



CARACTERIZAÇÃO DE ÓLEO LUBRIFICANTE POR ULTRA-SOM

^(a)**Ricardo Tokio Higuti**

Dep. Eng. Elétrica – Fac. Eng. de Ilha Solteira (FEIS) – Univ. Estadual Paulista (Unesp)
Avenida Brasil, 364, 15385-000, Ilha Solteira, SP, Brasil.

tokio@dee.feis.unesp.br

Flávio Buiochi

Celso Massatoshi Furukawa

Julio Cezar Adamowski

Dep. Eng. Mecânica - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP)

Av. Prof. Mello de Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, SP, Brasil. (jcadamow@usp.br)

(a) Atual endereço para correspondência: Dep. Eng. Mecânica - EPUSP - Sala MC1 - Avenida Prof. Mello Moraes, 2231, 05508-900, São Paulo, SP, Brasil.

Resumo. *Em diversos processos industriais é necessário medir as características de misturas ou emulsões, tais como a concentração e o tamanho de partículas em suspensão num meio líquido. O problema abordado neste trabalho trata da contaminação de óleo lubrificante por água, que ocorre em unidades geradoras de usinas hidrelétricas. Apresenta-se um método de caracterização de líquidos utilizando-se uma célula de medição de propriedades de líquidos por ultra-som. Esta célula possui um transdutor duplo-elemento, que elimina o problema da difração acústica, operando na faixa de frequência de 2,25 a 10MHz. São utilizadas amostras de água em óleo lubrificante em proporções que variam entre 0 e 5% em volume. Os parâmetros medidos são a velocidade de propagação, densidade e coeficiente de atenuação. Os resultados mostram que, para as frequências de 5 e 10MHz, a medida da variação da velocidade de propagação permite a diferenciação entre as diversas concentrações de amostras.*

Palavras-chave: *Ultra-som, caracterização de líquidos, óleo lubrificante.*

1. INTRODUÇÃO

A caracterização de líquidos é um problema de grande interesse por parte de indústrias e também em ciência básica. Em diversas situações, é necessária a monitoração no processamento de algum produto, como a concentração de um determinado produto em outro, cristalização, polimerização, etc. (Povey, 1997) Aplicações específicas referem-se à determinação de teor de gordura em leite bovino (Bacaneli, 1998), e determinação de água em óleo lubrificante, que é um problema existente em usinas hidrelétricas. Em áreas como química, bioquímica e biologia, tem-se interesse em estudar processos de relaxação química e estrutural em líquidos puros e soluções (Kaatze, 1993).

Para caracterização do líquido, pode-se utilizar instrumentos de medição de algumas grandezas, como a densidade, viscosidade e condutividade. Os métodos clássicos de medição de viscosidade exigem dispositivos com partes móveis e de difícil aplicação numa linha de produção. Outros métodos de caracterização requerem a análise em laboratório, como por exemplo métodos químicos e centrifugação (Pal, 1994). Neste caso, as caracterizações são realizadas numa amostra do líquido, são destrutivas e inviabilizam a monitoração contínua. Uma possibilidade é a utilização de ultra-som, e medir parâmetros acústicos tais como a velocidade de propagação, atenuação, impedância característica, coeficiente de reflexão, etc. Esses parâmetros podem ser utilizados para avaliar de forma indireta variáveis de processos industriais de maneira não-destrutiva.

Na implementação da técnica de medição descrita neste trabalho, utiliza-se uma célula de medição dotada de um transdutor duplo-elemento. A montagem desse transdutor foi proposta por Adamowski (1993) para medir a densidade de líquidos em movimento. O erro máximo obtido com a célula de medição de densidade é de 1% (Adamowski *et al.*, 1995). Esse erro pode ser diminuído através de calibrações da célula de medição. Verifica-se, porém, que para pequenas concentrações de água dissolvida em óleo, a variação da densidade é da mesma ordem de grandeza do erro. Um outro parâmetro a ser estudado é a atenuação acústica provocada por espalhamento e absorção. Mostra-se que o método pode ser utilizado para caracterizar o óleo contaminado por água, através da medida da velocidade de propagação.

