYTON (1965), a escolha do radiotraçador adequado a ser utilizar em um meio em estudo deve possuir as seguintes características:

- i. Solubilidade e hidrodinâmica compatíveis com as do fluido em estudo.
- ii. Meia-vida radioativa coerente com a conveniência de estocagem e o tempo de medição. Não obstante, sob o ponto de vista da radioproteção, recomenda-se a escolha de um raditraçador de meia-vida curta.
- iii. Tipo de radiação emitida e sua energia, já que o volume de radiotraçador usado é pequeno, se comparado ao do fluido. O radiotraçador deve emitir radiações que possibilitem boa eficiência de detecção e discriminação. Nesse sentido, alguns emissores de radiação gama são adequados como traçadores, porque os raios gama penetram facilmente nos fluidos.

A escolha do radioisótopo ^{198}Au decorre da boa assimilação com o óleo, da emissão de radiação gama, com energia de 411,8 keV (95,5% de probabilidade de decaimento) bem definida e sua meia-vida curta (2,7 dias). O radioisótopo ^{198}Au foi produzido pelo processo de ativação neutrônica do ouro natural (^{197}Au) no núcleo do reator Argonauta do Instituto de Engenharia Nuclear (IEN).

Tabela II.1-Radiotraçadores mais usados na indústria. (IAEA tec-1262, 2001)

Radioisótopo	Meia-vida	Energia [MeV]	Fase Empregada
³ H	12,6 anos	β:0,0018(100%)	Aquosa
¹⁴ C	5730 anos	β:0,0156(100%)	Aquosa
²⁴ Na	15 horas	γ:1,37(100%) γ:2,75(100%)	Aquosa
⁸² Br	36 horas	γ:0,55(70%) γ:1,32(27%)	Aquosa Orgânica Gasosa
¹⁴⁰ La	40 horas	γ:1,16(95%) γ:0,92(10%) γ:0,82(27%)	Sólida Aquosa*
¹⁹⁸ Au	2,7 dias	γ:0,41(99%)	Sólida Orgânica*
¹⁹⁷ Hg	2,7 dias	γ:0,077(19%)	Mercúrio
¹³¹ I	8,04 dias	γ:0,36(80%) γ:0,64(9%)	Aquosa Orgânica
⁹⁹ Mo	67 horas	γ:0,18(4,5%) γ:0,74(10%) γ:0,78(4%)	Aquosa
^{99m} Tc	6 horas	γ:0,14(90%)	Aquosa
⁴⁶ Sc	84 dias	γ:0,89(100%) γ:1,84(100%)	Sólida
⁸⁵ Kr	10,6 anos	γ:0,51(0,7%)	Gasosa
⁷⁹ Kr	35 horas	γ:0,51(15%)	Gasosa
⁴¹ Ar	110 min	γ:1,29(99%)	Gasosa

*A Agência Internacional de Energia Atômica não faz menção a essas fases.

II-3 – Funções distribuição do tempo de residência.

Com um desenvolvimento considerável da indústria petroquímica no pós-guerra, processos físico-químicos sofisticados exigiram metodologias adequadas para avaliação de diferentes unidades industriais. A técnica de radiotraçadores associada à metodologia estatística das funções de tempo de residência apresenta-se como uma das ferramentas mais adequadas para diagnóstico de processos industriais.

O comportamento de um fluxo pode ser observado, por meio da distribuição de tempo de residência de suas moléculas constituintes, em um dado volume espacial. DANCKWERTS (1953) apresentou diagramas e funções que deram subsídios para a interpretação de dados aferidos, por meio da detecção de traçadores injetados no meio em estudo.

Cada partícula do traçador, ao percorrer a unidade, possui a sua “história” pelo seu tempo de permanência no interior associado a funções densidade de probabilidade (funções idade), que possibilitam relacionar parâmetros estatísticos com a média, variância, momentos associados ao perfil de seu deslocamento pela unidade (BRANDÃO, 2003, p.6).

As funções de distribuição do tempo de residência (RTD – Residence Time Distribution) possibilitam a determinação de ocorrência do funcionamento de sistemas como canalização, desvios, atalhos e de volume morto (KASBAN, 2010).

Para um determinado elemento de volume do fluido, define-se o tempo médio de residência como o espaço de tempo médio entre a entrada e a saída de todos os elementos de volume no campo de visualização do detector, e, como idade, o tempo transcorrido desde a entrada até a saída de cada elemento de volume.

Pela definição de idade (DANCKWERTS, 1953), a função distribuição estatística de tempo de residência, $E(t)$, é dada pela Equação 2.1:

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_{t_i}^{t_f} C(t) dt} \quad (2.1)$$

Onde $C(t)$ é contagem registrada pelo detector em um determinado tempo entre a entrada e a saída, e t_i e t_f os tempos de entrada e de saída, respectivamente.

O tempo médio de residência, τ , é definido pela Equação 2.2:

$$\tau = \int_{t_i}^{t_f} t \cdot E(t) dt \quad (2.2)$$

Sendo sua incerteza associada dada pela Equação 2.3:

$$\delta\tau = \int_{t_i}^{t_f} (t - \tau)^2 \cdot E(t) dt \quad (2.3)$$

II.4 – Técnicas de medidas de vazão usando radiotraçadores.

As técnicas que utilizam radiotraçadores consistem do emprego das funções estatísticas de distribuição do tempo de residência (RTD) em seus sistemas de análise e aquisição de dados. São técnicas reconhecidas por sua segurança, efetiva precisão, custos competitivos e tem seu emprego regido por certificações internacionais (IAEA, 2001).

Existem diversas técnicas para a medição de vazão por meio do uso de radiotraçadores, sendo três delas as mais recorrentes: Injeção Contínua, Transiente de Tempo e Contagem Total (GARDNER e DUNN, 1977). Em todas elas, é necessário que as medidas sejam tomadas em um ponto distante do ponto de injeção onde o radiotraçador esteja totalmente homogeneizado com o meio, conforme mostrado na Figura II.1.

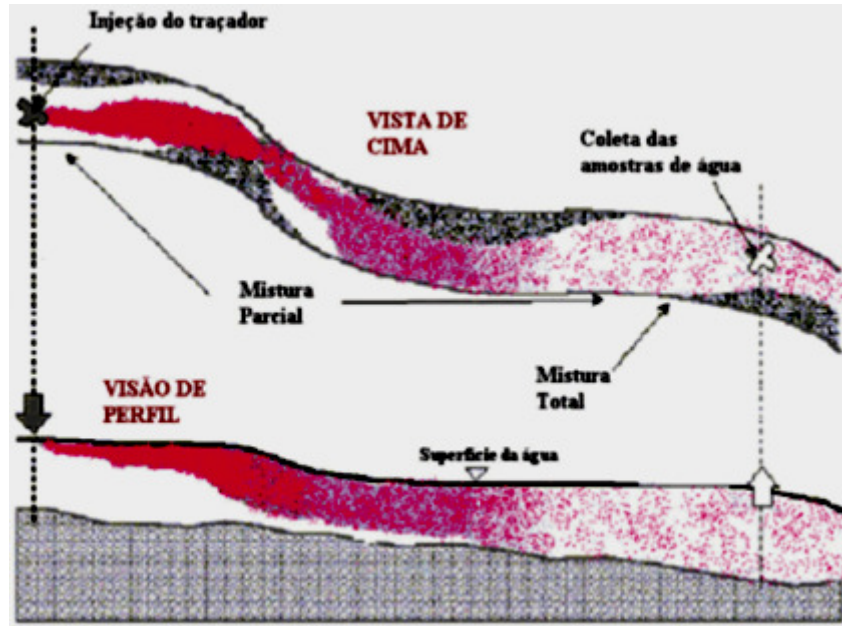


Figura II.1 – Localização adequada do ponto de medida a partir do ponto de injeção do radiotraçador.

II.4.1 – Medido da vazão pela técnica da Injeção Contínua.

A técnica de Injeção Contínua consiste em injetar um traçador no meio em estudo numa taxa constante q com uma concentração conhecida C_1 e vazão Q . Partindo-se de uma concentração inicial C_0 , coletar-se-á, após o deslocamento da mistura, amostras com concentração homogeneizada C_2 (CLAYTON, 1965), cujo comportamento pode ser expresso pela equação 2.4 e observada na Figura II.1.

$$qC_1 + QC_0 = (q + Q)C_2 \Rightarrow Q = q \frac{(C_1 + C_2)}{(C_2 + C_0)} \quad (2.4)$$

Em situações em que $C_1 \gg C_2$ e $C_2 \gg C_0$, observa-se a equação 2.5:

$$Q = q \frac{C_1}{C_2} \quad (2.5)$$

II.4.2 – Medida da vazão pela técnica do Transiente do Tempo.

Na técnica de Transiente de Tempo uma pequena quantidade de radiotraçador é injetada instantaneamente num duto de secção reta transversal definida e constante, S . Após a distância de homogeneização, dois detectores (D_1 e D_2) são dispostos externamente a uma distância x entre si, de maneira que a passagem da nuvem radioativa pela posição ocupada por um detector não interfira na detecção da nuvem pelo outro.

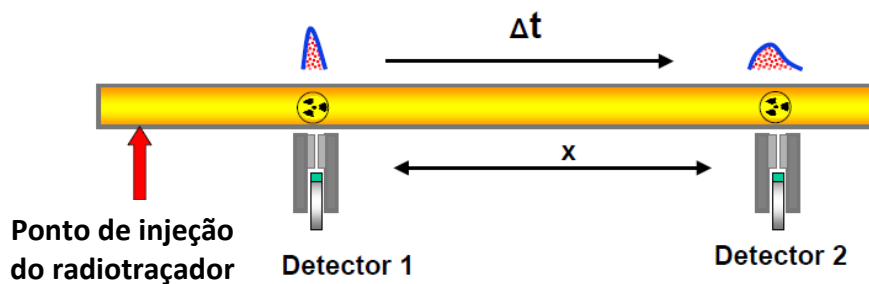


Figura II.2 – Diagrama esquemático para obtenção de medidas com a Técnica Transiente de Tempo.

Após a aquisição dos dados, faz-se uso da função de RTD, $E(t)$, e, do primeiro momento estatístico, M_1 , obtém-se o tempo médio de residência, τ , que corresponde ao transiente de tempo entre os sinais registrados por D_1 e D_2 , conforme mostrado na Figura II.2.

A vazão Q é dada pela Equação 2.6:

$$Q = \frac{S \cdot x}{t_1 - t_2} \quad (2.6)$$

Onde: S é a área da seção transversal da tubulação; x , a distância entre os detectores D_1 e D_2 ; t_1 e t_2 , são os tempos médios de residência da nuvem radioativa na região de detecção pelos detectores D_1 e D_2 , respectivamente, sendo sua incerteza dada por:

$$\delta Q = Q \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta S}{S}\right)^2 + \left(\frac{\delta x}{x}\right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\delta t_2^2 + \delta t_1^2}}{t_2 - t_1}\right)^2} \quad (2.7)$$

Observando a Equação 2.7, nota-se que as contribuições das incertezas relativas referentes à da área da seção reta transversal da tubulação, $\frac{\delta S}{S}$, e da distância entre os detectores, $\frac{\delta x}{x}$, são ínfimas, pois a primeira é medida com paquímetro de alta precisão e na outra, apesar da incerteza do instrumento de medida (trena) ser também pequena, devido aos dois detectores estarem distanciados por um valor x muito maior que a incerteza do dispositivo de medida.

Desta forma, a incerteza na medida da vazão é devida principalmente à incerteza das medidas dos tempos médios, $\frac{\sqrt{\delta t_2^2 + \delta t_1^2}}{t_2 - t_1}$. Este fato deve-se principalmente a forma irregular do pulso injetado e ao aumento da dispersão da nuvem ao longo do seu percurso pelo duto, quanto maior o percurso, maior a dispersão, acarretando assim, a duração de um tempo maior de passagem pela região sensível de detecção. Pela Equação 2.3, observava-se que quanto maior for o intervalo de tempo de passagem da nuvem ($t_f - t_i$), maior é a incerteza da medida. Uma maneira de diminuir a dispersão é produzir uma injeção do radiotraçador tipo um pulso pistão.

A técnica de Transiente de Tempo é muito utilizada na indústria, porém sua eficiência tem uma limitação importante: a necessidade do conhecimento da área da seção reta transversal, e, além disso, é necessário que esta seja constante ao longo do duto e o volume esteja totalmente preenchido pelo fluido. Esses fatores tornam restritivo o uso desta técnica em dutos transportadores de petróleo, onde, frequentemente, ocorre

formação de incrustações em suas paredes internas, que alteram a área da seção reta transversal dos dutos.

II.4.3 – Medida da vazão pela técnica da Contagem Total.

