REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA, COMÉRCIO E SERVIÇOS
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº BR 112014030476-9

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: BR 112014030476-9

(22) Data do Depósito: 09/07/2012

(43) Data da Publicação Nacional: 12/09/2017

(51) Classificação Internacional: B01D 17/04; B01J 19/10; C10G 33/00.

(54) Título: PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DE FASES DE EMULSÕES DO TIPO ÁGUA-EM-ÓLEO POR APLICAÇÃO INDIRETA DE ULTRASSOM

(73) Titular: PETROLEO BRASILEIRO S. A. - PETROBRAS, Industrial. CGC/CPF: 33000167000101. Endereço: Av. República do Chile, 65, Centro, Rio de Janeiro, RJ, BRASIL(BR), 20031 906, Brasileira; UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA, Instituição de Ensino e Pesquisa. CGC/CPF: 95591764000105. Endereço: Avenida Roraima, 1000, Camobi, Santa Maria, RS, BRASIL(BR), 91105-900, Brasileira

(72) Inventor: FABIANE GOLDSCHMIDT ANTES; JULIANA SEVERO FAGUNDES PEREIRA; JULIANO SMANIOTO BARIN; LIANGE DE OLIVEIRA DIEHL; PAULA BOECK HEIN; REGINA CELIA LOURENÇO GUIMARÃES; RICARDO ANDRE GUARNIERI; BIANCA MACHADO DA SILVA FERREIRA; ÉRICO MARLON DE MORAES FLORES; VALDERI LUIZ DRESSLER; DIOGO POMPÉU DE MORAES.

(87) Publicação PCT: WO 2014/008559 de 16/01/2014

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 09/07/2012, observadas as condições legais. Patente concedida conforme ADI 5.529/DF, que determina a alteração do prazo de concessão.

Expedida em: 06/01/2026

Assinado digitalmente por:
Gisela Aparecida Silva Nogueira
Diretora de Patentes Substituta

PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DE FASES DE EMULSÕES DO TIPO ÁGUA-EM-ÓLEO POR APLICAÇÃO INDIRETA DE ULTRASSOM

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção se aplica na área de produção e refino do petróleo e se refere a um processo para a separação das fases de emulsões do tipo água-em-óleo (A/O) pela aplicação indireta de ultrassom (US), com frequência entre 10 kHz e 1.000 kHz.

FUNDAMENTOS DA TÉCNICA

[002] Em campos de produção maduros, é usual a coprodução de água concomitante ao petróleo. Tanto a turbulência quanto o cisalhamento, presentes no escoamento dos fluidos por meio dos equipamentos e válvulas que vão do reservatório até a unidade de produção, proporcionam a dispersão da água no óleo na forma de pequenas gotas.

[003] A deposição crescente de substâncias químicas tensoativas – naturalmente presentes no petróleo – nas interfaces das gotas de água com o óleo circundante impede o contato e a coalescência de gotículas adjacentes. Assim, as gotas de água (fase dispersa) são estabilizadas no seio do óleo (fase contínua), formando uma emulsão do tipo água-em-óleo (A/O).

[004] A separação da água e do óleo nas unidades de produção é essencial para que o petróleo atenda às especificações definidas pelas refinarias quanto aos teores de água e sal, para que o mesmo possa ser transportado da unidade de produção até a unidade de refino.

[005] Concentrações elevadas de água emulsionada causam não somente a potencialização da corrosão em toda a cadeia do petróleo, como também a elevação de custos de transporte e sérios impactos nos processos de refino, dentre outros.

[006] Assim, cabe ao processamento primário de petróleo, nas unidades de produção, a desestabilização destas emulsões e a separação das fases produzidas: óleo, água e gás.

[007] Nas unidades de produção atuais, a desestabilização das emulsões e a remoção da água são, na maioria das vezes, efetuadas através de processos convencionais de separação gravitacional e tratamento eletrostático, auxiliados pelo uso de aditivos químicos desemulsificantes e aquecimento.

[008] No separador gravitacional, os fluidos encontram um espaço em que as baixas velocidades e o elevado tempo de residência permitem a coalescência e a sedimentação de grande parte das gotas, que vem a constituir uma fase aquosa livre que é removida do processo. Nesta etapa também ocorre à separação dos gases.