2. ATENUAÇÃO ACÚSTICA

Uma onda acústica que se propaga num meio está relacionada com as propriedades físicas e geométricas desse meio e do transdutor que a gerou. Fatores como a absorção de energia, espalhamento da onda em meios não homogêneos, difração, etc., modificam a onda na forma e no conteúdo de frequência, fornecendo informações sobre as condições do líquido sendo investigado.

Neste trabalho, os meios de propagação considerados são misturas de óleo lubrificante e água, que formam uma emulsão. A fase contínua é formada pelo óleo e a fase dispersa pelas gotículas de água. Dessa forma, uma onda acústica, ao propagar-se por esse meio não-homogêneo, é atenuada pelos efeitos de espalhamento devido às gotículas de água e também devido à absorção. A absorção da onda acústica é causada por perdas viscosas e de transferência de calor, devido às diferentes propriedades termodinâmicas nas interfaces óleo-água (Epstein & Carhart, 1953, McClements & Povey, 1989). Outros efeitos, como as perdas por difração acústica, são eliminados através do uso de um receptor de grande abertura (Adamowski, 1993).

3. CÉLULA DE MEDIÇÃO

A Fig. 1 mostra o esquema da célula usada para medir a densidade de um líquido e outras propriedades acústicas, tais como a velocidade de propagação e coeficiente de atenuação. Essa célula é composta de três partes: transdutor duplo-elemento, líquido e refletor. Na montagem desse transdutor, utiliza-se como emissor um transdutor de cerâmica comercialmente disponível e como receptor uma membrana de PVDF (Polyvinylidene Fluoride), separados por uma linha de retardo de acrílico (I). A membrana de PVDF, de 52µm de espessura, é metalizada em ambas as faces e apresenta um grande diâmetro (60mm), comparado ao diâmetro do emissor, sendo capaz de interceptar totalmente o campo acústico. Assim, a perda por difração na recepção do sinal torna-se desprezível. A membrana também é separada do líquido por uma outra linha de retardo de vidro (II), que possui baixo coeficiente de atenuação acústica. Como os elementos ativos, receptor e emissor, não estão diretamente

em contato com o líquido, pode-se medir características de líquidos a temperaturas elevadas, ou líquidos corrosivos que não afetem o meio sólido. O meio 2 é o líquido no qual se quer medir as características e o meio 3 é um refletor metálico de aço inox, que é a própria carcaça do medidor. Alguns cuidados devem ser tomados na confecção da célula, relacionados principalmente ao paralelismo entre as interfaces. Para facilitar as trocas de amostras e limpeza, existe uma saída na parte inferior da câmara de amostra de líquido, com uma válvula. O líquido pode também circular através da câmara de amostras através de uma bomba peristáltica e um reservatório.

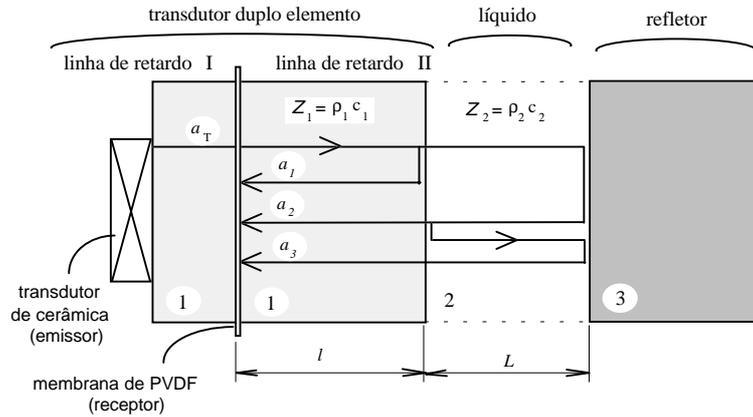


Figura 1 - Célula de medição e transdutor duplo-elemento.