A técnica de Contagem Total é reconhecida como uma técnica absoluta para aferição de vazão. Em 1957, Hull mediu o valor da vazão, numa linha de dutos entre os estados americanos do Colorado e Utah, com esta técnica.

Na técnica de Contagem Total, uma pequena quantidade de radiotraçador com atividade conhecida, A , é detectada por um sistema de detecção, com geometria bem definida, que posicionado após a distância de homogeneização, proporciona uma contagem total, N . A vazão, Q , pode ser obtida pela Equação 2.8.

$$Q = \frac{A \cdot F}{N} \quad (2.8)$$

Onde F é o fator de calibração obtido em laboratório, sendo seu valor constante e específico para cada sistema de medição.

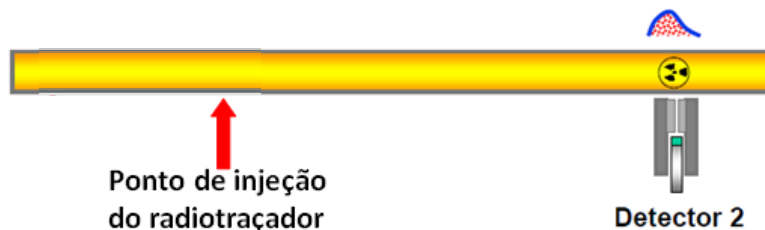


Figura II.3 – Diagrama esquemático para obtenção de medidas pela Técnica de Contagem Total.

Observa-se que, quanto maior for a vazão, menos tempo o elemento radiotraçador gastará para atravessar a região de detecção, ocasionando uma menor contagem. Assim, comparando-se duas vazões, Q_1 e Q_2 , com a mesma quantidade de radiotraçador, temos, em cada caso, as contagens totais, registradas nos detectores, N_1 e N_2 , fortemente

dependente da velocidade de arraste da nuvem radioativa, e sendo a seguinte a relação observada na Equação 2.9.

$$\frac{Q_1}{Q_2} \propto \frac{N_2}{N_1} \quad (2.9)$$

Decorre que, as contagens totais registradas, N_1 e N_2 , são diretamente proporcionais as suas respectivas atividade, A_1 e A_2 ,

$$\frac{A_1}{N_1} = \frac{A_2}{N_2} \quad (2.10)$$

Segue então:

$$\frac{Q_1}{Q_2} = \frac{A_1 \cdot N_2}{A_2 \cdot N_1} \quad (2.11)$$

ou de forma absoluta, tem-se a Equação 2.21.

$$Q = \frac{A \cdot F}{N} \quad (2.12)$$

Com uma incerteza associada calculada pela Equação 2.23.

$$\delta Q = Q \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \left(\frac{\delta N}{N}\right)^2} \quad (2.13)$$

Observando a Equação 2.13, nota-se que a contribuição da incerteza relativa referente à atividade, $\frac{\delta A}{A}$, é baixa, pois a calibração dos conjuntos de detecção permite alcançar baixos valores, como pode ser verificado na Tabela IV.5. O mesmo ocorre a

incerteza relativa referente ao fator F , $\frac{\delta F}{F}$, pois a função de ajuste aos dados experimentais fornece um coeficiente de determinação, R^2 , muito próximo à unidade, como pode ser verificado na Figura IV.9. A contribuição da incerteza relativa referente às contagens totais registradas, $\frac{\delta N}{N}$, depende principalmente, da precisão na discriminação das contagens referentes ao fotopico das contribuições das devido à radiação de fundo. A injeção de atividades baixas pode dificultar essa discriminação.

Observado que a detecção é feita após a homogeneização do radiotraçador no meio, o fator de calibração, F , pode ser determinado em um modelo estático, de acordo com as observações de HULL (1957) e GASPAR (1972). Para se obter a vazão nesse caso, uma peça, similar ao duto, fechada numa das extremidades, adiciona-se uma mistura meio-traçador homogeneizada com concentração conhecida e fixa-se o detector ao tubo, adotando-se a mesma geometria do duto em estudo, de maneira que, o diâmetro do tubo esteja totalmente compreendido dentro da região de detecção.

Sendo a taxa de contagem instantânea R proporcional à concentração de traçador C , então:

$$R \propto C \quad (2.14)$$

Sendo F^* a constante de proporcionalidade:

$$R = F^* \cdot C \quad (2.15)$$

Pela análise dimensional, tem-se que:

$$F^* = \frac{R \left[\frac{\text{contagens}}{s} \right]}{C \left[\frac{kBq}{l} \right]} \quad \text{ou ainda} \quad \left[\frac{\text{contagens}}{kBq} \cdot \frac{l}{s} \right] \quad (2.16)$$

Na Equação (2.12), tem-se:

$$Q \left[\frac{l}{s} \right] = F \left[\frac{\text{contagens}}{kBq} \cdot \frac{l}{s} \right] \cdot \frac{A[kBq]}{N[\text{contagens}]} \quad (2.17)$$

Sendo N o número total de contagem e R , a taxa de contagem instantânea, tem-se a expressão:

$$N = \int R dt \quad (2.18)$$

Como a vazão, Q , é **constante**, tem-se:

$$\frac{dq}{dt} = Q \quad (2.19)$$

Substituindo na Equação 2.15 a Equação 2.12 e 2.16, tem-se:

$$N = F^* \cdot \frac{1}{Q} \int C dq \quad (2.20)$$

Mas

$$\int C dq = A \quad (2.21)$$

Substituindo na Equação 2.20, tem-se:

$$N = F^* \cdot \frac{1}{Q} \cdot A \quad (2.22)$$

Pela equação 2.22, a vazão Q pode ser expressa por:

$$Q = F^* \cdot \frac{A}{N} \quad (2.23)$$

Comparando-se as equações 2.8 e 2.23, tem-se:

$$F = F^* \quad (2.24)$$

Dessa forma, conclui-se que a obtenção do fator de calibração F pelo modelo estático F^* é totalmente compatível.

Para obtenção de medidas pela técnica de Contagem Total, cujo esquema é mostrado na Figura II.3, a precisão da atividade real, A , do radiotraçador injetado é primordial: para tanto, todo sistema de detecção deve estar bem calibrado durante todo o período de medição.

A técnica da Contagem Total é adequada para medidas de vazão em sistemas sem forma bem definidas (reatores e unidades de destilação) e em dutos parcialmente preenchidos. Não obstante, RAMOS (2006) elencou as condições que são fundamentais para validar o uso dessa técnica:

- a atividade injetada, A , deve atingir o ponto de medição sem perdas, durante o percurso, seja por absorção, troca iônica ,etc.;
- a concentração (atividade por unidade de volume) no instante dado, C_t , deve ser a mesma, em qualquer ponto da secção de medição;
- a constante F deve ser determinada nas mesmas condições de medidas realizadas no experimento;
- a constante F e a medição da vazão devem ser determinadas no intervalo onde a resposta do detector, R_t , é linear em relação à concentração C_t ;
- a radiação natural de fundo, no ponto de detecção, não deve variar durante o período de medição;
- a meia-vida do radioisótopo deve ser compatível com o tempo gasto na experiência. Quando um radioisótopo de meia-vida curta é usado, a contagem obtida deve ser corrigida para o mesmo instante em que se mede o fator de calibração;
- o tempo ou intervalo de contagem, t_a até t_b , deve ser superior ao tempo de passagem da nuvem radioativa.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

III.1 – Montagem das linhas de transporte.

Para execução da pesquisa, foram necessários o projeto e a montagem de uma estrutura metálica que sustentasse dois reservatórios de polipropileno cilíndricos com 0,65m de diâmetro e 1,05m de altura, cada um com capacidade individual de 250 litros, conforme se observa na Figura III.1. Em seguida foi projetado e montado o sistema de transporte de fluido viscoso para simulação de diferentes condições de vazão de derivados de petróleo. Este sistema é composto por quatro linhas de tubo de PVC com bitolas de ½”, ¾”, 1” e 2”, interconectadas por válvulas de manobra, com cada linha medindo 13 m, sendo 12m na posição horizontal e 1m, na vertical, para fins de estudos experimentais de perfil de fluxo na horizontal e ascendente, conforme mostrado na Figura III.1. O uso de dois reservatórios teve a motivação de evitar a recirculação do radiotraçador no sistema e assim não provocar um aumento da radiação de fundo, que poderia dificultar a discriminação da passagem da “nuvem” radioativa. Todas as conexões tiveram que ser vedadas com material siliconado e com fita Teflon[®], de forma a evitar vazamentos.



Figura III.1 – Linhas de transporte para compostos orgânicos instaladas no laboratório.

Devido ao sistema de válvulas de manobra, as linhas de transporte podem operar individualmente ou em associação, , propiciando a simulação de desvios, vazamentos e variações de pressão.

Complementam a linha de transporte um medidor de vazão mecânico de engrenagens ovais modelo OVAL L521231, cujas especificações estão apresentadas na Tabela III.1, um sistema de injeção e uma válvula de controle de vazão, que serão especificados detalhadamente a seguir.

Tabela III.1 – Características do medidor de vazão mecânico OVAL L521231.

Tamanho	NBS 20mm
Escala de operação	10-800 litros/h
Temperatura de Operação Max.	100°C
Precisão (linearidade)	$\pm 0,35\%$ da leitura
Leitura Local	Cinco dígitos

Para a utilização da técnica de Transiente de Tempo, é necessário que a injeção seja instantânea, na forma de pulso pistão, enquanto que para a técnica da Contagem Total, é conveniente um pulso uniforme. Assim sendo, foi projetado e montado um sistema de injeção que propiciasse um pulso que atendesse as condições de uso das técnicas como mostrado abaixo na Figura III.2.

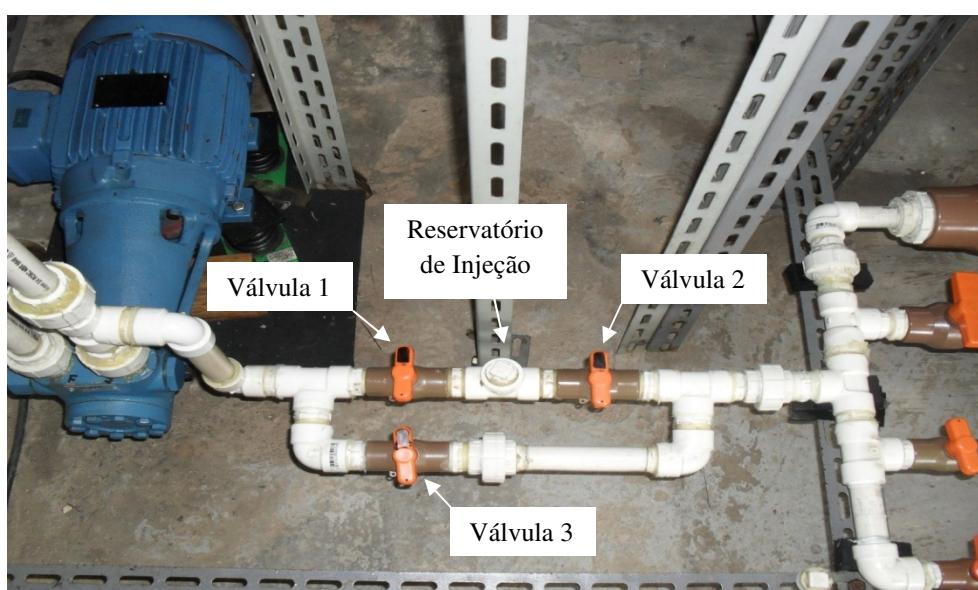


Figura III.2 – Sistema de injeção do radiotraçador na linha de transporte.

III.1.1 – Sistema de injeção.

O sistema injetor consiste num desvio na linha instalado logo após o regulador de vazão, com um dispositivo de injeção, manobrado por três válvulas. Em condições normais de funcionamento, as válvulas 1 e 2 fecham o desvio contendo o injetor e a válvula 3 da linha permanece aberta. O procedimento de injeção se dá pela deposição do material traçado, em média, $(20,00 \pm 0,05)$ ml, no reservatório de injeção com a utilização de uma pipeta apropriada para o manuseio de fluido viscoso. Após a deposição do óleo marcado, o reservatório é fechado e, em seguida, concomitantemente abrem-se as duas válvulas, 1 e 2, do desvio e fecha-se a válvula 3 da linha de transporte, de forma sincronizada manualmente.

III.1.2 – Sistema de pressurização da linha de transporte.

A circulação do óleo é impulsionada por uma bomba de vazão normal de 660 litros por hora, pressão diferencial de 3 bar e rotação de 850 rpm, adequada para esse fluido. Válvulas de manobra, posicionadas no início e ao final de cada linha, permitem a utilização individual ou concomitante das linhas.