[009] O petróleo que deixa o separador gravitacional pode então, seguir para um tratador eletrostático, no qual um campo elétrico criado por eletrodos promove o choque, a coalescência e a remoção das gotículas de água menores ainda dispersas.

[010] Estudos com ultrassom (US) demonstraram a potencialidade de um processo alternativo e inovador para a separação da água emulsionada no petróleo.

[011] Embora a aplicação direta de US, por meio de sondas de imersão ou banhos, seja pouco eficiente na separação da água e até mesmo promova a sua emulsificação, o emprego indireto de US resultou em uma considerável separação da fase aquosa previamente emulsionada, sem a utilização de desemulsificante.

[012] Além disso, a separação observada ocorreu através da coalescência e sedimentação das gotas de água e não por simples evaporação e condensação da fase aquosa, o que é preferível, já que, pela evaporação, os sais remanescem no óleo na forma de cristais.

[013] A presente invenção descreve um processo para a separação das fases de emulsões do tipo A/O pela aplicação indireta de US com frequência entre 10 kHz e 1.000 kHz. Nesta concepção, o US é aplicado a um fluido intermediário que transmite as vibrações do US à emulsão a ser

tratada, desestabilizando a emulsão e provocando a separação das fases oleosa e aquosa que compõe a emulsão.

[014] O processo descrito pode ser empregado em sistemas em batelada ou contínuos, pressurizados ou não, podendo estar associado ou não à adição de agente desemulsificante e aquecimento.

[015] Pode ser utilizado como um processo de separação alternativo aos convencionalmente utilizados no processamento primário de petróleo ou ser associado a eles, visando aumentar a eficiência de separação água-óleo nas unidades de produção.

[016] Ainda, o processo descrito pode ser aplicado em refinarias, para promover a separação de borras ou slop, ou na etapa de dessalgação do petróleo.

ESTADO DA TÉCNICA

[017] O documento chinês CN 2296230 descreve um dispositivo para quebra de emulsões, no qual a aplicação de US dá-se de forma direta. A invenção consiste em um pequeno vaso instalado à montante de um desidratador eletrostático, no qual o US é aplicado à emulsão antes que esta seja alimentada ao desidratador.

[018] O documento CN 200940134 descreve um dispositivo de injeção ultrassônica externa para desidratar óleo cru, pela quebra de emulsões e remoção da água misturada no petróleo, em que o transdutor é instalado na parede lateral do recipiente e o óleo é diretamente desemulsionado.

[019] No documento japonês JP 2010/125448, o dispositivo de separação de emulsões inclui um tanque de separação contendo a emulsão e pelo menos um meio de oscilação ultrassônica disposto na parede do tanque.

[020] O documento US 7,708,895 B2 descreve a desemulsificação de emulsões por ação ultrassônica, em que se aplica o US em uma corrente paralela ao fluxo da emulsão. Após a desemulsificação, a emulsão é separada gravitacionalmente em um campo elétrico.

[021] Em todos estes documentos, o tratamento de emulsões do tipo A/O

por US de baixa frequência se dá pela aplicação de US de forma direta. Nenhum equipamento, metodologia ou processo baseado em sistemas de US de baixa frequência promove uma separação de fases de emulsões de petróleo do tipo A/O pelo emprego indireto do US de baixa frequência à emulsão, sem a adição de agentes químicos desemulsificantes.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[022] A presente invenção se refere a um processo para a separação das fases de emulsões do tipo água-em-óleo no qual o ultrassom é aplicado de forma indireta a uma emulsão, em uma frequência entre 10 kHz e 1.000 kHz, por meio de um fluido intermediário que conduz US.

DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[023] A figura 1 é uma representação esquemática do sistema em fluxo empregado no processo de separação das fases de emulsões do tipo água-em-óleo pela aplicação indireta de US da presente invenção.

[024] A figura 2 é uma representação esquemática do sistema aberto, em batelada, empregado no processo de separação das fases de emulsões do tipo água-em-óleo pela aplicação indireta de US da presente invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[025] A presente invenção consiste em um processo para separação de fases de emulsões do tipo água-em-óleo através da aplicação de US, em uma frequência entre 10 kHz e 1.000 kHz, de forma indireta.

[026] A emulsão do tipo água-em-óleo (A/O) consiste na mistura íntima entre uma fase aquosa e uma fase oleosa, de forma que as gotas de fase aquosa (fase dispersa) encontram-se dispersas e estabilizadas na fase oleosa (fase contínua), pela deposição de agentes tensoativos na interface das gotas.