4. MEDIÇÃO DOS PARÂMETROS ACÚSTICOS

O método utilizado é chamado de método de múltiplas reflexões, e encontra-se bem descrito em outros trabalhos (Adamowski, 1993, Adamowski *et al.*, 1995). Como mostrado na Fig. 1, o emissor gera uma onda acústica, que se propaga através da linha de retardo I até atingir a membrana de PVDF do receptor. O receptor mede o sinal transmitido a_T e as múltiplas reflexões nas interfaces linha de retardo II/líquido e líquido/refletor representados pelos sinais a_1 , a_2 e a_3 . A Fig. 2a mostra exemplos dos sinais utilizados. Para se obter as propriedades acústicas, tomam-se as transformadas de Fourier dos sinais a_1 , a_2 e a_3 , selecionando-se o valor da amplitude para uma dada frequência no espectro de cada sinal (A_1 , A_2 e A_3). A Fig. 2b ilustra a magnitude do espectro de um sinal de eco experimental. Trabalha-se sempre na frequência de máximo da magnitude de A_3 . De posse desses valores de amplitude, pode-se calcular o coeficiente de reflexão na interface linha de retardo II/líquido (R_{12}):

$$R_{12} = \sqrt{\frac{A_1 A_3}{A_1 A_3 - A_2^2}}. \quad (1)$$

A velocidade de propagação acústica c_2 no líquido é calculada a partir da medida da diferença do tempo de propagação Δt_{12} entre os sinais a_1 e a_2 , utilizando-se a técnica de correlação cruzada (Adamowski *et al.* 1995), melhorada com a utilização da transformada de Hilbert (Cabot, 1981). O valor da velocidade é dado por:

$$c_2 = \frac{2L}{\Delta t_{12}}, \quad (2)$$

onde L é o comprimento de amostra do líquido.

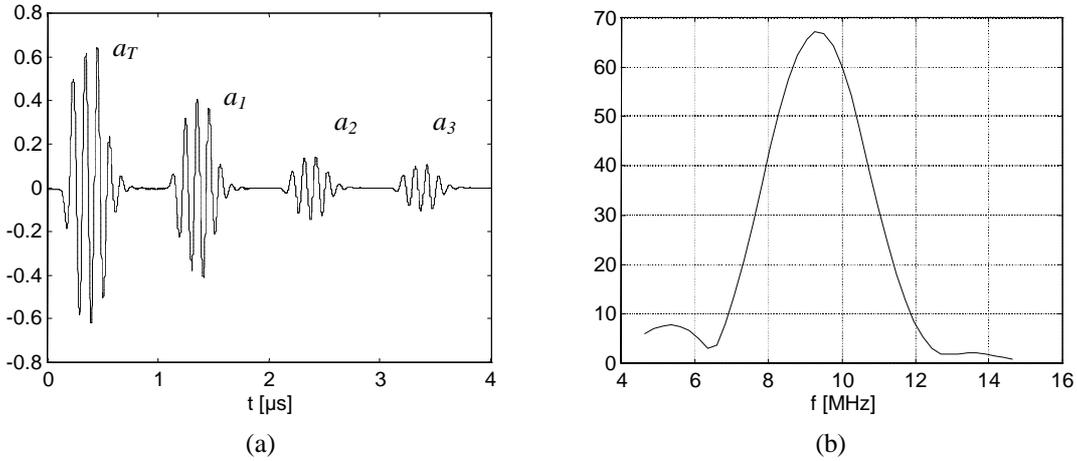


Figura 2 - Exemplos de sinais experimentais. (a) Sinais de eco no domínio do tempo. (b) espectro de magnitude típico de um sinal.

De posse dos valores de R_{12} e c_2 , determina-se o valor da densidade da amostra, ρ_2 , através de:

$$\rho_2 = \frac{\rho_1 c_1 (1 + R_{12})}{c_2 (1 - R_{12})}, \quad (3)$$

onde ρ_1 é o valor da densidade da linha de retardo II, que deve ser conhecido previamente, e c_1 a velocidade de propagação na linha de retardo, medida a partir dos ecos a_T e a_1 , da mesma maneira que indica a Eq. (2). Este método possui a vantagem de que, como a velocidade de propagação na linha de retardo é sempre medida, compensam-se eventuais efeitos de variação de temperatura no cálculo da densidade.