Como sistema de regulação da vazão no conjunto, foi instalado um dispositivo que permite o controle da quantidade de óleo que será transportado pela linha. Este sistema é composto de uma válvula, posicionada após a bomba e antes do sistema de injeção, redireciona uma fração do volume bombeado direto para o reservatório antes de entrar na linha de transporte e, assim, regula o volume de óleo que é transportado pela linha. Como este dispositivo está posicionado antes do sistema de injeção, ele não interfere no volume de radiotraçador que circula pelas linhas de transporte.

III.1.3 Material transportado.

O emprego da técnica de Contagem Total independe da natureza do material em estudo, desde que as orientações para a escolha do radiotraçador assinaladas no capítulo II sejam seguidas. Para a execução da pesquisa foram utilizados 200 litros de óleo Lubrax Essencial SJ-20W50 API/SJ ANP. 0139 com as seguintes características:

Tabela III.2 – Características do óleo utilizado no experimento (PETROBRAS, 2011).

Densidade a 20/4°C	0,8846 g · cm ⁻³
Ponto de fulgor (VA)	240°C
Ponto de fluidez	-24°C
Viscosidade à 40°C	183,7 cSt*
Viscosidade à 100°C	20,8 cSt*
Índice de viscosidade	134
Cinzas sulfatadas	0,50 % peso

*Viscosidade Cinemática (cSt) = viscosidade absoluta (cP) / densidade (gcm⁻³). 1 cSt = 1 mm² s⁻¹

III.2 - Sistemas de Detecção da Radiação.

Para se detectar o radiotraçador injetado na linha, determinar o fator de calibração F e medir a atividade das amostras, foram utilizados detectores cintiladores NaI 2"x2" interligado a um conjunto eletrônico padronizado de módulos de instrumentos nucleares (NIM – Nuclear Instrument Module) por meio de cabos coaxiais conforme o esquema da figura III.3 e III.4, onde:

- DET – Detector cintilador NaI 2"x2" HARSHAL, modelo Integral Line (integrado a uma fotomultiplicadora);
- PRE – Pré-amplificado ORTEC, modelo 113;
- AMP – Amplificador ORTEC, modelo 435 A;
- AMC – Analisador mono canal MICRONAL, modelo 4010;
- CON – Medidor de taxas de contagem ORTEC, modelo 449-2;
- ALT – Fonte de alta tensão MICRONAL, modelo 1023 A;
- OSC – Osciloscópio digital RIGOL, modelo DS1202CA
- MTC – Analisador multicanal CANBERRA, modelo GENIE-2000;
- ADQ – Sistema de aquisição de dados: microcomputador e placa conversora ADC

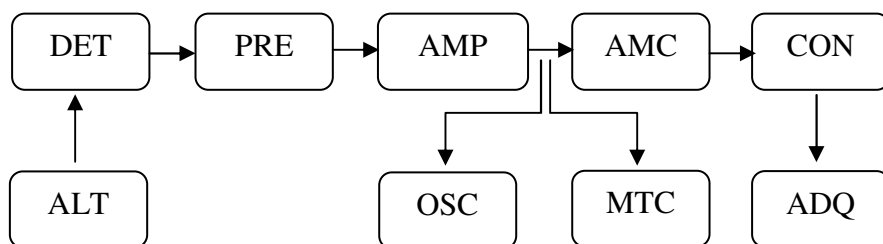


Figura III.3 – Diagrama esquemático do conjunto eletrônico de módulos de instrumentos utilizados nos experimentos.

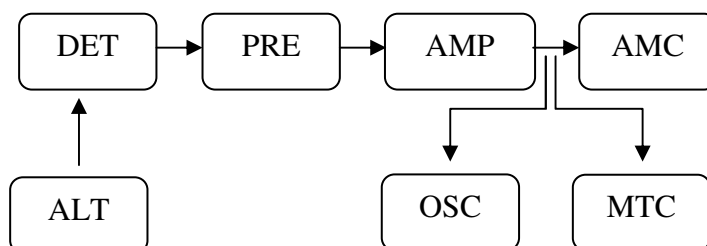


Figura III.4 – Diagrama esquemático do conjunto eletrônico de módulos de instrumentos utilizados na detecção das atividades das amostras.

Antes de se proceder à calibração do sistema, devido às altas taxas de diluição do radiotraçador utilizadas na pesquisa, manter a relação sinal/ruído é necessário. Nesse sentido, o primeiro procedimento, nesta etapa, consistiu em revisar as condições dos cabos e conexões no intuito de atenuar os efeitos de interferências eletrônicas.

III.2.1 – Curva característica dos detectores Cintiladores.

As curvas características dos detectores foram obtidas mediante ao posicionamento frontal de uma fonte de ^{137}Cs a cada um deles. A partir de 500V, se elevou-se a voltagem elétrica, em passos de 20V, por meio da fonte de alta tensão, até o osciloscópio indicar a tensão de 10V. Em cada passo, registrou-se a contagem de pulsos durante 2 minutos. De posse dessas contagens, para cada detector, foi construído um gráfico da tensão aplicada versus a taxa de contagem, no intuito de se verificar em que intervalo de tensão ocorre na curva característica uma inclinação representativa de um

patamar. A tensão de operação do detector selecionada situou-se a 1/3 do limite inferior do intervalo de ocorrência do patamar, conforme recomendação de MAFRA (1973).

De posse do ponto de operação, calibrou-se o ganho do amplificador, de forma que o fotopico de 661,7 keV de energia proporcionasse um pulso de 3V no osciloscópio (altura de pulso de referência do laboratório de Radiotraçadores/IEN). Esta calibração foi realizada a cada contagem de pulso, para cada conjunto de detecção utilizado.

Três detectores cintiladores NaI foram utilizados no experimento, a saber:

Detector 1 – Detector D_1 posicionado logo após o sistema de injeção responsável pela primeira aquisição de taxas de contagem para a técnica de Transiente de tempo;

Detector 2 – Detector D_2 posicionado após o detector 1, tendo a dupla finalidade: responsável pela segunda aquisição de taxas de contagem para a técnica de Transiente de tempo e também a aquisição de taxas de contagem para a técnica de Contagem Total;

Detector Contador – Detector empregado na aquisição de contagens para a determinação das atividades das amostras de óleo marcado.

III.2.2 – Curva de eficiência dos detectores Cintiladores NaI.

Para se obter a eficiência do conjunto de detecção torna-se necessário o emprego de fontes calibradas com atividade definida e também dados específicos quanto ao valor da probabilidade de emissão de raios gama, a energia característica, o tempo de contagem (tempo vivo), o fator geométrico, F_g , e a contagem total registrada na energia do fotopico.

A eficiência do detector NaI é fortemente dependente da energia da radiação que incide em seu cristal. Objetivando levantar uma curva da eficiência dos detectores, o procedimento adotado foi o especificado por KNOLL (1989). Para se realizar este procedimento, foram posicionadas diversas fontes de referência, listadas na Tabela III.3, na posição intermediária do arranjo durante 18 horas. As contagens totais foram registradas pelo analisador multicanal Canberra, dotado do programa computacional GENIE-2000.

Tabela. III.3 – Fontes utilizadas para determinação da eficiência do detector.

FONTE	ENERGIA DO FOTOPICO [keV]	PROBABILIDADE DE EMISSÃO GAMA [%]	ATIVIDADE [kBq]	ATIVIDADE CORRIGIDA* [kBq]
²⁴¹ Am	59,5	35,9	190,478	189,191
¹⁵² Eu	121,8	28,4	150,415	121,485
¹⁵² Eu	244,7	07,5	150,415	121,485
¹⁵² Eu	344,3	26,5	150,415	121,285
¹³⁷ Cs	661,7	85,1	329,391	299,097
^{166m} Ho	711,7	54,1	23,548	23,490
²² Na	1274,5	99,4	49,536	33,148
⁶⁰ Co	1332,5	100,0	392,067	325,479
¹⁵² Eu	1408,0	20,7	150,415	121,485

* Atividade corrigida para data da realização das medidas.

O conjunto detector-colimação-blindagem destinado a medir a atividade das amostras foi o mesmo desenvolvido por Ramos nas pesquisas com fluxo de água (RAMOS, 2006), que obteve o valor do fator geométrico, F_g , referente ao mesmo conjunto na posição intermediária da bandeja, a 103 mm do detector.

Embora a Técnica de Contagem Total não requeira o conhecimento da eficiência do conjunto de detecção instalado na linha de transporte para detecção da passagem do radiotraçador, detector D_2 , e a eficiência do conjunto também foi calculada, a fim de se verificar se o mesmo apresentava alguma resposta anômala, fato que não foi observado.

III.2.3 – Análise do espectro registrado pelo sistema de aquisição pela contagem no fotopico.

Para se obter somente a contagem referente ao fotopico é necessário separá-la das contribuições da contagem devido à radiação de fundo (background), relacionada à: contribuição do meio ambiente, BG_1 , e ao efeito Compton e ao escape de radiação gama de maior energia, BG_2 .

O procedimento para a subtração da radiação de fundo proveniente do meio ambiente BG_1 consistiu no registro, por igual período de tempo, de uma contagem sem a presença de fonte radioativa na bandeja, e na subtração desses valores das respectivas contagens registradas por canal de energia na presença das fontes. Com as contagens líquidas, construiu-se um gráfico do espectro que, através do método de Savitzky-Golay (VETTELING, 1992), foi filtrado.

Para discriminar os fotopicos de interesse e subtrair a interferência do BG_2 devido ao efeito Compton e ao escape de raios gamas de maior energia, seguiu-se a orientação de Tsolfanides (1983). Após a subtração do BG_2 , ajustou-se uma curva polinomial tangente aos pontos dos limites à esquerda e à direita do fotopico, conforme ilustra a Figura III.5:

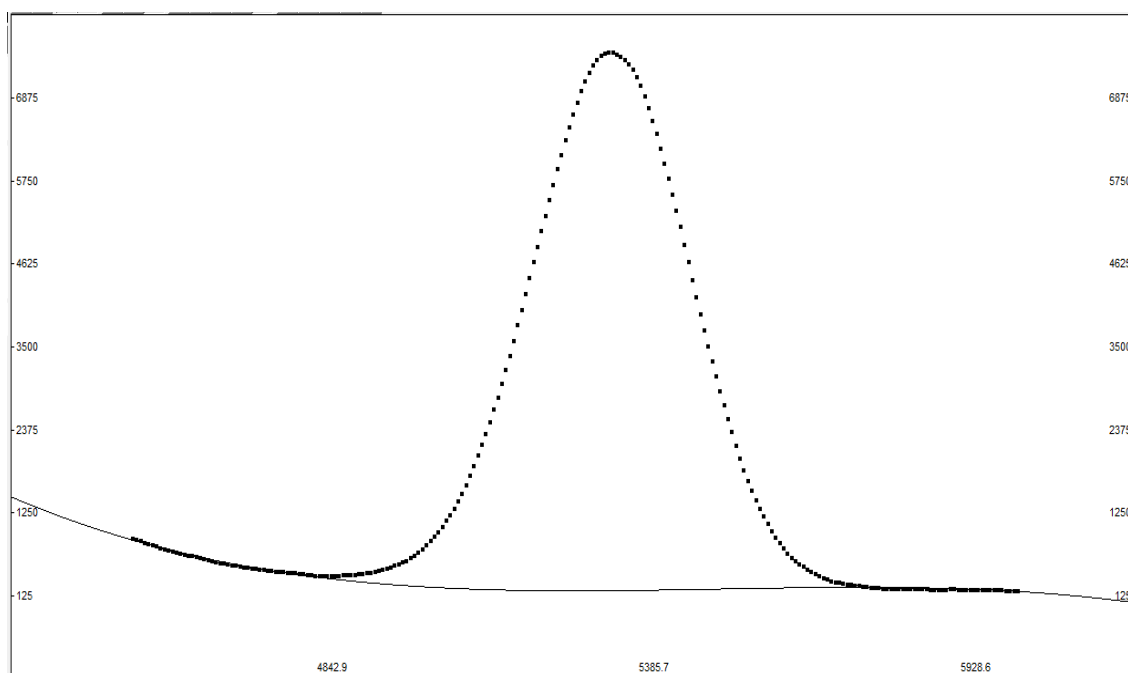


Figura III.5 – Separação do fotopico 1274,5 keV do radioisótopo ^{22}Na .

A contagem total referente ao fotopico é exatamente a área do gráfico compreendida entre a curva das contagens e a curva polinomial. O cálculo da área foi feito com o auxílio de programas desenvolvidos pelo grupo de pesquisa de radiotraçadores do Instituto de Engenharia Nuclear, que ajustam uma curva aos valores medidos por método não linear de mínimos quadrados.

III.3 – Marcação do óleo.