[027] A fase oleosa pode ser um óleo mineral natural ou sintético, vegetal ou animal. A fase aquosa pode ser composta por água ou uma solução apresentando concentrações de sais dissolvidos em uma faixa que varia de 0 até 280.000 mg/L.

[028] A presente invenção aplica-se, preferencialmente, a emulsões em que a fase oleosa é um óleo mineral natural, como petróleo (óleo cru) ou destilados e a fase aquosa é uma solução salina, mais especificamente a água salgada oriunda do reservatório a partir do qual se produz o petróleo. A proporção de fase aquosa na emulsão pode variar entre 0,5 e 85% em volume. O tamanho das gotas da fase aquosa é variável, mas situa-se entre 0,01 µm e 1.000 µm de diâmetro.

[029] O referido processo de separação ocorre em um sistema conforme representação esquemática mostrada na figura 1. A emulsão, que está contida em um tanque de armazenamento (1), é deslocada e/ou pressurizada por uma bomba (2) e flui por uma tubulação até um vaso (3). O vaso (3) apresenta dois compartimentos, sendo eles uma serpentina (5), que se conecta a tubulação que transporta a emulsão; e o espaço entre a parede externa da serpentina e a parede do vaso, o qual é preenchido com um fluido (4).

[030] O fluido (4) deve se mostrar eficiente na transmissão da energia ultrassônica, tal como água, água salina, solventes orgânicos, óleos ou emulsão de petróleo. Em uma modalidade preferencial desta invenção, o fluido (4) é água.

[031] Assim, a emulsão flui da tubulação para o interior da serpentina (5) do vaso (3), sendo circundada pelo fluido (4) sem que haja contato direto entre o fluido e a emulsão. Dispositivos geradores de US (6) são fixados junto à parede do vaso (3), de modo a transmitir US diretamente para o fluido, e, de forma indireta, para a serpentina (5) que contém a emulsão.

[032] Os dispositivos (6) para a geração de US úteis para a presente invenção são quaisquer dispositivos capazes de gerar US na freqüência de 10 kHz a 1.000 kHz e transmiti-lo ao fluido, já que na presente invenção o US é utilizado como força motriz para o processo de separação de fases da emulsão, não importando de que forma o US é gerado ou produzido.

[033] Tais dispositivos (6) são, geralmente, transdutores, constituídos de

materiais piezoelétricos ou piezocerâmicos e têm a propriedade de contrair-se e expandir-se de acordo com o campo elétrico aplicado, gerando vibrações mecânicas em frequências específicas. Assim, os transdutores convertem energia elétrica em energia mecânica.

[034] Os transdutores, quando aplicados na presente invenção, podem ser soldados diretamente nas paredes externas do vaso (3) ou pode haver uma peça intermediária que conduza ou concentre a energia ultrassônica, promovendo a transmissão da mesma até as paredes do vaso (3).

[035] A emulsão deixa o vaso (3) através da tubulação e segue para um tanque de repouso (8), no qual a separação completa-se pela atuação do campo gravitacional sobre as gotas coalescidas. No tanque de repouso (8), permite-se que a emulsão permaneça por um tempo de residência longo o suficiente para permitir a sedimentação das gotas e a separação da fase aquosa.

[036] Após o fim do processo de coalescência, há a formação de uma fase aquosa livre, facilmente separável por drenagem.

[037] Antes de fluir para o tanque de repouso (8), a emulsão pode ser submetida a qualquer outro processo ou tecnologia convencionalmente utilizado no processamento primário de petróleo em etapa prévia (7), a fim de acelerar a coalescência e separação de fases.

[038] Além da separação gravitacional, podem-se associar quaisquer outras tecnologias capazes de promover o agrupamento das gotas coalescidas até a formação de uma fase aquosa livre e facilmente separável no tanque de repouso (8). Dentre estas tecnologias, podemos destacar os processos de centrifugação, separação gravitacional, ultrassom, hidrociclones, separação eletrostática, filtração, separação por membrana ou qualquer combinação destas.

[039] No processo da presente invenção, não é necessária a adição de quaisquer reagentes químicos para promover a separação de uma porção significativa da fase aquosa – muito embora estes aditivos também

possam ser adicionados para auxiliar/acelerar o processo de separação.