O coeficiente de atenuação no líquido é dado pela expressão:

$$\alpha_2 = \frac{1}{2L} \ln \left[\frac{A_1 (1 - R_{12}^2)}{A_2 R_{12}} R_{23} \right], \quad (4)$$

onde R_{23} é o coeficiente de reflexão na interface líquido/refletor. Assume-se que a impedância acústica do refletor seja conhecida e varie pouco na faixa de temperatura de operação. Como é mostrado na seção 7, durante as medições a temperatura praticamente não varia.

5. SISTEMA DE MEDIÇÃO

A figura 3 mostra os equipamentos utilizados nos experimentos. O sinal de excitação do transdutor é obtido a partir de um gerador de funções (Tektronix AFG 5102) e de um amplificador de potência (Amplifier Research 150A100A). Os sinais do receptor são amplificados por um analisador ultra-sônico (Panametrics 5072PR), digitalizados pelo osciloscópio (Hewlett-Packard HP54820) e transferidos para o computador (PC 486) via interface GPIB, onde um programa no ambiente Matlab™ faz o processamento dos dados.

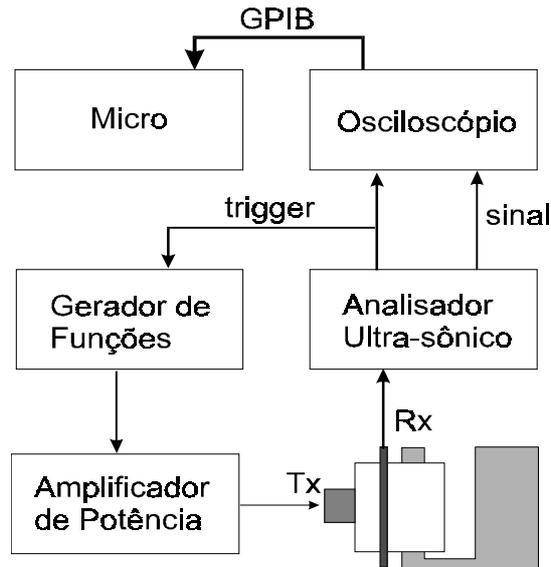


Figura 3 - Montagem experimental.

6. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras foram preparadas a partir de um tipo de óleo utilizado em reguladores de velocidade, Mobil DTE, obtido junto à usina hidrelétrica de Ilha Solteira - SP.

Para obter diversas concentrações em volume (ϕ) de água em óleo (entre 0 e 5%), foram adicionadas diversas quantidades de água destilada ao óleo novo, e estas foram misturadas num dispersor (Ika Ultra-Turrax T25). Não foi adicionado nenhum tipo de substância para estabilizar a amostra. Foram preparadas mais amostras com baixas concentrações, em torno de 1%, pois esta é a faixa de maior interesse, e com concentrações maiores, os riscos de danos às máquinas são maiores.

Como este tipo de óleo possui uma característica de fácil demulsificação (separação da água do óleo), sempre antes de se realizar as medidas, as amostras eram novamente misturadas no dispersor, durante 2 minutos a 13500 rpm, e deixadas em repouso por cerca de 6 horas para que eventuais bolhas de ar fossem eliminadas.

Um problema detectado nesta metodologia foi o aquecimento da amostra durante a mistura, o que pode ter levado a uma pequena variação no teor de água nas amostras. As amostras foram sempre mantidas em recipientes fechados, e à temperatura ambiente.

7. PARTE EXPERIMENTAL

Foram utilizados os transdutores cerâmicos comercialmente disponíveis, indicados na Tab. 1, onde têm-se também as temperaturas nas quais foram realizadas as medidas:

Tabela 1. Transdutores e faixa de temperatura de operação.

fabricante / modelo	diâmetro [mm]	freqüência [MHz]	T [°C]
Panametrics / V306	12,5	2,25	24 ± 1
Panametrics / A381S	19	3,5	25 ± 1
Krautkrämer / Aerotech Alpha	19	5,0	24 ± 1
Panametrics / A315S	19	10,0	25 ± 1

Os transdutores foram excitados com trens de senóide, contendo dois ou três ciclos nas respectivas frequências. Os sinais de eco foram adquiridos, utilizando médias que variaram entre 64 e 1024 para aumentar a relação sinal/ruído. Foram feitas 5 aquisições para cada amostra, das quais foram estimadas a média e desvio-padrão das medidas de velocidade de propagação, densidade e coeficiente de atenuação.