Foram testados dois radioisótopos como traçadores, ^{198}Au e ^{82}Br . Como, na técnica de Contagem Total é fundamental o conhecimento exato da área sob o fotopico, e no espectro de emissão de radiação gama pelo ^{82}Br ocorrem três picos em energias muito próximas (554,3keV; 619,1keV; 776,5keV), o ^{198}Au foi o escolhido para a realização dos experimentos por possuir as características listadas no item II.2 e apresentar um único fotopico (411,8 keV).

A produção do radioisótopo ^{198}Au foi por meio de um composto contendo ^{197}Au submetido por durante quatro horas ao processo de ativação neutrônica no canal de irradiação J – 9 do reator Argonauta do Instituto de Engenharia Nuclear, num fluxo de nêutrons térmicos de $1,6 \cdot 10^9$ nêutrons/cm²·s e epitérmicos de $2,5 \cdot 10^7$ nêutrons/cm²·s, com o reator operando a 340 W.

O processo de Marcação do óleo com ^{198}Au foi executado segundo nota técnica interna do Laboratório de Radiotraçadores/IEN (BRANDÃO, 2012).

III.4 – Determinação da atividade total das amostras.

Para se obter a atividade total do radiotraçador, foram retiradas amostras contendo $(15,00 \pm 0,01)$ µl do óleo marcado para cada injeção e colocadas no detector contador de atividade total, seguindo o procedimento utilizado por RAMOS (2006). Pelas contagens efetuadas durante 30 minutos, determinou-se a atividade da amostra. Obtém-se a atividade total injetada pela proporcionalidade direta entre volume da amostra e o volume injetado.

III.5 – Determinação do fator de calibração F .

Como mencionado no item II.3.3, para o cálculo do fator de calibração F , faz-se necessário construir um aparato experimental, mostrado na Figura III.6, que reproduza a mesma geometria e sistema de detecção a serem instalados na linha de transporte de óleo onde, será medida a vazão de óleo pela técnica de contagem total, utilizando-se do mesmo radiotraçador.

No tubo de 2” de PVC, que simula a linha de transporte, foram depositados 500 ml de óleo. Com uma pipeta da marca TRANSFERPETTOR, (específica para uso com fluidos viscosos até $50,000 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ e densidades até $13,6 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$), foram adicionadas, sequencialmente, alíquotas de $(50,00 \pm 0,01) \mu\text{l}$ do radiotraçador. Com a finalidade de garantir a homogeneidade em todo o volume, um agitador magnético da marca NOVA TÉCNICA, modelo NT 103 foi acoplado à base do tubo.



Figura III.6 – Aparato experimental construído para a determinação do fator de calibração F .

Com os dados coletados pelo sistema de detecção traçou-se um gráfico onde os patamares das contagens foram bem definidos. Da relação entre os valores das contagens e a concentração de radiotraçador utilizada, obteve-se o fator de calibração F .

Como se mencionou no item II.3.3, o emprego da Técnica de Contagem Total exige que se minimize as possíveis fontes de erro e incertezas quanto ao número de contagens relativas, exclusivamente do radiotraçador. Para evitar contagens espúrias, o conjunto de detecção foi utilizado com o analisador monocanal no modo janela fechada na região do fotopico de 411,8 keV de energia do radioisótopo ^{198}Au .

III.6 – Determinação da região do fotopico na energia de 411,8 keV dos raios gama emitido pelo radittraçador ^{198}Au .

Com o auxílio do analisador monocanal, operando no modo diferencial, cobriu-se o espectro do ^{198}Au , desde a altura de pulso correspondente de 1,20 V até 2,50 V, faixa de energia do fotopico, com janela ΔE de 0,05 V. Contagens foram registradas a cada dois minutos, cujos valores foram dispostos num gráfico em função das energias para se determinar a largura do fotopico.

III.7 – Registro de dados experimentais para a medida da vazão.

Dois aparatos de detecção foram usados para se medir a vazão, pelas técnicas de Transiente de Tempo e Contagem Total.

O primeiro detector foi posicionado a 2,50 metros do ponto de injeção, para garantir a homogeneização do radiotraçador no meio e proporcionar um perfil mais uniforme de fluxo da nuvem radioativa. O segundo detector, cujos dados também foram utilizados para a Técnica de Contagem Total, foi posicionado a 4,66 metros distante do primeiro. Este segundo detector está instalado na posição vertical de transporte com a finalidade de se minimizar efeitos de retro-espalhamento proveniente do piso do laboratório.

Ao iniciar o experimento, deixou-se o óleo circular livremente pela linha de 2” de diâmetro durante cinco minutos, no intuito do sistema se estabilizar, para se dar início à aquisição dos dados. Após se certificar que o sistema de aquisição de dados processava os pulsos de forma estável, injetou-se $(20,00 \pm 0,05)$ ml de radiotraçador ^{198}Au na linha de transporte. O tempo médio para aquisição das contagens foi de aproximadamente 20 minutos, intercalando-se um intervalo de uma hora entre as contagem.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

IV.1 – Caracterização dos detectores cintiladores (NaI):

Os detectores cintiladores (NaI) são os que respondem com fluorescência à interação da radiação incidente sobre seu cristal. Através do efeito fotoelétrico e com o auxílio de uma fotomultiplicadora, pulsos elétricos são gerados que podem ser analisados, utilizando-se uma eletrônica associada. Desta forma, cada detector tem sua curva característica, representada pelo número de pulsos gerados em cada tensão de tensão de operação, e uma resolução própria, caracterizada pelo estado e natureza de seu cristal.

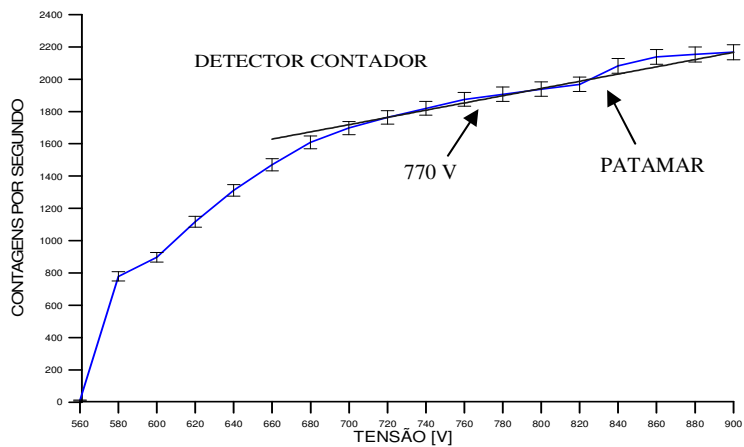
Os dados adquiridos pelo procedimento relatado no item III.2.1 proporcionaram o levantamento das curvas características dos detectores utilizados, como pode ser observado na Figura IV.1. De acordo com MAFRA (1973), o patamar da curva característica de detectores cintiladores apresentam uma pequena inclinação relacionado ao ganho e à sensibilidade da fotomultiplicadora. O ponto de operação foi determinado a 1/3 do início da região de patamar.

Na Tabela IV.1, encontram-se listados os parâmetros obtidos pela interação dos raios γ emitidos por uma fonte de ^{137}Cs com atividade de 299,1 kBq relacionados a cada detector utilizado: intervalo de voltagem na região de patamar, ponto de operação e resolução.

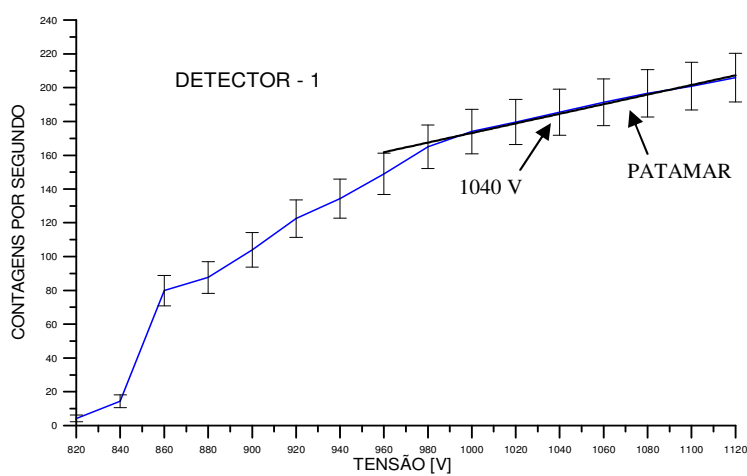
Tabela. IV.1 – Patamar, ponto de operação e resolução dos conjunto de detecção.

Detector	Patamar [V]	Ponto de Operação [V]	Resolução ^{137}Cs [%]
Contador	[700 , 820]	770	9,7
Detector 1	[1000 , 1120]	1040	9,8
Detector 2	[820 , 940]	860	7,8

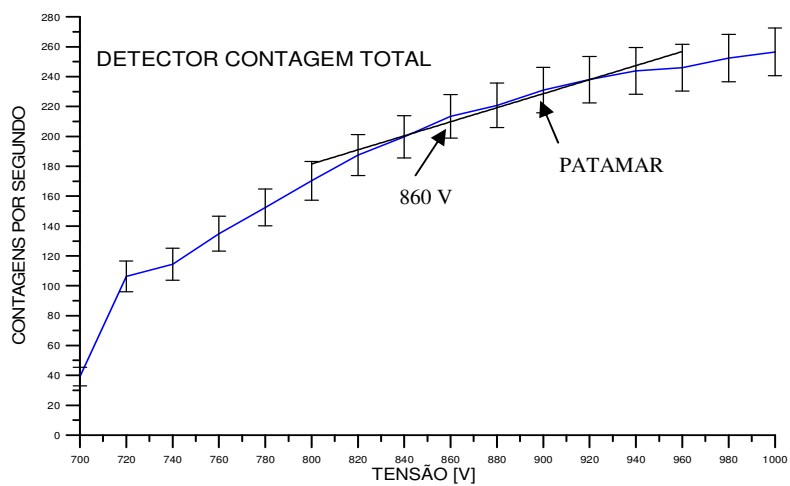
A resolução dos detectores para os fotopicos das fontes calibradas com atividade definida listadas na Tabela III.1 apresentou-se próxima a 10%.O conjunto de detecção utilizado para a determinação da atividade apresentou uma resolução de 10,4% para a energia de fotopico de 411,8 keV dos raios gama emitidos pelo do ^{198}Au , enquanto a resolução do detector utilizado para a Técnica de Contagem Total foi de 8,3%.



(a)



(b)



(c)

Figura IV.1 – Curvas características dos detectores: (a) detector contador, (b) detector 1, (c) detector contagem total.

IV.2 – Curvas de eficiência dos detectores.

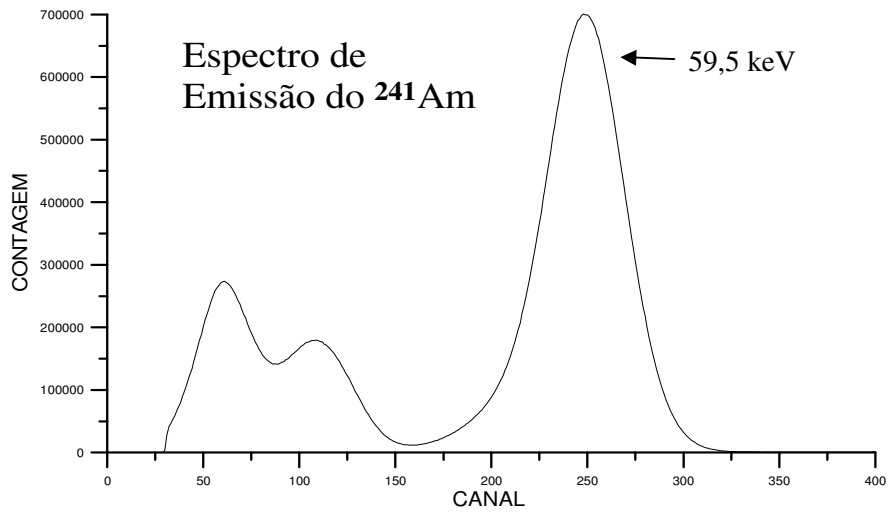
O fator geométrico, F_g , é um parâmetro essencial para a determinação da eficiência do conjunto de detecção. O valor deste parâmetro depende essencialmente do posicionamento relativo entre detector e fonte. Um arranjo experimental foi montado com dimensões definidas, que se encontram dispostas na Tabela IV.2. O programa GEOFACTOR, desenvolvido por BRANDÃO, basea-se no método de Monte Carlo e calcula o ângulo sólido de sistemas geométricos complexos. Obteve-se, então, o valor de $F_g = (5,17 \cdot 10^{-2} \pm 0,02 \cdot 10^{-2})$.

Tabela.IV.2 – Medidas referentes ao fator geométrico F_g do conjunto de detecção da Contagem Total.