[040] Ainda, de acordo com a figura 1, o vaso (3) apresenta entrada e saída, de forma a tratar uma emulsão que continuamente escoa através deste (sistema em fluxo). No entanto, opcionalmente, conforme pode ser observado na Figura 2, o vaso (11) pode ainda ser fechado, de forma a tratar bateladas de emulsão (12) do tipo A/O enquanto recebe vibrações ultrassônicas transmitidas pelo fluido (10).

[041] Além disso, o vaso (3, 11) pode ser pressurizado, em pressão absoluta que pode variar de 0 kPa a 20.000 kPa, e aquecido, em uma temperatura que pode variar entre 10ºC a 270ºC.

[042] A pressurização é particularmente importante em situações nas quais a emulsão é constituída por um petróleo de baixa densidade e alta volatilidade, quando pode haver vaporização de componentes mais voláteis devido à elevação de temperatura natural, decorrente da absorção de US.

[043] A pressurização também é importante para inibir a evaporação da água com a elevação da temperatura. A evaporação da água não é desejada porque, embora permita a remoção da água, acaba por concentrar os sais no líquido remanescente. Como se deseja a remoção concomitante da água e dos sais contidos na emulsão de petróleo, é necessário que a separação promovida pelo US ocorra por um processo de coalescência das gotas e sedimentação.

[044] A separação das gotas coalescidas também pode ser potencializada com o acoplamento de um processo de centrifugação. O processo descrito ainda pode ser combinado a outros processos voltados ao processamento primário de petróleo, baseados em separação eletrostática ou uso de radiação micro-ondas.

[045] Assim, a invenção proposta pode ser aplicada na forma de um processo isolado, ou ser combinada a outras tecnologias existentes, visando aumentar a eficiência de separação das fases.

[046] Além disso, a invenção pode ser aplicada em escalas variadas e, assim, as potências, vazões e intervalos de tempo de aplicação de US podem variar, dependendo da quantidade de emulsão a ser tratada.

[047] A eficiência de separação da fase aquosa que é alcançada pelo processo da presente invenção pode ser determinada pela relação percentual entre o volume de fase aquosa separada e o volume de fase aquosa inicialmente presente na emulsão utilizada como carga.

[048] Verificou-se que o processo desta invenção pode promover uma eficiência de separação de fase aquosa de até 80%, dependendo da temperatura e tempo de aplicação do US.

EXEMPLOS DA INVENÇÃO

[049] A fim de avaliar a eficiência de separação da fase aquosa em emulsões do tipo água-em-óleo pela aplicação indireta de US de baixa frequência, foram realizados experimentos com dois tipos de sistema em escala de bancada:

- Banho de US convencional, com frequência de 35 kHz e potência fixa de 700 W;
- Sistema cup horn, com frequência de 20 kHz e uma potência ajustável até um máximo de 750 W.

[050] Nos experimentos executados, foram avaliadas diferentes potências, temperaturas e intervalos de tempo de tratamento da emulsão.

[051] Embora tenham sido estabelecidas frequências e potências nos banhos de US e sistemas "cup horn", a invenção ora descrita não é limitada. Diversas modificações, mudanças, variações, substituições e equivalentes poderão ocorrer, sem desviar do escopo da presente invenção.

[052] O banho de US é um equipamento comumente utilizado para diferentes finalidades e constitui-se de uma cuba metálica, em cujas faces externas das paredes são soldados os transdutores de US e em cujo interior coloca-se um fluido. As peças ou frascos, sobre os quais se quer

aplicar US, são imersos no fluido contido na cuba.

[053] O sistema cup horn é um sistema que apresenta algumas características comuns aos banhos de US e apresenta como diferencial uma maior concentração de energia ultrassônica em seu compartimento principal. O US é gerado por um transdutor situado na base do equipamento e é transmitido através da parte metálica do dispositivo (sonda ou probe) até a parte cônica que constitui o fundo do compartimento de fluido.

[054] Nos exemplos apresentados, a emulsão a ser tratada foi submetida à aplicação do US em frascos graduados de fundo cônico, de forma a permitir a fácil mensuração da água que é separada durante e após o tratamento.

[055] Os testes foram realizados com uma emulsão sintética do tipo água-em-óleo (A/O) gerada a partir de um petróleo de 17° API e contendo 50% v/v de fase aquosa. A fase aquosa utilizada foi uma solução salina com concentração de 100 g/L de NaCl, uma vez que a água de formação que normalmente constitui as emulsões naturais de petróleo possui sais dissolvidos, muitas vezes em concentrações elevadas.