7.1 Calibração da Célula

Antes de se iniciarem os experimentos com as amostras de óleo, fez-se uma calibração com um líquido com propriedades conhecidas para averiguar seu funcionamento e medir o comprimento de amostra. Esta calibração é feita medindo-se parâmetros da água destilada. A cada troca do transdutor, a célula foi novamente calibrada. Em todos os casos, as calibrações apresentaram desvios menores que 1% em relação à densidade da água destilada.

7.2 Resultados

Como as concentrações utilizadas foram pequenas, e as propriedades da água e do óleo não diferem muito, as propriedades acústicas medidas não apresentaram grandes variações. Para 5 e 10MHz, a velocidade cresce monotonicamente com a concentração (Fig. 4).

A velocidade de propagação (c) é igual a $(\beta\rho)^{-1/2}$, onde β é a compressibilidade adiabática e ρ é a densidade. De acordo com Urick (1947), a velocidade de propagação numa mistura ideal é igual a $(\beta_{ef}\rho_{ef})^{-1/2}$, onde $\beta_{ef}=\phi\beta_{agua}+(1-\phi)\beta_{oleo}$ e $\rho_{ef}=\phi\rho_{agua}+(1-\phi)\rho_{oleo}$ são a compressibilidade e densidade efetivas, e ϕ a concentração de água em volume. Utilizando esta teoria simples, e as propriedades da água e do óleo, a curva da velocidade cresce linearmente com a concentração. A Tab. 2 mostra as propriedades da água e do óleo, e na Tab. 3 tem-se uma comparação entre os valores obtidos com esta teoria e os resultados obtidos.

Tabela 2. Propriedades da água e do óleo puro à temperatura de 24°C.

	β [m s ² /kg]	ρ [kg/m ³]	c [m/s]
água	4,4925 10 ⁻¹⁰	997,3	1494
óleo (puro)	5,3827 10 ⁻¹⁰	872,7	1459

Tabela 3. Comparação entre velocidades medidas (5MHz) e a teoria de Urick (1947).

ϕ [% vol]	0,13	0,33	0,66	1,01	1,27	1,65	2,66	4,00	5,00
c_{exp}	1459,3	1459,6	1459,9	1460,0	1460,0	1460,1	1460,4	1460,7	1460,9
$c_{teórico}$	1459,0	1459,1	1459,1	1459,2	1459,2	1459,3	1459,5	1459,7	1459,9
diferença [%]	0,012	0,035	0,053	0,053	0,054	0,058	0,063	0,065	0,070

Na Fig. 4, tem-se as velocidades de propagação na linha de atraso de vidro e na amostra, para 5 e 10MHz. Nota-se que a velocidade na linha de atraso varia muito pouco, ficando dentro dos desvios das medidas. A máxima variação ficou em 0,0009%, enquanto que o máximo desvio foi $\pm 0,0007\%$. Já para as amostras (5MHz), o desvio máximo foi de $\pm 0,0036\%$, bem menores que as variações em função da concentração. Por exemplo, para 5MHz, a variação na velocidade na amostra para concentrações entre 0 e 0,13% foi de 0,0236%, e entre 0 e 5%, de 0,125%. Assim, as medidas da velocidade na linha de retardo de vidro mostram que a temperatura permaneceu praticamente constante durante as medições,

evidenciando uma variação na velocidade de propagação com a concentração, e que a temperatura variou entre as medições de 5 e 10MHz, que foram realizadas em dias diferentes.

As curvas da velocidade para as frequências de 2,25 e 3,5MHz apresentaram uma tendência de aumento apenas a partir de uma certa concentração (2,66%). Isto mostra a baixa sensibilidade para estas frequências e concentrações mais baixas.

