

## Avaliação da incerteza de medição na determinação do ponto de fluidez de um óleo combustível

### Evaluation of measurement uncertainty in a determining the pour point of a fuel oil

Rafael Claudino<sup>1</sup>, Raony Maia Fontes<sup>1</sup>, Eduardo Nascimento<sup>2</sup>, Rui Lima<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal da Bahia; <sup>2</sup> Instituto de Humanidade, Artes e Ciências da Universidade Federal da Bahia; <sup>3</sup> Laboratório de Petróleo e Gás;  
E-mail: raonyfontes@gmail.com

**Resumo:** Este trabalho apresenta o uso dos métodos GUM e GUM-S1 para avaliação das incertezas associadas à análise de ponto de fluidez de óleo combustível com objetivo fornecer suporte a um laboratório comercial de petróleo e gás no processo de avaliação através da norma ASTM 97, configurando-se assim um aspecto metodológico robusto no processo de tomada de decisão por parte do pessoal do laboratório.

**Palavras-chave:** Incerteza de medição, Ponto de fluidez, ASTM 97

**Abstract:** This paper presents the use of the methods GUM and GUM-S1 in an uncertainties evaluation of the analysis of fuel oil pour point in order to support a commercial laboratory for oil and gas in the evaluation process through ASTM 97, thus configuring an aspect robust methodology in the decision-making process by the laboratory staff.

**Keywords:** Measurement uncertainties, Pour point, ASTM 97.

#### 1. INTRODUÇÃO

O ponto de fluidez é definido como a menor temperatura, na qual um líquido flui, apenas sob força da gravidade, quando sujeito a um resfriamento sob condições determinadas de teste [1]. Ao atingir essa condição o fluido se comporta como um semi-sólido e tem suas características reológicas completamente alteradas, estando em condições nas quais, geralmente, não são desejadas de serem atingidas pelas indústrias [2].

Este comportamento é observado, principalmente, nos óleos derivados do petróleo,

pois são formados por misturas de compostos inorgânicos e cadeias carbônica de diferentes tamanhos. Devido a estas características, o ponto de fluidez é utilizado para antever problemas de movimentação do petróleo, evitando que ocorra incrustações e o entupimento de tubulações, sistemas e motores, o que pode causar diversos transtornos às indústrias petrolíferas, sendo que, os limites operacionais do óleo, com relação ao ponto de fluidez, dependem das condições climáticas das regiões [3].

O método de determinação do ponto de fluidez mais utilizado é definido na norma ASTM

D97 onde estão descritos os principais passos para a realização da medição.

Assim, como em todo processo de medição, na determinação do ponto de fluidez existe uma parcela de dúvida envolvida e que deve ser estimada para avaliar a qualidade da medição e proporcionar uma análise mais confiável do resultado obtido. Esta parcela de dúvida pode ser estimada através do conceito de incerteza de medição.

Atualmente existem diversos métodos para avaliar a incerteza presente em uma medição, contudo o método apresentado pelo Guia para a expressão de incerteza de medição (GUM) [4] está muito bem consolidado mundialmente. O GUM e o seu suplemento, GUM S1 [5], apresentam regras gerais para avaliar e expressar a incerteza de medição, como também para definir a propagação das incertezas oriundas de diversas fontes.

Na literatura são encontrados poucos trabalhos que realizam a abordagem da incerteza na determinação do ponto de fluidez, demonstrando uma lacuna na literatura sobre o assunto. Neste contexto, destaca-se apenas dois trabalhos, a saber. Em [6] verifica a viabilidade para do óleo de girassol e pinhão manso em climas tropicais através da avaliação do ponto de fluidez, sendo considerado apenas a resolução do termômetro e variabilidade como fontes de incerteza. Outro trabalho encontrado foi [1], um Boletim Técnico da Petrobras que realiza a estimativa da incerteza na análise do ponto de fluidez conforme o GUM, apresentando com mais detalhes a forma e quais foram os valores utilizados para estimar a incerteza.

Este trabalho visa determinar o ponto de fluidez de uma amostra de óleo combustível e avaliar sua incerteza de medição associada, no âmbito de um laboratório comercial de petróleo e gás, prestador de serviços na região nordeste do país e que não tem executado esta tarefa de forma

sistemática, seguindo as orientações contidas no GUM e GUM – S1 (com auxílio de uma avaliadora gratuita, GEU, disponibilizada gratuitamente em [www.geu.ufba.br](http://www.geu.ufba.br)) apresentando a influência do método, ASTM D97, como fonte de incerteza.,

## 2. METODOLOGIA

Foi determinado o ponto de fluidez de uma amostra de óleo combustível utilizando o HCP 852 da HERZOG, um equipamento automático de análise do ponto de fluidez que segue os parâmetros da norma ASTM D97.