[056] O procedimento de preparação da emulsão consistiu na incorporação de 532 g de solução salina a 473 g de petróleo (17° API), utilizando uma estufa com agitação pendular (aquecimento a 80°C e 100 bpm). Após a agitação na estufa, a mistura foi submetida ao cisalhamento com agitador mecânico de alta potência por 3 minutos a 7700 rpm, de maneira a apresentar uma distribuição de tamanhos de gotas com mediana (d0,5) de aproximadamente 10 µm. Obteve-se, assim, 1 L de emulsão A/O com massa específica de aproximadamente 1,0 g/mL.

[057] Após o preparo, a emulsão sintética foi homogeneizada e, em seguida, uma massa de 20 g foi transferida para os frascos de vidro graduados. Após a pesagem, a emulsão foi submetida ao ultrassom, nos diferentes sistemas (banho de US e cup horn).

[058] Para os testes no banho, os parâmetros investigados foram o tempo (t = 15 min., 30 min. e 45 min.) e a temperatura (T = 10ºC, 25ºC, 60ºC e 80ºC) de aplicação do US. Para o sistema tipo cup horn, investigou-se também a amplitude (A = 30% e 60%), a qual corresponde ao percentual da potência máxima do equipamento (750 W) e que é ajustável.

[059] Na Tabela 1 abaixo são apresentados, de modo resumido, os parâmetros (condições operacionais) investigados para os dois sistemas de US.

TABELA 1

Parâmetros investigados nos estudos aplicando US

Sistema	t (min.)	A (%)	T (°C)
Banho	15, 30 e 45	-	10, 25, 60 e 80
Cup horn	15, 30 e 45	30 e 60	10, 25, 60 e 80

Em que t corresponde ao tempo de exposição, A corresponde à amplitude e T corresponde à temperatura.

[060] Para todos os ensaios, foi adotado um tempo de sedimentação de 30 minutos após o tempo de aplicação de US, sendo as amostras mantidas à temperatura de 60ºC em banho-maria.

[061] Após o tempo de sedimentação, foi feita a avaliação da eficiência do processo através da observação do volume de água separado na graduação do frasco de vidro.

[062] As medidas dos volumes de fase aquosa separados em cada experimento tiveram sua consistência verificada pela determinação do teor de água emulsionada remanescente na fase óleo obtida após o processo, empregando a metodologia ASTM D 4377 ("método Karl Fischer").

[063] Assim, para cada conjunto de condições operacionais (tempo de aplicação de US, amplitude e temperatura) obteve-se a eficiência de desemulsificação.

[064] A eficiência foi calculada pela razão entre o volume de água

separada e o volume de água inicialmente contida na emulsão, expressa em termos percentuais.

[065] Como a densidade da emulsão é de cerca de 1,0 g/mL e como o percentual volumétrico de fase aquosa é de 50% v/v, cada volume de 20 g de emulsão submetida ao processo continha cerca de 10 mL de solução salina emulsionada.

[066] Desta forma, a separação de 4 mL de fase aquosa a partir de 20 g de emulsão, por exemplo, corresponde a uma eficiência de separação de 40%.

[067] Para fins comparativos, amostras de emulsão idênticas àquelas submetidas ao US foram apenas mantidas em repouso, sem tratamento, em banho-maria na temperatura de 60°C, com o objetivo de simular um processo de separação puramente gravitacional.

[068] Nestes ensaios de referência, não se verificou qualquer separação de água livre, mesmo em longos tempos de repouso (superiores há 1 hora), atestando a elevada estabilidade da emulsão empregada nos ensaios e, desta forma, o bom desempenho da aplicação indireta de US sobre a separação das fases água e óleo.

Exemplo 1 - Banho de ultrassom:

[069] Um sistema para a aplicação do US em batelada está representado na figura 2. O US é aplicado a um compartimento principal (9) contendo um fluido (10), dentro do qual se insere um compartimento secundário (11), contendo a emulsão (12) a ser tratada.

[070] A energia elétrica (13), recebida de um equipamento eletrônico apropriado para tal (como um gerador de sinal, driver ou fonte), é fornecida a dispositivos denominados transdutores (14), os quais a convertem em energia mecânica, na forma de vibração ultrassônica.