Para o coeficiente de atenuação, as variações para uma mesma amostra não foram muito grandes, mesmo para as frequências mais elevadas. Por exemplo, na Fig. 5 tem-se, para 5MHz, a variação do coeficiente de atenuação com a concentração. Parece haver uma tendência de aumento e queda da atenuação, que se repetiu na frequência de 10MHz, mas como as variações não ficaram muito acima dos erros experimentais, estas medidas não podem ser consideradas com segurança.

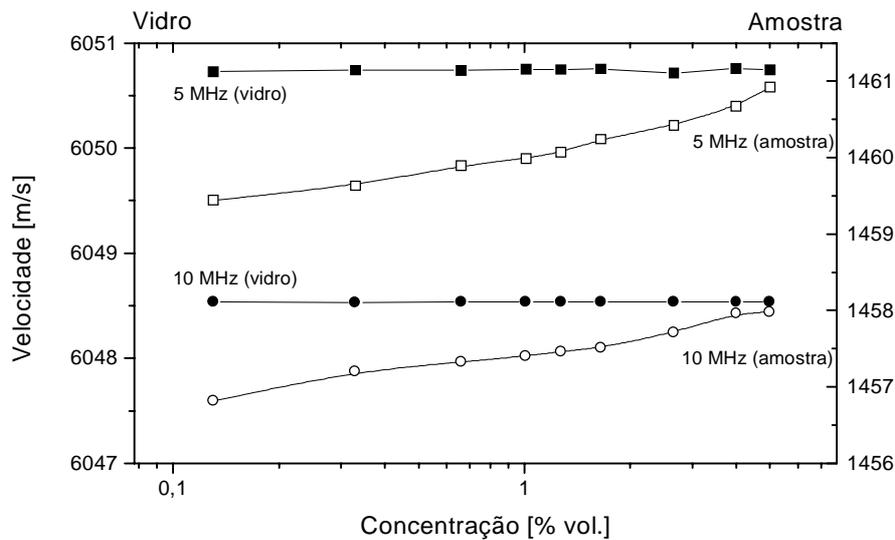


Figura 4 - Velocidades de propagação na linha de retardo de vidro e amostra para frequências de 5 MHz ($T=24^{\circ}\text{C}$) e 10 MHz ($T=25^{\circ}\text{C}$).

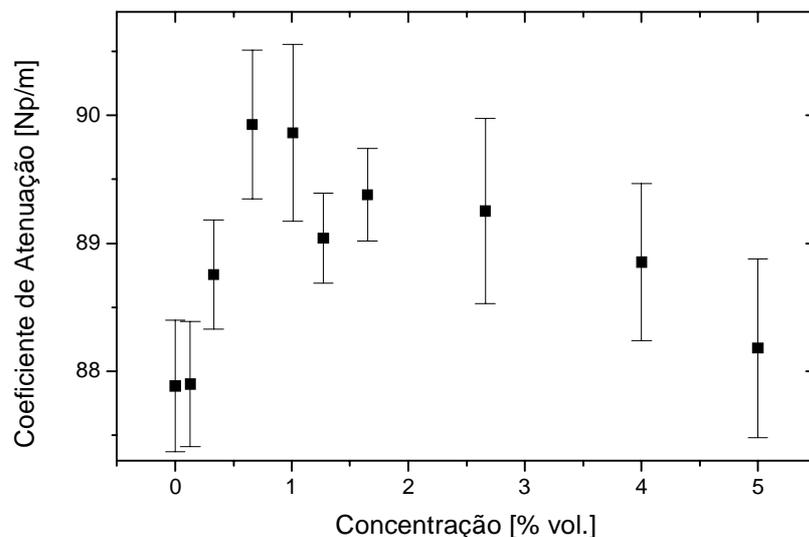


Figura 5 - Variação do coeficiente de atenuação com a concentração para 5MHz ($T=24^{\circ}\text{C}$).

A densidade das misturas também não variou com a concentração, devido às baixas concentrações e à relativa proximidade nas propriedades da água ($\rho = 997 \text{ kg/m}^3$) e do óleo ($\rho = 872 \text{ kg/m}^3$).