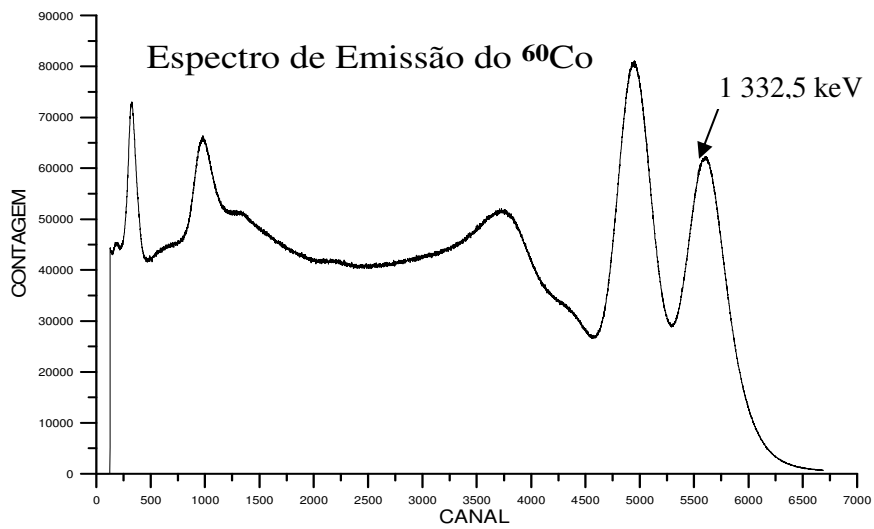
	Diâmetro do colimador [cm]	Distância fonte/detector [cm]	Ângulo sólido, Ω [sr]	Fator geométrico, F_g (10^{-2})
Detector 2	$2,52 \pm 0,05$	$2,55 \pm 0,05$	$0,650 \pm 0,003$	$5,17 \pm 0,02$

Para o conjunto de detecção destinado a medir a atividade das amostras, o fator geométrico considerado foi o obtido por RAMOS (2006).

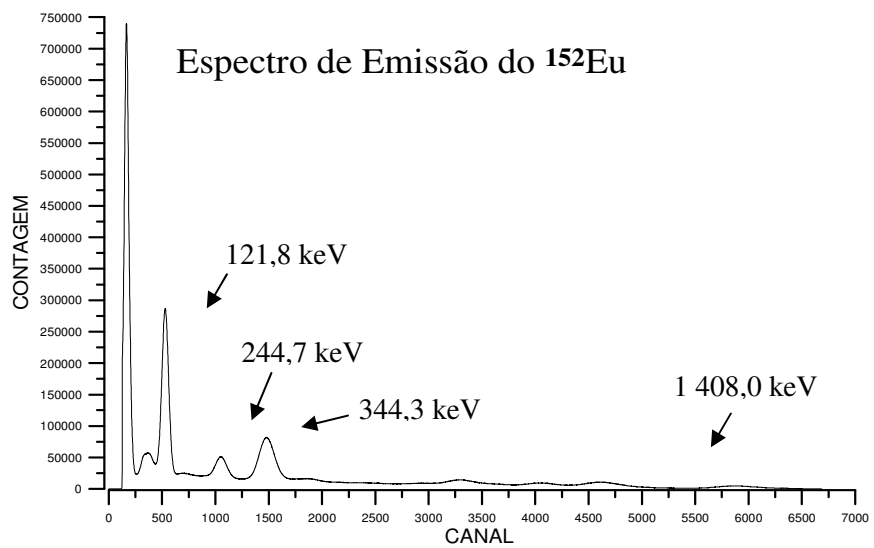
A determinação da eficiência foi exaustivamente trabalhada, pois a acurácia desse parâmetro é fundamental para o uso da Técnica de Contagem Total. O conhecimento preciso da eficiência do conjunto de detecção para a energia do fotopico em questão é fator primordial para se calcular a atividade a ser injetada na linha de transporte. Os espectros referentes às fontes calibradas estão apresentados na Figura IV.2 e IV.3. Nestas, estão discriminados as energias dos fotopicos utilizados para a determinação da eficiência.



(a)

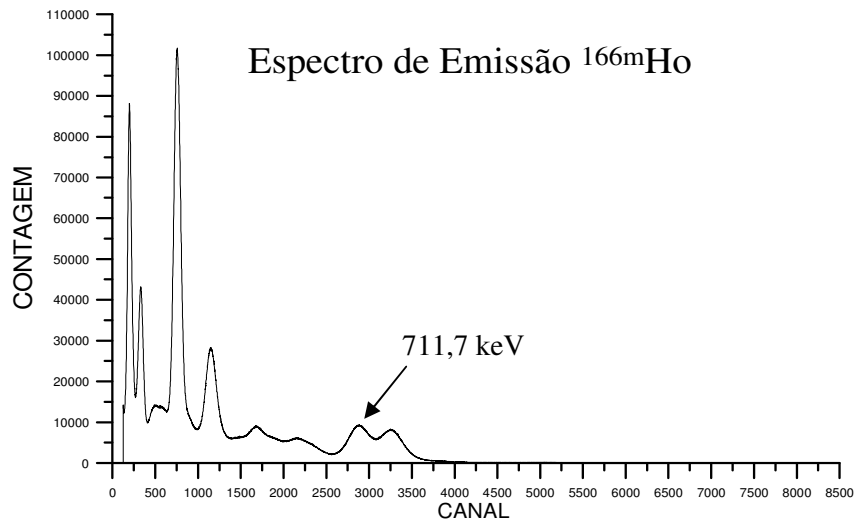


(b)

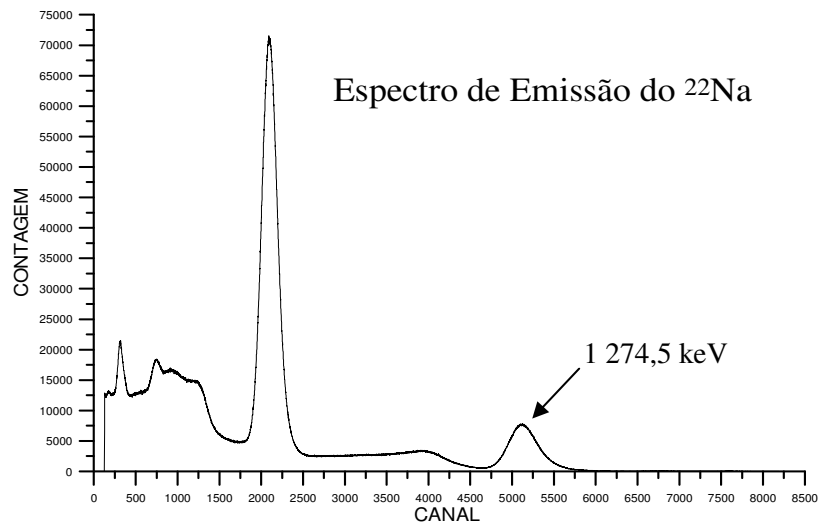


(c)

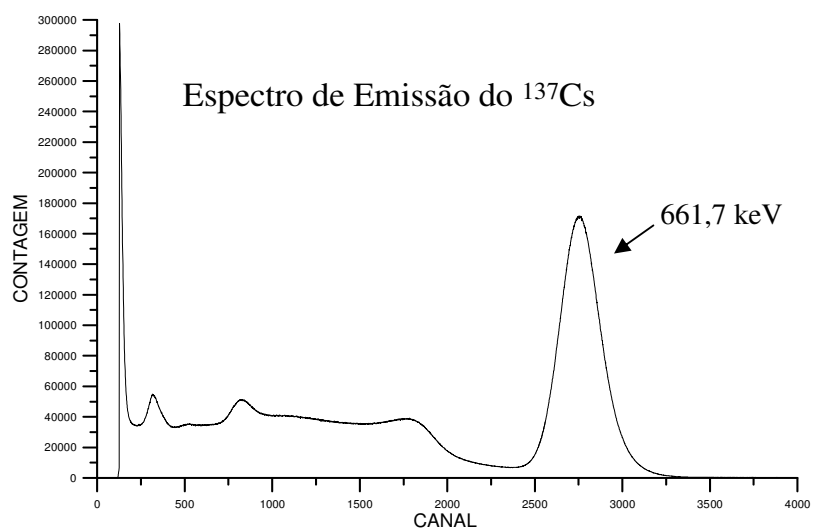
Figura. IV.2 – Espectros de emissão gama das fontes radioativa utilizadas: (a) ^{241}Am , (b) ^{60}Co , (c) ^{152}Eu



(d)



(e)



(f)

Figura. IV.3 – Espectros de emissão gama das fontes radioativa utilizadas: (d) ^{166m}Ho , (e) ^{22}Na e (f) ^{137}Cs .

A seleção e intensidade das energias dos fotopicos escolhidos nos espectros de emissão das diversas fontes radioativas possibilitaram discriminá-los e minimizar a influência dos picos adjacentes, exceto no do ^{166m}Ho . Neste caso, a resolução do conjunto de detecção não permitiu se distinguir os fotopicos de 810,3 keV (57%) e 830,6 keV (10%) e, por isso, não foram selecionados. As curvas de eficiência encontram-se dispostas nas Figuras IV.4 e IV.5. Nas Tabelas IV.3 e IV.4, respectivamente, constam os parâmetros de ajuste relacionados às curvas de eficiência para o detector contador e o detector 2:

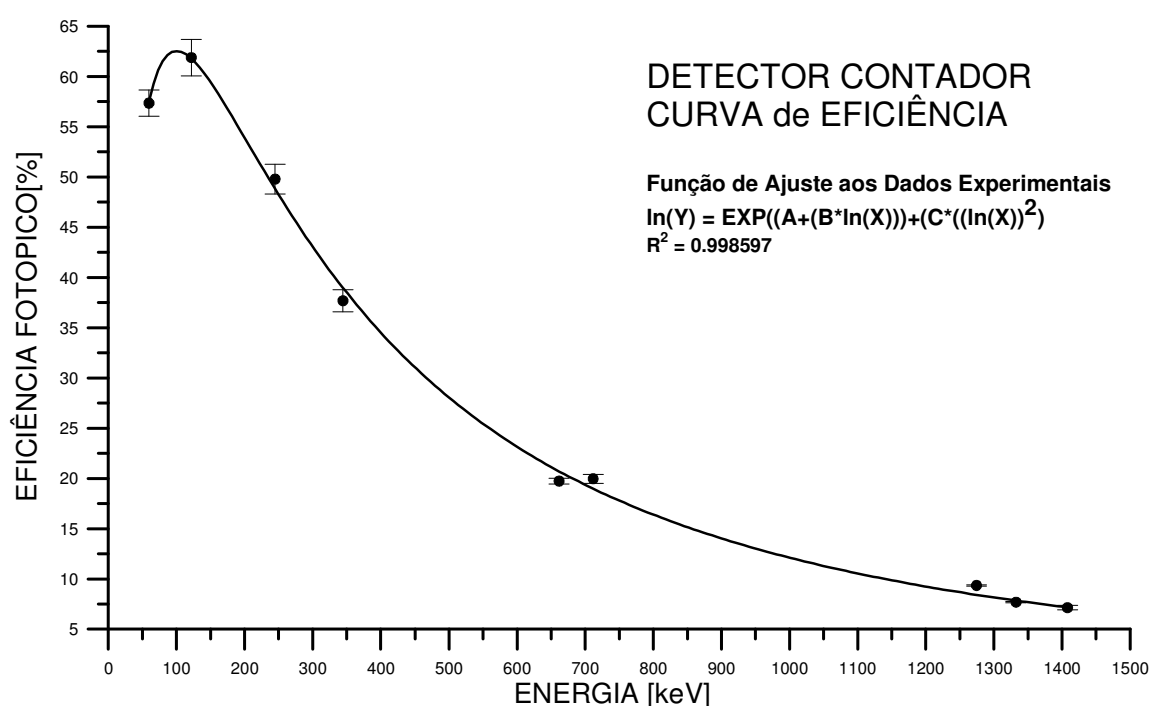


Figura. IV.4 – Curva de eficiência do detector contador.

Tabela.IV.3 – Parâmetros referentes à eficiência do conjunto de detecção empregados na medida da atividade.

DETECTOR	F_g^*	A	B	C	R^2
Contador	$1,449 \cdot 10^{-1} \pm 0,006 \cdot 10^{-1}$	-2,444	2,856	-0,310	0,999

* Valores obtidos em RAMOS (2006).

Com esses resultados foi determinada a eficiência (ϵ) do conjunto de detecção 2 para o fotopico de 411,8 keV de energia do ^{198}Au em 33,6%.