[071] Dessa forma, o ultrassom é transmitido através da parede do compartimento principal (9) e aplicado de forma direta ao fluido (10). A emulsão (12) contida no compartimento secundário (11) recebe ultrassom

de forma indireta a partir do fluido (10), e não diretamente do transdutor (14).

[072] A eficiência de desemulsificação com o emprego de banho de US (altura da lâmina de água de 10 cm) foi avaliada em diferentes tempos e temperaturas de aplicação de US, sempre com uma etapa posterior de repouso a 60°C por 30 minutos, seguida da avaliação da eficiência de desemulsificação.

[073] Como a maior incidência de US foi verificada na região central do recipiente do banho de US, o frasco contendo 20 g de emulsão foi posicionado no centro da cavidade do equipamento.

Resultados obtidos no Exemplo 1:

[074] Na Tabela 2 são apresentadas, para cada experimento, as condições operacionais empregadas e o volume de fase aquosa (solução salina) separada a partir da emulsão sintética original. A eficiência de separação foi calculada pela simples relação entre o volume da fase aquosa separada e o volume de fase aquosa originalmente contido na emulsão (10 mL).

TABELA 2

Resultados de experimentos de desemulsificação (emulsão original submetida ao processo: 20 g; 50% v/v de fase aquosa; d0,5 = 10 μm) em banho de US (35 kHz; 700 W).

Exp.	t (min.)	T (°C)	Volume de fase aquosa separada (mL)	Eficiência (%)
1	15	10	2,5	25
2	15	25	6,0	60
3	15	60	3,0	30
4	15	80	2,5	25
5	30	25	7,0	70
6	45	25	8,0	80

Em que t corresponde ao tempo de exposição e T corresponde à temperatura.

[075] De acordo com os resultados dos experimentos 1 a 4 (realizados com 15 minutos de exposição ao US), mostrados na Tabela 2, a eficiência de desemulsificação foi maior (60%) para o ensaio no qual a aplicação de US deu-se à temperatura ambiente (25°C).

[076] Os experimentos 5 e 6 foram realizados nesta mesma temperatura, tendo-se apenas elevado o tempo de exposição ao US.

[077] De acordo com os resultados obtidos para os testes a 25°C (experimentos 2, 5 e 6), verifica-se que os primeiros 15 minutos de aplicação de US são mais efetivos no processo de separação, atingindo-se eficiência de 60%.

[078] Para cada intervalo adicional de 15 minutos de aplicação de US, a eficiência da desemulsificação eleva-se em cerca de 10 pontos percentuais, já que foram obtidos valores de eficiência de 70% e 80% para tempos de tratamento de 30 minutos e 45 minutos, respectivamente.

Exemplo 2 – "Cup Horn":

[079] Sistemas conhecidos como "cup horn" podem ser considerados como uma adaptação das sondas de US convencionais. Entretanto, a principal diferença neste caso é que a sonda (probe), ao invés de ser imersa na amostra, é posicionada no fundo de um recipiente cilíndrico e possui um formato que permite uma maior concentração da energia ultrassônica, que é transferida para o fluido contido no recipiente.

[080] De forma simplificada, pode-se dizer que tal tipo de sistema combina as características de uma sonda e de um banho de US. No entanto, a eficiência de transferência de energia é comparável aos sistemas utilizando sondas imersas na amostra, ou seja, a energia transferida é maior quando comparada aos banhos de US. Para fins de descrição simplificada, este tipo de sistema também pode ser representado pela figura 2.

[081] Outra vantagem interessante deste sistema é que o recipiente cilíndrico do "cup horn" permite a circulação de água no seu interior.

Assim, uma vez que se imerge um frasco contendo emulsão na água contida no recipiente cilíndrico, é possível manter a temperatura do sistema constante.

[082] Em cada experimento com este tipo de sistema, o frasco graduado contendo cerca de 20 g de emulsão (idêntica àquela utilizada nos experimentos com banho de US) foi imerso na água contida no recipiente cilíndrico do "cup horn" e submetido à aplicação indireta de US (20 kHz; 750 W; amplitude variável). Outras substâncias líquidas, tais como água salina ou óleo mineral, também podem ser utilizadas como meio de propagação do US desde a base do recipiente do "cup horn" até o frasco contendo a emulsão.