A norma descreve que a amostra deve ser pré-aquecida, em seguida resfriada gradativamente e sua fluidez verificada a cada queda de 3°C. A análise é finalizada quando não é registrado mais movimentação do fluido em uma dessas verificações. O ponto de fluidez será a temperatura em que o teste foi finalizado somado 3°C, ou seja, a última temperatura em que foi observada a movimentação do fluido.

Para avaliar a incerteza de medição é necessário levantar as fontes de incerteza que podem interferir no processo de medição. Com isso, após o estudo teórico do método e realização do experimento foram determinadas as seguintes fontes de incerteza: resolução do termômetro (PT-100) da amostra, repetibilidade e o método de medição, que uma vez quantificada, aplicasse a lei de propagação de incerteza indicada no GUM para encontrar o valor de incerteza-padrão combinada e incerteza expandida do ponto de fluidez.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

No experimento realizado foi possível obter os dados apresentados na tabela 1.

Entre as fontes de incerteza a repetibilidade é encontrada a partir do desvio-padrão da média dos dados obtidos no experimento, enquanto que a resolução do PT-100 é obtida a partir do resultado disponível no *display* do equipamento

que é truncado na primeira casa decimal ( $\pm 0,1$ ) podendo-se considerar uma distribuição de probabilidade uniforme

**Tabela 1.** Dados obtidos no experimento.

| Mensurando               | 1 <sup>a</sup><br>Medida | 2 <sup>a</sup><br>Medida | 3 <sup>a</sup><br>Medida | Média |
|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|-------|
| Ponto de<br>Fluidez / °C | 27,0                     | 27,0                     | 33,0                     | 29,0  |

A incerteza associada ao método de medição muitas vezes é a fonte mais difícil de ser avaliar e quantificar [4], contudo não deve ser negligenciada quando este valor for significativo no procedimento de medição. Portanto, como a movimentação do fluido só é analisada a cada queda de 3°C, existindo um desconhecimento do comportamento do fluido entre o último ponto em que foi notado movimento e o ponto em que não é notada mais movimentação, esta fonte deve ser contabilizada para determinação da incerteza.

Caso essa fonte de incerteza seja negligenciada, como ocorre nas referências encontradas na literatura, e as medidas obtidas sejam iguais (situação possível devido ao intervalo de 3°C entre as medições e que ocorre em duas das amostras de [1]) só aparecerá a incerteza referente a resolução do termômetro, que possui um valor pequeno, o que não seria a melhor estimativa para a dúvida existente na medição.

Para caracterizar esta fonte de incerteza do método foi adotado uma distribuição de probabilidade uniforme, pois não há conhecimento dentro do intervalo de 3°C.

Em seguida foi determinado o valor mínimo de -3°C e o valor máximo de 0°C. Contudo o ponto inferior é medido e analisado como não sendo o ponto de fluidez, então a distribuição uniforme usada tem um intervalo aberto em seu limite inferior.

Portanto, para a análise do ponto de fluidez foi construída a equação de medição (1)

$$T = X + R + M, \quad (1)$$

em que  $X$  representa as medidas,  $R$  a resolução do PT-100,  $M$  o método e  $T$  é o ponto de fluidez. Os valores das estimativas, das incertezas avaliadas e seus respectivos graus de liberdade são apresentados na tabela 2.

**Tabela 2.** Tratamento de dados.

| Fonte de incerteza | Estimativa | Incerteza-padrão ( $u_c^2$ ) | Graus de liberdade |
|--------------------|------------|------------------------------|--------------------|
| $X$                | 29,0°C     | 2,0 °C                       | 2                  |
| $R$                | 0,00 °C    | 0,03 °C                      | 100                |
| $M$                | -1,5 °C    | 0,9 °C                       | 100                |

Com auxílio do software GEU, desenvolvido pelo Grupo de Pesquisa em Incerteza da UFBA, uma avaliadora generalizada de incertezas que se encontra disponível na internet, foi possível comparar os resultados avaliados pelo método GUM e GUM-S1.

Na figura 1 é possível visualizar a função de densidade de probabilidade (PDF) geradas no GEU para o ponto de fluidez, sendo os valores de estimativas, incerteza e intervalos (para 95% de probabilidade de abrangência) apresentados na figura 2.