8. COMENTÁRIOS E CONCLUSÕES

Foram realizadas medições com misturas de água em óleo lubrificante, para concentrações variando entre 0 e 5% em volume, e frequências entre 2,25 e 10MHz. A diferenciação das amostras foi possível nas frequências de 5 e 10MHz, através da medida da velocidade de propagação. Para 5MHz, a curva da velocidade em função da concentração possui uma inclinação de 0,23 [m/s / % água]. Adicionalmente, dentre os parâmetros acústicos medidos, a velocidade de propagação é o mais preciso. Os métodos de processamento de sinais utilizados permitem a medição com desvios da ordem de 0,003%, enquanto que nas medidas de atenuação, os desvios situam-se por volta de 1%, que são da ordem de variação da atenuação com a concentração, devido à baixa concentração de água utilizada. Assim, estes resultados mostram que é possível diferenciar concentrações de água em óleo de 0,1% na faixa estudada. Não foi possível comparar as medidas em função da frequência, devido à variação de temperatura, que mesmo pequena introduz variações significativas nos parâmetros medidos, principalmente a velocidade. Por outro lado, numa usina, por exemplo, como a quantidade de óleo é grande, não deve haver variações de temperatura muito grandes e rápidas. Um outro fator que influi nas medidas é o tamanho das partículas, fator este que deve ser explorado em experimentos futuros. No caso das amostras utilizadas, o tamanho gira em torno de 1 μm . Provavelmente com a utilização de frequências mais elevadas e um sistema para medição de atenuação mais preciso, este parâmetro possa ser utilizado na caracterização das amostras.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Capes, pelo programa PICDT, e à FAPESP pelo auxílio concedido a esta pesquisa.

REFERÊNCIAS

- Adamowski, J. C., 1993, Medição de Densidade de Líquidos por Ultra-Som, Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.
- Adamowski, J. C., Buiochi, F., Simon, C., Silva, E. C. N. and Sigelmann, R., 1995, Ultrasonic measurement of density of liquids, The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 97, pp. 354-361.
- Bacaneli, F., 1998, Determinação do teor de gordura no leite através de parâmetros acústicos. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.
- Cabot, R. C., 1981, A note on the application of the Hilbert Transform to time delay estimation, IEEE Transactions on Acoustics Speech and Signal Processing, vol. ASSP-29, no. 3, pp. 607-609.
- Epstein, P. S. and Carhart, R. R., 1953, The absorption of sound in suspensions and emulsions. I. water fog in air, The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 25, n. 3, pp. 553-565.
- Kaatze, U., Kühnel, V., Menzel, K. and Schwerdtfeger, S., 1993, Ultrasonic spectroscopy of liquids. Extending the frequency range of the variable sample length technique. Measurement Science and Technology, vol. 4, pp. 1257-1265.

- McClements, D. J. and Povey, M. J. W., 1989, Scattering of ultrasound by emulsions, *Journal of Physics D*, vol. 22, n. 1, pp. 38-47.
- Pal, R., 1994, Techniques for measuring the composition (oil and water content) of emulsions - a state of the art review, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 84, pp. 141-193.
- Povey, M. J. W., 1997, *Ultrasonic techniques for fluids characterization*, Academic Press, San Diego, USA.
- Urlick, R. J., 1947, A sound velocity method for determining the compressibility of finely divided substances, *Journal of Applied Physics*, vol. 18, pp. 983-987.

CHARACTERIZATION OF LUBRICATING OIL USING ULTRASOUND

Abstract: In many industrial processes it is necessary to measure characteristics of pure liquids, mixtures or emulsions, such as the particle size and concentration. As an example, in hydroelectric generation plants it is necessary to monitor the water content in lubricating oil. In this work, it is presented a method for liquid characterization using an ultrasonic measurement cell with a double-element transducer that eliminates the diffraction loss, and operates in the frequency range 2.25 to 10MHz. Water in oil samples with concentrations in the range 0 to 5% in volume were prepared, and were measured the propagation velocity, density and attenuation coefficient. The results show that, at the frequencies of 5 and 10MHz, it is possible to characterize the different sample concentrations using the propagation velocity as a parameter.

Keywords: *Ultrasound, liquids characterization, lubricating oil.*