Resultados obtidos no Exemplo 2:

[083] As condições experimentais e os resultados dos ensaios realizados com o sistema "cup horn" são apresentados na Tabela 3. Além das condições operacionais tempo de exposição (t) e temperatura (T), variou-se também a amplitude (A) no equipamento de US.

[084] Este equipamento permite que seja monitorada a quantidade de energia ultrassônica efetivamente aplicada ao recipiente cilíndrico do equipamento ao longo do tratamento, e tal dado também é informado na Tabela 3.

TABELA 3

Resultados de experimentos de desemulsificação (emulsão original submetida ao processo: 20 g; 50% v/v de fase aquosa; d0, 5 = 10 μm) em sistema cup horn (20 kHz; 750 W; amplitude variável).

Exp.	A (%)	Energia (J)	t (min.)	T (°C)	Volume de fase aquosa separada (mL)	Eficiência (%)
1	30	52623	15	10	0,8	8
2	60	95462	15	10	0,9	9
3	30	49436	15	25	0,5	5
4	60	90645	15	25	0,7	7

5	30	50787	15	60	4,0	40
6	60	92785	15	60	7,0	70
7	30	47100	15	80	6,0	60
8	60	79679	15	80	6,0	60
9	60	187109	30	60	7,0	70
10	60	207193	45	60	6,8	68
Em que A refere-se à amplitude - percentual da potência máxima, t refere-se ao tempo de exposição e T refere-se à temperatura.						

[085] De acordo com os resultados da Tabela 3, as maiores eficiências de desemulsificação foram obtidas utilizando a amplitude de 60% e temperatura de 60°C. Nestas condições, a variação do tempo de aplicação de US não ocasionou variações significativas na eficiência do processo, que se manteve em aproximadamente 70%.

[086] Diferentemente do que foi observado para o banho de US (35 kHz), em que a maior eficiência de desemulsificação foi obtida na temperatura de 25ºC, verificou-se para o sistema "cup horn" uma eficiência de separação de água da emulsão significativamente maior a 60ºC (superior a 70%).

[087] Os resultados apresentados demonstram ser possível alcançar considerável remoção da água emulsionada no petróleo, mesmo sem a utilização de qualquer aditivo químico desemulsificante.

Comparação entre aplicação direta e indireta do US

[088] Muito embora a aplicação direta de US seja mais conhecida e utilizada na geração de emulsões, julgou-se interessante a avaliação do seu efeito na desemulsificação, de forma comparativa à aplicação indireta.

[089] Foram realizados alguns experimentos de desemulsificação no equipamento "cup horn", empregando-se uma emulsão de características idênticas àquela utilizada nos experimentos anteriores, temperatura inicial fixa de 45ºC e variação da amplitude.

[090] Para cada amplitude testada, foram realizados dois experimentos:

aplicação indireta, na qual a emulsão foi acondicionada num frasco graduado imerso no fluido (água) contido no recipiente cilíndrico do "cup horn"; e aplicação direta, na qual a emulsão foi introduzida diretamente no recipiente cilíndrico do equipamento, sem utilizar um fluido como meio intermediário. Os resultados obtidos são mostrados na Tabela 4.

TABELA 4

Resultados de experimentos de desemulsificação com aplicação direta e indireta de US (teor de água original de aproximadamente 35% v/v; d0,5 = 10 μm) em sistema cup horn (20 kHz; 750 W).

Amplitude (%)	$T_{inicial}$ (°C)	Eficiência (%)	
		Aplicação direta	Aplicação indireta
20	45	0	30,2
45	45	7,0	55,3
60	45	14,0	72,9

Em que $T_{inicial}$ corresponde à temperatura inicial.

[091] De acordo com os resultados mostrados na Tabela 4, é possível observar que, com a aplicação direta do US, a eficiência de desemulsificação é significativamente menor do que a eficiência alcançada com a aplicação indireta.

[092] Com a aplicação indireta, a eficiência de desemulsificação foi superior a 70%, enquanto que com a aplicação direta, a eficiência foi inferior a 15%.

REIVINDICAÇÕES

1- **PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DE FASES DE EMULSÕES DO TIPO ÁGUA-EM-ÓLEO (A/O) POR APLICAÇÃO INDIRETA DE ULTRASSOM**, **caracterizado** por o ultrassom, numa frequência variando entre 10 kHz e 1.000 kHz, ser aplicado a um fluido intermediário que transmite as vibrações ultrassônicas à emulsão, provocando a separação das fases aquosa e oleosa que a constituem, em que:

- a fase aquosa da emulsão é uma solução salina, mais particularmente, a água salgada oriunda do reservatório a partir da qual e produz o petróleo, com concentrações de sais dissolvidos em uma faixa de 100.000 mg/L a 280.000 mg/L; e

- a pressão absoluta empregada durante a aplicação de ultrassom varia de 200 kPa a 20.000 kPa.

2- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por a fase oleosa da emulsão ser escolhida dentre: um óleo mineral natural, um óleo mineral sintético, um óleo vegetal ou um óleo animal.

3- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por a proporção de fase aquosa na emulsão ser na faixa entre 0,5% e 85% em volume.

4- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por o tamanho das gotas da fase aquosa na emulsão estar entre 0,01 µm e 1.000 µm de diâmetro.

5- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por o fluido intermediário ser selecionado dentre: água, água salina, solventes orgânicos, óleos ou emulsão de petróleo.

6- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por o processo poder ser associado a uma etapa adicional de separação escolhida dentre: centrifugação, separação gravitacional, separação por hidrociclones,

separação eletrostática, filtração, separação por membrana ou qualquer combinação destas.

7- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por ser executado em modo batelada ou contínuo.

8- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por a temperatura empregada durante a aplicação de ultrassom variar entre 10ºC e 270ºC.

9- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por a separação das fases da emulsão A/O ser efetuada sem a utilização de um aditivo químico desemulsificante.

10- **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por compreender a adição opcional de um aditivo químico desemulsificante na emulsão A/O, visando elevar a eficiência do processo ou reduzir o tempo de separação.

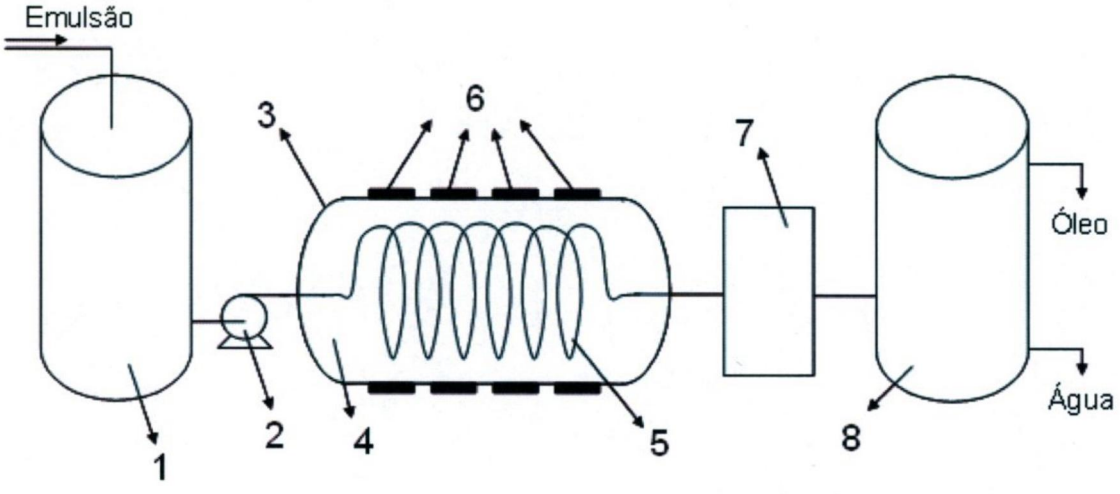


FIGURA 1

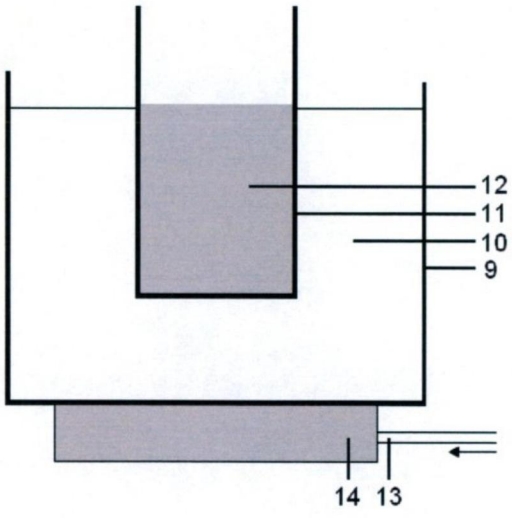


FIGURA 2