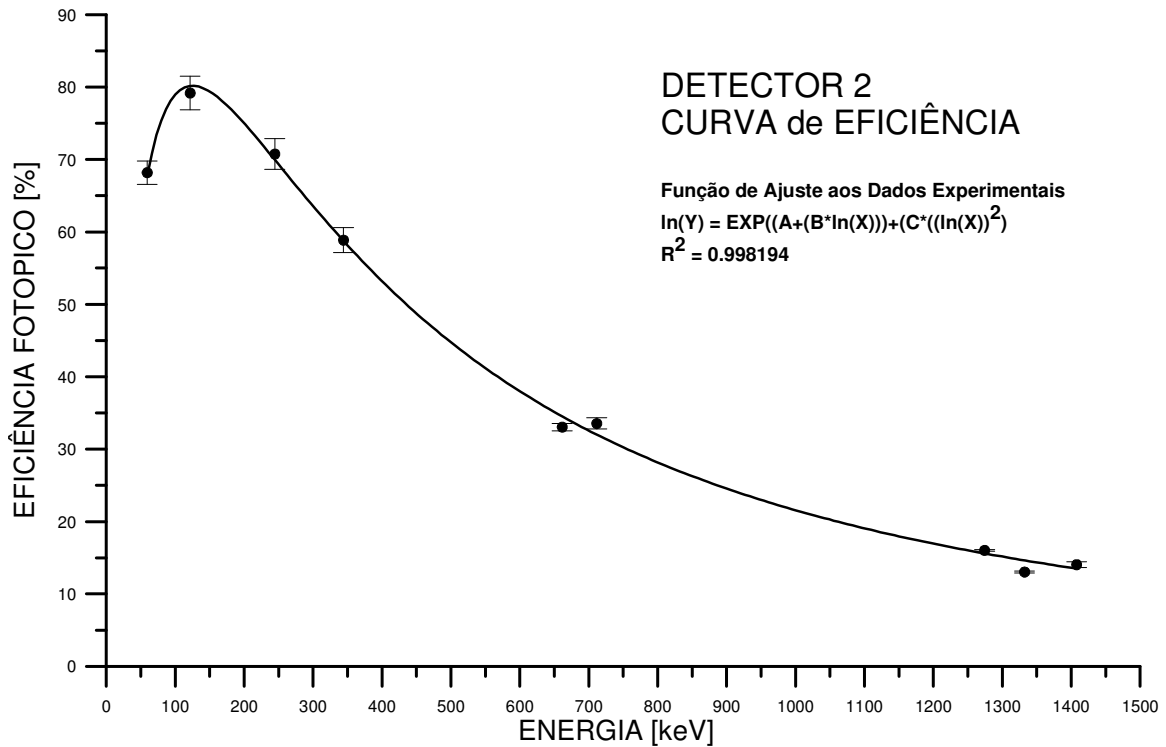


Figura. IV.5 – Curva de eficiência do detector empregado para contagem total.

Tabela.IV.4 – Parâmetros de ajuste referentes à determinação da eficiência do conjunto de detecção da contagem total.

DETECTOR	F_g	A	B	C	R^2
Detector 2	$5,17 \cdot 10^{-2} \pm 0,02 \cdot 10^{-2}$	-2,786	2,972	-0,308	0,998

Usando o mesmo procedimento anterior, determinou-se o valor da eficiência do conjunto de detecção, e, para a energia de fotopico de 411,8 keV, correspondente ao radiotraçador ^{198}Au , com 49,7%. Esta aparente discrepância entre as eficiências dos dois conjuntos de detecção considerados está relacionada às diferentes geometrias de detecção.

IV.3 – Determinação da atividade.

Com a finalidade de se verificar a exatidão das curvas de eficiência do detector contador e detector 2, foi calculada a atividade de uma segunda fonte de referência de ^{137}Cs com atividade corrigida para data de medição. Os erros percentuais relativos entre a atividade de referência e a atividade experimental apresentaram valores inferiores a 5%, como mostradas na Tabela IV.5:

Tabela IV.5 – Comparação entre as atividades.

DETECTOR	Atividade Corrigida [kBq]	Atividade experimental [kBq]	Erro relativo
Detector Contador	536,61	524,10	2,33 %
Detector 2	538,04	512,39	4,77 %

Como, no emprego da técnica da Contagem Total é essencial o conhecimento das atividades envolvidas nos experimentos, determinou-se as atividades dos radiotraçadores injetados, tanto das alíquotas para determinação do fator de calibração F, quanto nos três experimentos de medidas de vazão adotando-se procedimentos descritos no item III.4. Na Tabela IV.6 encontram-se listadas as atividades empregadas nos dois casos.

Tabela IV.6 – Valores das atividades injetadas.

	ATIVIDADE [kBq]
EXPERIMENTO 1	260,0 ± 1,7
EXPERIMENTO 2	260,0 ± 1,7
EXPERIMENTO 3	299,4 ± 2,5

IV.4 – Determinação da janela para a energia do fotopico de 411,8 keV relativo ao radioisótopo ^{198}Au .

A determinação da região do fotopico de 411,8 keV de energia do radiotraçador ^{198}Au foi obtida, segundo o procedimento descrito no item III.6. Com as taxas de

contagens registradas por segundo coletadas, em relação à tensão aplicada, construiu-se o gráfico do espectro, mostrado na Figura IV.6. Pelo comportamento do espectro, adotou-se uma janela no analisador monocanal compreendendo o intervalo de 1,5V até 2,1V para a aquisição das contagens da radiação gama de 411,8 keV emitida pelo radiotraçador ^{198}Au . Este intervalo representa a distância dos extremos relacionados à posição central de tensão correspondente à energia do fotopico do radiotraçador, 1,8V, distantes duas larguras à meia altura à esquerda e à direita dela, conforme MAFRA (1973).

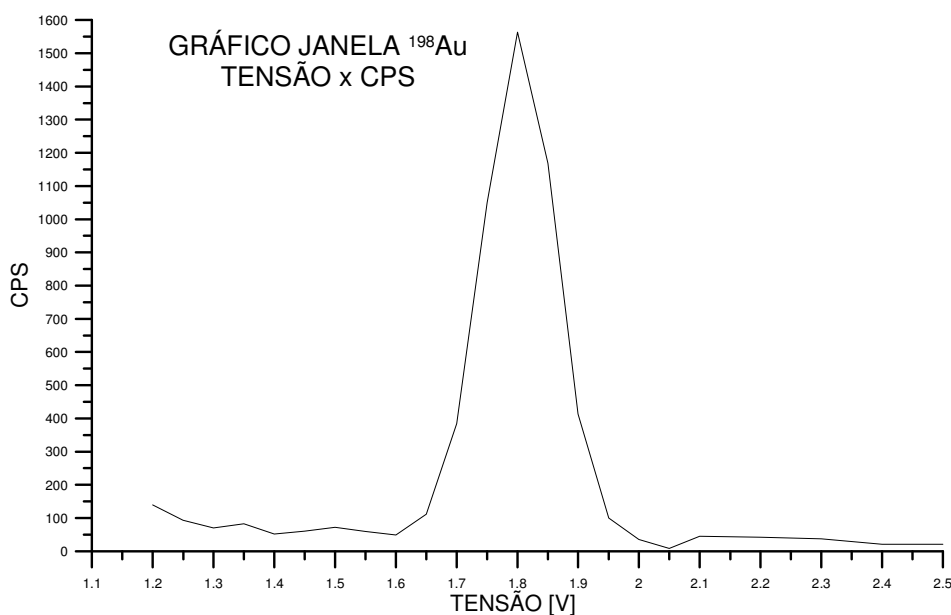


Figura IV.6 – Distribuição das taxas de contagens de contagens por segundo (CPS) em relação às voltagens [V] aplicadas, próxima ao fotopico de 411,8 keV de energia do radiotraçador ^{198}Au .

IV.5 – Determinação do fator de calibração, F , para emprego da técnica de Contagem Total.

O fator de calibração F é um parâmetro fundamental para se empregar a técnica de Contagem Total. Ele é determinado, experimentalmente, por meio de uma réplica das condições de detecção na linha de transporte, representada na Figura III.6. Neste aparato, foram depositadas, sucessivamente, alíquotas do radiotraçador com atividade de $(5,53 \pm 0,04)$ kBq em 500ml de óleo contidos no tubo de PVC.

Com os pulsos processados em contagens pela placa conversora ADC, foi construído o gráfico visto na Figura IV.7, que relaciona as taxas de contagem por segundo às injeções de radiotraçador.

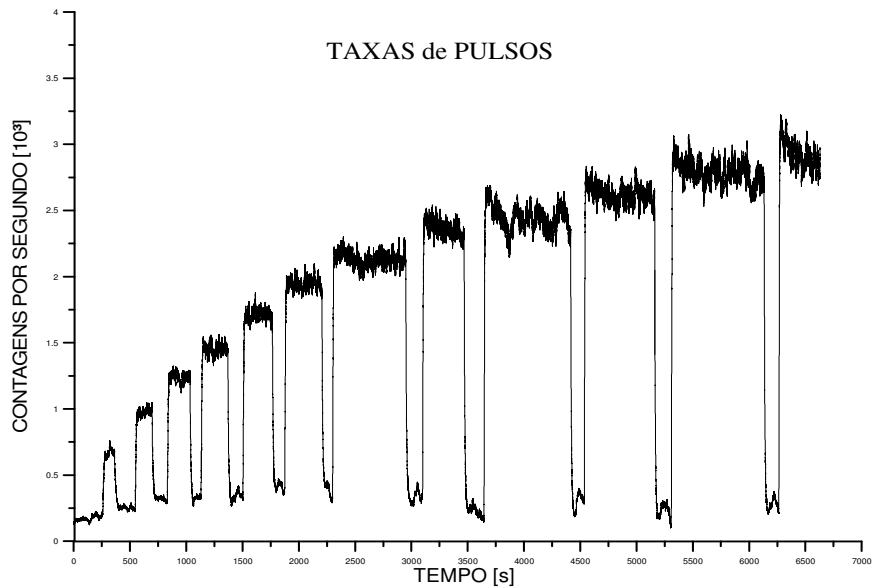


Figura IV.7 – Taxas de contagem por segundo (CPS) de pulsos registradas em função das injeções do radiotraçador para a determinação do fator F.

Após a filtragem pelo método de Savitzky-Golay (VETTELING, 1992), a curva de resposta foi desmembrada em patamares bem definidos. Após a subtração do background, ajustou-se uma reta paralela ao eixo das abscissas, através do programa desenvolvido para identificar a taxa de contagem por segundo, referente a cada injeção realizada, representada por patamares distintos. Na Figura IV.8 mostra-se o resultado da aplicação deste procedimento para o patamar-6.

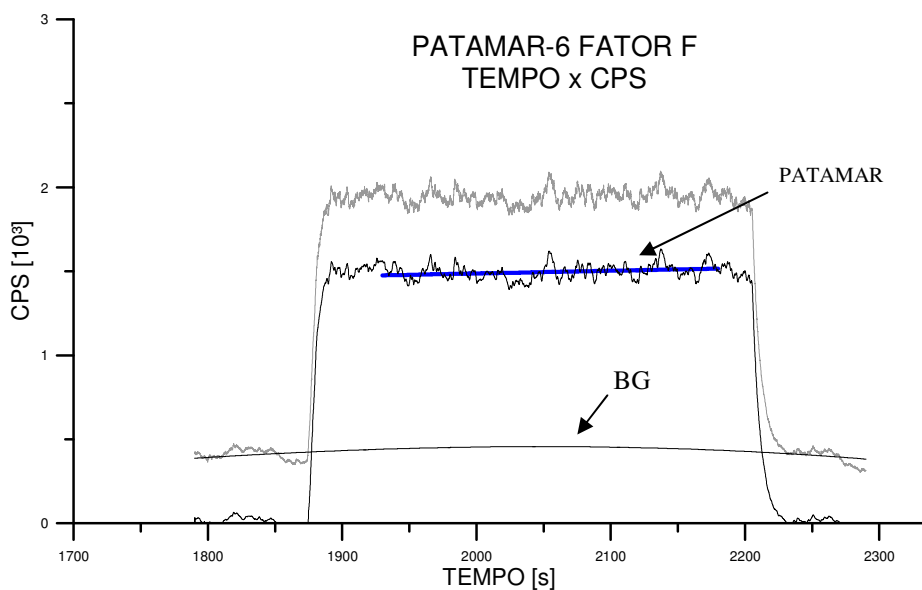


Figura IV.8 – Taxas de contagem registradas durante a sexta injeção do radiotraçador para a determinação do fator F.

Finalmente, construiu-se o gráfico observado na Figura IV.9 relacionando-se as taxas de contagem por segundo (CPS) com as concentrações das alíquotas injetadas do radiotraçador ^{198}Au . O coeficiente angular da reta ajustada aos pontos de medida determina o fator de calibração F.