Na figura 2, nota-se que as estimativas e incertezas tem valores semelhantes. Contudo, o intervalo de abrangência obtido pelo GUM foi maior que o obtido pelo GUM-S1, consequência das aproximações utilizadas pelo método GUM. Como o GUM-S1 consiste na composição de PDF, o intervalo final é avaliado sobre a PDF resultante, enquanto que o GUM é sensível ao grau de liberdade efetivo, que nesse caso resultou em 2, dessa forma o intervalo é majorado para mesma probabilidade de abrangência.

Contudo, como não foi encontrado o certificado de calibração e nem um valor de correção para o equipamento, foi somado o valor do erro máximo [7] do PT-100, que corresponde a 0,2°C, aos intervalos como forma de majorar,

resultando em [17,9; 37,1], para o GUM, e [22,4; 32,5] para o GUM-S1

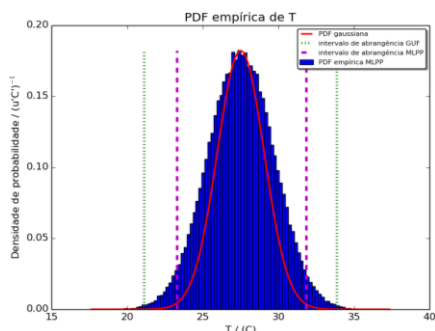


Figura 1: PDF geradas no GEU.

| GUM (MLPU)                |                                |  | Monte Carlo (MLPP)                                   |                            |
|---------------------------|--------------------------------|--|--|----------------------------|
| Estimativa                | Incerteza-padrão combinada     | GL efetivo   | Estimativa   | Incerteza-padrão combinada |
| 2.750e+1 C                | 2.180e+0 C                     | 2  | 2.749e+1 C   | 2.170e+0 C                 |
| Fator de abrangência 4.30 | Incerteza expandida 9.381e+0 C | Intervalo de abrangência [1.81193e+1 ; 3.68807e+1] C | Intervalo de abrangência [2.25759e+1 ; 3.22733e+1] C |                            |

Figura 2: Tabela de resultados apresentada pelo GEU.

Além do uso do GEU, uma planilha eletrônica específica para ponto de fluidez foi disponibilizada para que o laboratório parceiro do projeto possa avaliar a incerteza de medição nas suas próximas medidas realizadas de forma sistemática.

#### 4. CONCLUSÃO

Neste trabalho é apresentado uma avaliação da incerteza de medição para o ponto de fluidez, equacionando a dúvida que o próprio método traz para o resultado de medição, em um laboratório no qual não havia uma avaliação sistemática da incerteza. Dessa forma, o trabalho contribui para aumentar e enriquecer a cultura metrológica existente no Brasil, podendo ser obtidos resultados mais seguros e com melhor confiabilidade, proporcionando uma melhor informação para a tomada de decisão perante o resultado de medição fornecido.

Contudo, fica claro a necessidade da realização de trabalhos futuros com mais

experimentos para que uma estimativa da incerteza expandida seja encontrada com um valor mais realista e o debate sobre a incerteza do método de medição seja aprofundado. Além disso, sugere-se um estudo sobre os impactos econômicos ao se adotar a avaliação da incerteza nesse tipo de análise.

#### 5. REFERÊNCIAS

- [1] Silva, V L de M 2003 Estimativa da incerteza associada aos resultados da determinação do ponto de fluidez de óleos lubrificantes pelo método ASTM D 97. *Bol. téc. Petrobras*, Rio de Janeiro, **46** (3/4): 238 - 246, jul./dez.,
- [2] Oliveira R C G, Carvalho H M C e Oliveira M C K 2000 Como aumentar a capacidade de transferência de petróleo em oleodutos.. *Bol. téc. Petrobras*, Rio de Janeiro, **43** (2): 92-99, abr./jun.
- [3] ANP. Portaria ANP nº 80, de 30.4.1999 - DOU 3.5.1999
- [4] BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 2008, Evaluation of Measurement Data - Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM 1995 with minor corrections). Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 100.
- [5] BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 2008, Evaluation of Measurement Data-Supplement 1 to the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement – Propagation of distributions using a Monte Carlo method. Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 101.
- [6] Braz A J L 2011 Produção e caracterização de óleo vegetal e biodiesel de girassol e de pinhão-manso. Dissertação de Mestrado (Mestrado em engenharia mecânica) - Universidade Federal Fluminense.
- [7] ALBERTAZZI, A. G. J.; SOUZA, A. R. D. Fundamentos de Metrologia Científica e Industrial. [S.l.: s.n.], 2008.