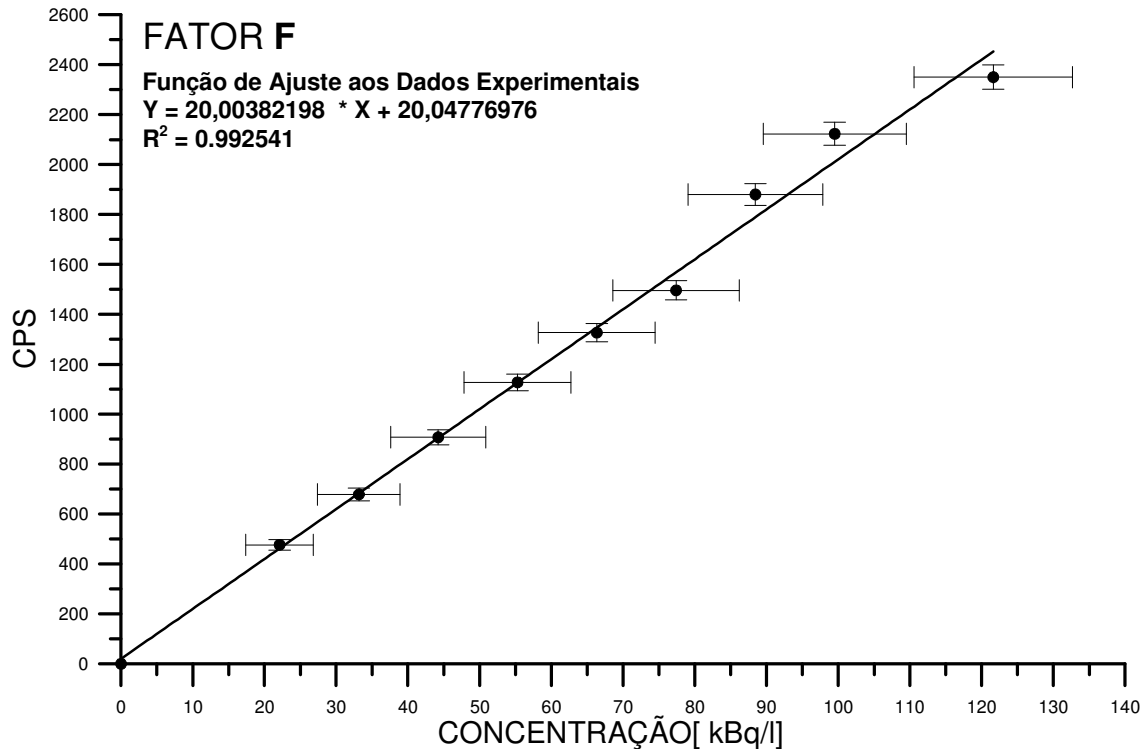


Figura IV.9 – Curva de correspondência entre as concentrações injetadas de radiotraçador e as taxas de contagem de radiotraçador para determinação do fator F.

IV.6 – Medida de vazão de derivados de petróleo.

Para se medir a vazão, foram utilizadas três técnicas simultaneamente: por medidor mecânico de vazão; pelo Transiente de Tempo e pela Contagem Total.

IV.6.1 – Medida de vazão empregando-se um medidor mecânico.

O medidor mecânico de vazão Oval L531231, cujas características encontram-se especificadas na Tabela III.1, foi inserido na linha de transporte com o intuito de também ser mais um balizador comparativo dos dados. Desta forma, uma informação relevante fornecida pelo medidor convencional, foi que a vazão apresentava

significativas variações durante o período total do experimento, como mostrado na Tabela IV.7.

Tabela IV.7 – Variação da vazão registrada por medidor mecânico durante os experimentos.

TEMPO DECORRIDO	36 [s]	119 [s]	145 [s]	411 [s]	574 [s]	626 [s]	700 [s]	772 [s]	857 [s]	941 [s]
VAZÃO [l/s] EXP-1			0,069		0,040				0,025	
VAZÃO [l/s] EXP-2		0,067				0,039		0,027		
VAZÃO [l/s] EXP-3	0,083			0,061			0,042			0,33

A análise dos dados obtidos pela aferição do medidor mecânico por meio de uma vazão calibrada instantânea em um tanque com precisão de dois litros, listados na Tabela IV.8, mostrou uma total coerência entre a e a vazão instantânea obtida pelo medidor mecânico, conforme se observa na Figura IV.10. O comportamento da vazão durante o experimento, confirmou que a vazão decaía exponencialmente, conforme pode ser observado no gráfico da figura.

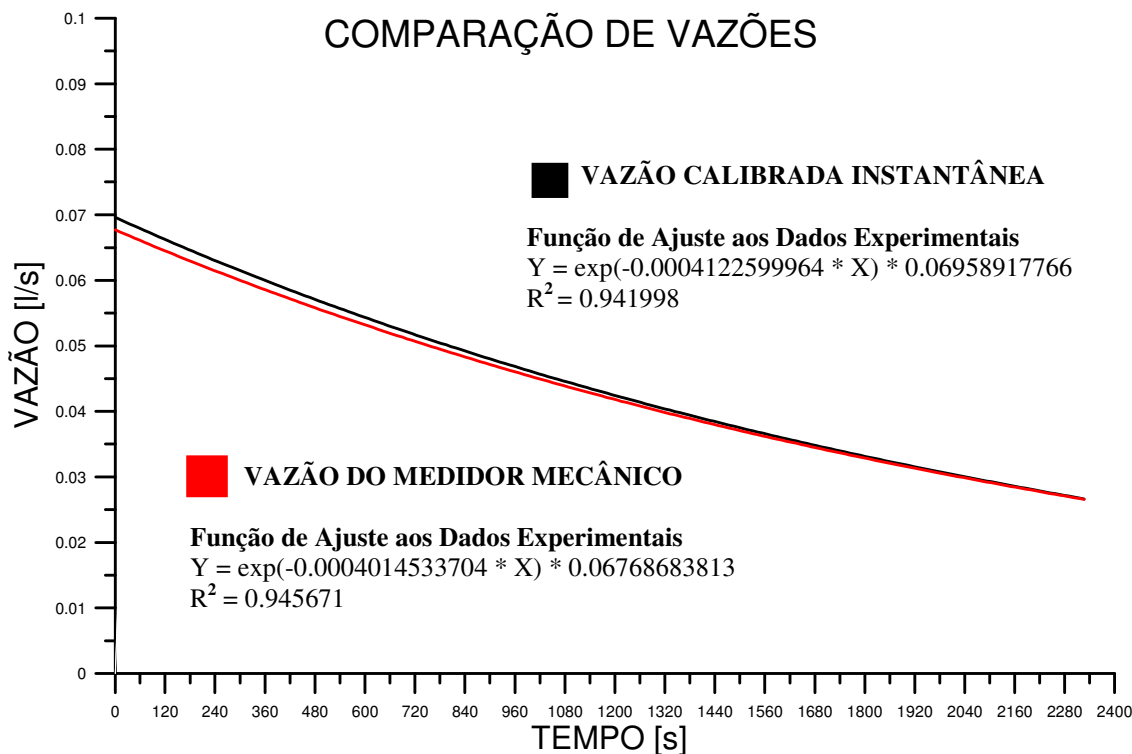


Figura IV.10 – Aferição do medidor mecânico pelo método volumétrico.

TabelaIV.8 – Dados da aferição do medidor mecânico pelo método volumétrico.

MEDIDA CALIBRADA [litros]	MEDIDOR MECÂNICO [litros]	Δ litro	TEMPO CORRIDO [h]	ΔT [s]	$Q_{calibrada}$ [l/s]	$Q_{medidor}$ [l/s]	TEMPO CORRIDO [s]
0	344.0	0.0	0:00:00	0.0	0.0000	0.0000	0.0
2	346.3	2.3	0:35:01	35.0	0.0571	0.0657	35.0
4	348.0	1.7	1:00:03	25.0	0.0800	0.0680	60.0
6	350.0	2.0	1:30:39	30.4	0.0658	0.0658	90.4
8	352.0	2.0	2:01:27	30.5	0.0656	0.0656	120.9
10	354.0	2.0	2:33:28	32.0	0.0625	0.0625	152.9
12	355.8	1.8	3:00:48	27.2	0.0735	0.0662	180.1
14	357.6	1.8	3:36:59	36.1	0.0554	0.0499	216.2
32	376.0	18.4	8:24:52	287.5	0.0626	0.0640	503.7
34	377.8	1.8	9:04:59	40.1	0.0499	0.0449	543.8
36	379.9	2.1	9:41:15	36.2	0.0552	0.0580	580.0
38	382.0	2.1	10:20:00	38.4	0.0521	0.0547	618.4
40	383.9	1.9	10:55:59	35.6	0.0562	0.0534	654.0
42	385.9	2.0	11:34:00	38.0	0.0526	0.0526	692.0
44	387.9	2.0	12:12:13	38.2	0.0524	0.0524	730.2
46	389.8	1.9	12:50:00	37.5	0.0533	0.0507	767.7
48	391.7	1.9	13:28:00	38.0	0.0526	0.0500	805.7
60	404.0	12.3	17:44:04	256.0	0.0469	0.0480	1061.7
62	406.0	2.0	18:37:00	52.6	0.0380	0.0380	1114.3
64	407.9	1.9	19:19:00	42.0	0.0476	0.0452	1156.3
66	409.7	1.8	20:04:48	45.5	0.0440	0.0396	1201.8
68	411.7	2.0	20:53:42	48.5	0.0412	0.0412	1250.3
70	413.8	2.1	21:43:59	50.2	0.0398	0.0418	1300.5
72	415.7	1.9	22:32:43	48.4	0.0413	0.0393	1348.9
74	417.8	2.1	23:26:53	54.1	0.0370	0.0388	1403.0
76	419.8	2.0	24:20:57	54.0	0.0370	0.0370	1457.0
87	431	11.2	29:46:53	325.6	0.0338	0.0344	1782.6
89	432.8	1.8	30:44:00	57.1	0.0350	0.0315	1839.7
91	434.7	1.9	31:46:00	62.0	0.0323	0.0306	1901.7
93	436.7	2.0	32:51:23	65.2	0.0307	0.0307	1966.9
95	438.7	2.0	34:00:49	69.3	0.0289	0.0289	2036.2
97	440.8	2.1	35:12:21	71.3	0.0281	0.0295	2107.5
99	442.8	2.0	36:22:03	69.4	0.0288	0.0288	2176.9
101	444.8	2.0	37:34:59	72.6	0.0275	0.0275	2249.5
103	446.8	2.0	38:52:00	77.0	0.0260	0.0260	2326.5

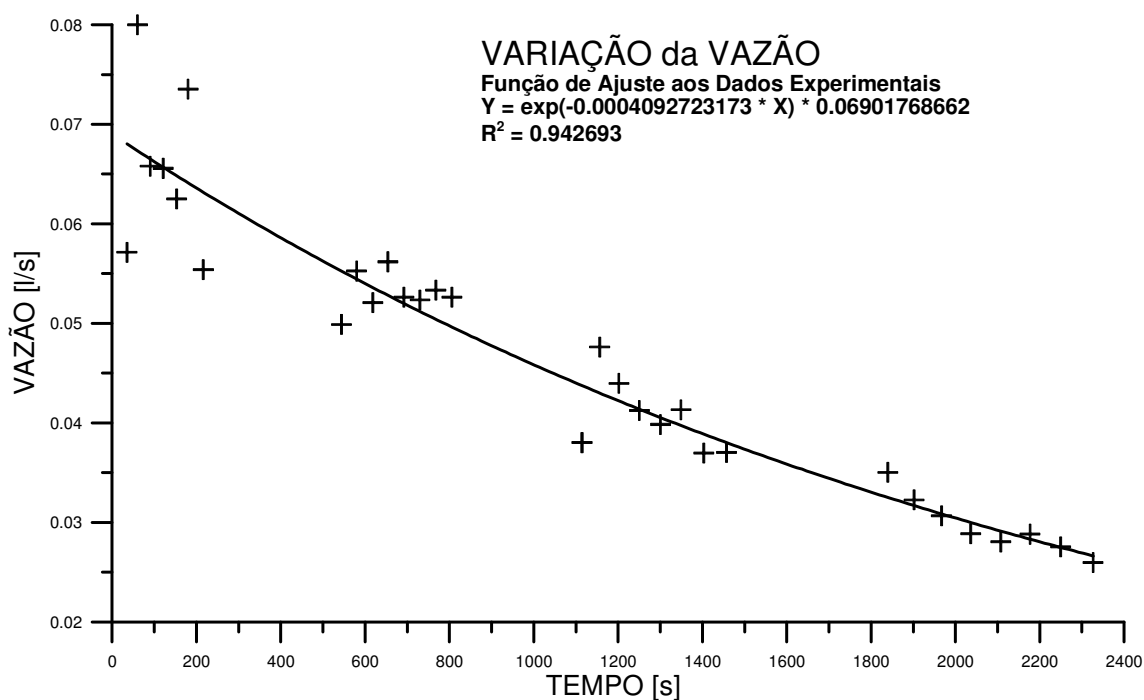


Figura IV.11 – Comportamento da vazão no tempo total de aferição.

IV.6.2 – Medida de vazão por meio do uso da técnica de Transiente de Tempo.

Ao se analisar os dados dispostos na Tabela IV.9, nota-se que os valores apresentam-se discrepantes em relação às respostas do medidor mecânico, constantes na Tabela IV.7.

Tabela IV.9 – Medidas da vazão pela técnica de Transiente de Tempo.

	VAZÃO [$l \cdot s^{-1}$]	δ VAZÃO [$l \cdot s^{-1}$]	INCERTEZA RELATIVA [%]
Experimento 1	0,09	0,08	88,9
Experimento 2	0,09	0,07	77,8
Experimento 3	0,09	0,08	88,9

Este fato pode ter como causa os seguintes fatores:

- Baixa atividade – A relação sinal/ruído é muito importante para a discriminação otimizada da curva de passagem do radiotraçador pela região sensível do detector. Quanto mais baixa for a atividade do

radiotraçador, mais difícil será distinguir as contagens relativas à nuvem radioativa do traçador das contagens devido à radiação de fundo. Durante a etapa de experimentos, o reator do Argonauta do IEN sofreu uma manutenção imprevista, ocasionando uma parada, que acarretou na falta de suprimento do radioisótopo ^{198}Au por três meses, impossibilitando a realização de novos experimentos.

- Pulso irregular – A presente pesquisa é o primeiro trabalho desenvolvido no Laboratório de Radiotraçadores/IEN referente a estudos de escoamento de fluidos viscosos e à medida de vazão de derivados de petróleo. A prática usual de injeção instantânea usada anteriormente para os experimentos com água não foi possível de ser empregada no caso da linha de transporte de óleo. Foi desenvolvido um novo processo de injeção do óleo marcado, mas este dispositivo não atendeu ao critério de um pulso pistão, ocasionando assim, pulsos irregulares, que produziram valores de dispersão muito alto para a técnica de Transiente de Tempo.
- Vazão irregular – A vazão não se manteve constante durante o experimento. Após a constatação da variação da vazão, várias hipóteses foram levantadas e testadas experimentalmente. Constatou-se que o sistema de regulação de vazão instalado na linha de transporte, descrito no item III.2, acarretava uma despressurização da linha.

IV.6.3 – Medida de vazão por meio do uso da técnica de Contagem Total.

Os dados registrados pela técnica de Contagem Total listados na Tabela IV.10, mostraram incertezas em torno de 10% e grande discrepância com o do medidor mecânico.

Tabela IV.10 – Medidas da vazão por meio da técnica de Contagem Total.

	VAZÃO [$\text{l} \cdot \text{s}^{-1}$]	δ VAZÃO [$\text{l} \cdot \text{s}^{-1}$]	INCERTEZA RELATIVA [%]
Experimento 1	0,18	0,02	11,1
Experimento 2	0,18	0,02	11,1
Experimento 3	0,19	0,02	10,5

A explicação para discrepância entre as medidas referentes à técnica de Contagem Total e a medidas do medidor mecânico, Tabela IV-7, e, também, o grau de incerteza, se deve às mesmas ocorrências que afetaram as medidas da técnica de Transiente de Tempo.

Para a medição de vazão em dutos fechados, em todos os métodos, é imperativo que a vazão se mantenha constante ou que apresente pequenas flutuações em torno de um valor médio, durante o período de medição. Para a técnica de contagem total esta afirmação foi referendada por HULL (1958).

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Ao final do trabalho, concluiu-se que parte dos objetivos foi alcançado como descrito abaixo:

O projeto e a montagem da linha de transporte de fluido orgânico mostraram-se adequados à pesquisa atual e atenderá trabalhos futuros, exceto pela necessidade do aprimoramento do controle de vazão.

A calibração dos conjuntos de detecção, utilizando detectores cintiladores NaI de 2"x2", foi alcançada. Escolha de detectores, curva característica, ponto de operação, curva de eficiência e diversos parâmetros foram determinados para se obter uma calibração segura, que proporcionou aquisição de dados confiáveis.

O projeto e montagem de dispositivo experimental para determinação do fator de calibração F foi executado e atendeu a sua principal função: reproduzir com exatidão a geometria de detecção empregada na linha de transporte de fluidos orgânicos.

O radiotraçador escolhido desempenhou adequadamente a sua função de marcador. O processo de obtenção e de tratamento do ouro, para que pudesse ser irradiado, mostraram-se seguro e eficiente, bem como a discriminação da energia de seu fotopico.

O emprego da técnica de contagem total para a medida de vazão no óleo foi executada. A vazão medida por esta técnica apresentou uma excelente reprodutibilidade e uma boa precisão, embora uma discrepância com os resultados do medidor mecânico.

Como trabalhos futuros ficam as seguintes propostas: (1) instalação de um controlador de frequência, na bomba de pressurização, como meio de controlar e estabilizar a vazão na linha de transporte; (2) desenvolvimento de um sistema injetor pneumático, de forma a possibilitar uma injeção tipo pistão, melhorando assim, as incertezas dos resultados obtidos pela técnica de transiente de Tempo; (3) a simulação da presença de fuga de materiais transportados (desvios e vazamentos); (4) simulação da ocorrência de obstruções nas tubulações; (5) aferição de medidores de vazão; e (6) medição de vazão em sistemas bifásicos, o domínio desse processo permitirá a medição

de vazão em sistemas multifásicos, como, por exemplo, em sistemas solido-liquido-gasoso.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS (ANP), *Anuário Estatístico Brasileiro do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis-2012*. Disponível em: <<http://www.brasil.gov.br/noticias/arquivos/2012/07/31/anuario-estatistico-2011-da-anp-destaca-os-resultados-do-pre-sal/print>> acesso em: 16 Fev. 2013, 18:49.

AKERMAN, K., SZUCHNIK A., 1964. "Some Aspect of the possibilities of Application of Labelled Organic-Metallic Compounds to Investigate Material Movement in the Refining and Petrochemical Industry". *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, v.15, pp 319-324.

BARBOUR, E., 1969. "Potencial Economic Benefits from the Use of Radioisotopes in Flow Measurements Through High-Head Turbines and Pumps". In: *A Water Resources Technical Publication*. United States Government Printing office, Washington.

BARRY, B. J., 1978. "Flow Measurement by the Dilution Method with Incomplete Mixing". *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, v.29, pp 525-529.

BRANDÃO, L. E. B., 2003. "Análise de Unidades Industriais pela Técnica de Traçadores Radioativos – Função Distribuição do Tempo de Residência". *Relatório Técnico – IEN*, n. 17. Instituto de Engenharia Nuclear, Rio de Janeiro.

BRANDÃO, L. E. B., 2012. "Produção de ^{198}Au Coloidal para Uso em Compostos Orgânicos". *Relatório Técnico – IEN*, n. 31. Instituto de Engenharia Nuclear, Rio de Janeiro.

CAMPBELL, B. L., ELLIS, W. R., 1965. "The Development of Oil-Soluble Gold-198 Compounds for Industrial Radiotracing", *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, v.16, pp 257-259

CANDEIRO, R. E. M., 2008. *Unidade Compacta para Produção de Radiotraçador Gasoso CH382BR e Desenvolvimento de Metodologia para Inspeção em Instalações Industriais*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

CLAYTON, C. G., 1965, "The measurement of flow of liquids and gases using radioactive isotopes". In: *Meeting at the Institution of Civil Engineers*, London, SW1, 20 Jan 1965.

DANCKWERTS, P. V., 1953, "Continuous Flow Systems. Distribution of residence Times", *Chemistry Engineers Society*. Vol 2, no 2, pp. 1-18.

EVANS, R. A., ELY, R. L., 1963. "Derivation of the Tracer Balance Equation for Flow Measurements". In: *Research Triangle Institute*, pp. 309-310.

FRIES, B. A., 1961. "Radiative Tracers". *United States Patent Office*. Patent No 3,014,054.

GARCIA, J. P. C., 2010, *Análise de Incrustações por Técnicas Atômicas/ Nucleares*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

GARDNER, R. P., DUNN, T.S., 1977, The development of Radiotracer Methods for Laminar flow Measurements in Small Channels-I. *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, v.28, pp 347-354.

GASPAR, E., ONCESCU, M., 1972, *Developments in Hydrology: Radioactive Tracers in Hydrology*, Romênia, Ed. Academiei Republicii Socialiste România.

GENIE-2000, 1999. *Manual de Instalação Técnica GENIE-2000*, Spectroscopy System Operation.

GODLEY, A., 2002. "Flow measurement in partially filled closed conduits". *Flow Measurement and Instrumentation*, v. 13, pp 197-201.

GRACZYK, J., ILLER, E., 1976. "The Applicability of Radiotracers for the Investigation of the distillation". *Journal of Radioanalytical Chemistry*, v. 33, pp 175-185.

HULL, D. E., 1958, “The Total-Count Technique: A New Principle in Flow Measurement”, *International Journal of Applied Radiations and Isotopes*, Vol. 4, pp. 1-15.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA), 1990, *Guidbook on Radioisotope Tracers in Industry: Technical Reports Series No. 316*, Viena, IAEA.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA), 2001, *Radiotracer Technology as Applied to Industry-Tecdoc-1262*, IAEA, Viena.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA), 2008, *Radiotracer Residence Time Distribution Method for Industrial and Environmental Applications: Training Course Series No 31*, IAEA, Viena.

JACOBSON, H., 1952. “Preparation of Radioactive Bromine”. *United States Patent Office*. Patent No 2,605,219.

KASBAN, H., *et al*, 2010. “New Trends for On-Line Troubleshooting in Industrial Problems Using Radioisotopes”, In: *The Online Journal on Electronics and Electrical Engineering (OJEEE)*, v. 2, n. 3, pp 284-292

KNOLL, G. F., 1989. *Radiation Detection and Measurement*, 2 ed, John Wiley & Sons Ed.

MAFRA, O. Y., 1973. *Técnicas e Medidas nucleares*. São Paulo, Ed. Edgard Blücher.

MILANI, E. J. *et al*, 2001. “Petróleo na Margem Continental Brasileira: Geologia, Exploração, resultados e Perspectivas”. *Brazilian Journal of Geophysics*, v. 18, n. 3, pp. 351-392.

ORGANIZAÇÃO INTERNACIONAL DE PADRÕES (ISO), 1974 *Measurement of Water Flow in Closed Conduits em sua Norma ISO 2975/I-VII*, 1 ed, Suíça.

PETROBRAS, 2011. Informações Técnica: Lubrax Essencial SJ. Disponível em:

<<http://www.comprascooperadas.com.br/arqsist/conteudo/3520121134214.pdf>> acesso em: 15 Dez. 2012, 10:12.

RAMOS, V. S., 2006, *Uso das Técnicas de Radiotraçadores e de Contagem Total em Medidas de Vazão de Sistemas Abertos*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

RIBEIRO, M. A., 2003, *Medição de Petróleo e Gás Natural*, 2 ed. Disponível em: <<http://www.dca.ufrn.br/~acari/Sistemas%20de%20Medida/Medicao%20Petroleo%20&%20Gas%20Natural%20a%20ed.pdf>>acesso em: 19 Dez. 2012, 01:28.

SERAJ, H., *et al*, 2010. “Review of Wet Gas Flow Measurement Using Venturi Tubes and Radio Active Materials”. *International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems*, v. 3, n. 4, pp 672-689.

SHARMA, M., *et al*, 2007. “Measurement Of Neutron-Induced Activation Cross-Sections Using Spallation Source at JINR and Neutronic Validation of the Dubna Code”. *Pramana Journal of Physics*, v. 68, n. 2, pp 307-313.

SHOWALTER, W. E., GOLGISH, E., LUKASIEWICZ, R. J., 1988. “Oil Tracing Method.” *United States Patent Office*. Patent No 4,755 ,469.

SIRELKHATIMI, D. A. *et al*, 2008. “Radiotracer Study for Process Optimization in Petrochemical Industry” In: *1st African Conference on Radioisotope Applications for Troubleshooting & Optimizing Industrial Processes*, Accra, Ghana, 16-17 -Junho 2008.

VETTERLING, W. T. *et al*, 1992, *Numerical Recipes in Fortran – The Art of Scientific Computing*. 2 ed, USA, Cambridge University Press.

TSOLFANIDES, N., 1983. *Measurement and Detection of Radiation*. 2 ed, USA, McGraw-Hill Int. Edit.