

REMOÇÃO DE ÁGUA EM ÓLEO USANDO RECHEIO ESTRUTURADO REVESTIDO POR HIDROGEL DE CELULOSE

Palavras-Chave: DESIDRATAÇÃO DE ÓLEO, FLUXO CONTÍNUO, HIDROGÉIS BIOPOLIMÉRICOS

Autores(as):

ANA CAROLINA FRANCA FARIAS, JEAN MATHEUS MORAIS DE OLIVEIRA, MIGUEL FELIX FARIA, FLÁVIA FERREIRA DOS SANTOS VIEIRA, BIANCA RAMOS ESTEVAM
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA - FEQ-UNICAMP
Prof. Dr. LEONARDO VASCONCELOS FREGOLENTE (orientador), FEQ-UNICAMP

INTRODUÇÃO:

Óleos combustíveis e industriais podem ser contaminados com água durante diversas etapas de processamento, armazenamento e distribuição, prejudicando os sistemas em que ele é utilizado (Arthus *et al.*, 2023). Os métodos tradicionais de desidratação apresentam limitações como alto consumo energético, risco de contaminação do óleo e eficiência limitada para baixas concentrações de água (Perez *et al.*, 2025). Nesse contexto, os hidrogéis surgem como uma solução inovadora, eficiente e sustentável. Esses materiais são hidrofílicos e oleofóbicos, capazes de remover a água sem interagir com o óleo (Estevam *et al.*, 2025). As vantagens são ainda maiores ao utilizar hidrogéis de celulose, pois este é um biopolímero de alta disponibilidade, baixo custo e biodegradável (Thakur *et al.*, 2022).

Sistemas de tratamento em fluxo contínuo são utilizados em diversas operações industriais. Para a desidratação de óleo nesse sistema utiliza-se colunas recheadas com o material desidratante (nesse caso o hidrogel) por onde o óleo é passado e tratado continuamente. Quando o material de recheio da coluna apresenta arranjos geométricos precisos e organizados (recheios estruturados), pode-se maximizar a eficiência de desidratação pela maior área de contato (Perez *et al.* 2025). Entretanto, a síntese do hidrogel em geometrias mais complexas é desafiadora, e, para contornar esse problema, pode-se fabricar o recheio por impressão 3D e então revesti-lo com hidrogel usando a técnica de *dip-coating* (Estevam *et al.*, 2025). Dessa maneira, une-se as características de geometria favorável e superfície hidrofílica. Diante deste contexto, este trabalho avalia o revestimento de recheios estruturados por hidrogel de celulose e sua aplicação em sistemas de remoção de água emulsificada em óleo lubrificante.

METODOLOGIA:

Revestimento das peças com hidrogel de celulose

O revestimento de peças de impressão 3D pelo hidrogel de celulose foi inicialmente investigado em placas corrugadas e posteriormente replicados nas peças de recheios estruturados. Tanto as placas como os recheios foram fabricados por impressão 3D utilizando filamento de poliamida (Nylon®) e apresentam várias perfurações para melhorar a aderência do hidrogel à superfície. Antes do revestimento, as peças foram lavadas com água corrente e sabão, enxaguadas com água destilada e etanol e secas em estufa a 60 °C. O procedimento de síntese do hidrogel e revestimento das peças foi baseado nas condições previamente otimizadas pelo grupo de pesquisa (Estevam *et al.*, 2025).

O preparo da solução de hidrogel foi realizado dissolvendo 4 % (em massa) de celulose microcristalina em uma solução com 81 mL de água, 11,5 g de ureia e 7,5 g de hidróxido de sódio, com agitação constante por 2 h, a 750 rpm, em temperatura abaixo de 5 °C. Após a diluição da celulose, esta foi levada ao refrigerador por 30 min e então armazenada em geladeira. Para reticulação da celulose, a solução foi aquecida a 30 °C e misturada com 10 % (em volume) de epícloridrina. Imediatamente após a adição da epícloridrina, as peças a serem revestidas foram imersas na solução e permaneceram nela durante 1 h, com agitação a 750 rpm e controle da temperatura para 30±3 °C. Após, a peça foi removida com velocidade de 100 mm.min⁻¹, cuidadosamente pendurada com um apoio em um becker (para garantir que o material úmido não tocasse a superfície do vidro), e levada à estufa à 60 °C para a cura durante 4 h. As peças, ainda penduradas, foram submersas em água para a lavagem ao longo de 24 h e então secas em estufa a 60 °C até massa constante.

A quantidade de hidrogel incorporado foi calculada pela diferença de peso antes e depois do revestimento das amostras. Foram revestidas 2 placas corrugadas e 17 recheios estruturados. A qualidade do revestimento foi avaliada em microscópio óptico, comparando a superfície das peças antes e depois do revestimento

Tratamento do óleo

Os recheios estruturados revestidos pelo hidrogel de celulose foram aplicados no tratamento de óleo lubrificante hidráulico contaminado com 300 mg de água por quilograma de óleo, sendo a mistura homogeneizada em dispersor ultra turrax com velocidade de 10.600 rpm por 10 min. O óleo foi então tratado em fluxo contínuo utilizando uma coluna de 4 cm de diâmetro e 7 cm de altura, equipada com um distribuidor de óleo na base e 6 recheios estruturados revestidos pelo hidrogel (Figura 1). O tratamento foi realizado com vazão de 6,5 mL.min⁻¹, operando em fluxo ascendente, com tempo de residência estimado em 10 min. O sistema foi monitorado ao longo de 6 h, coletando amostras de óleo periodicamente na entrada e na saída da coluna, e verificando a concentração de água nelas por titulação coulométrica no equipamento Karl Fischer (ASTM D6304). Com esta concentração de água foi calculada a eficiência de desidratação do óleo utilizando o hidrogel. O experimento foi realizado em duplicata, trocando totalmente os recheios utilizados e fazendo um novo lote de óleo.

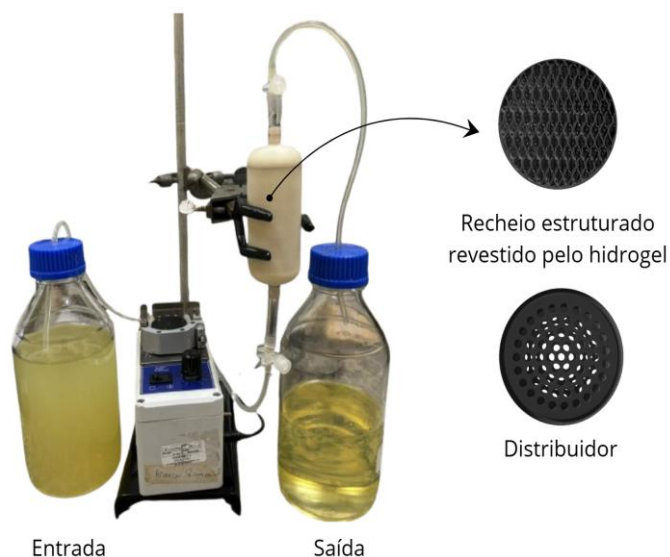


Figura 1: Sistema de tratamento de óleo usando recheio estruturado recoberto pelo hidrogel de celulose.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Revestimento das peças com hidrogel de celulose

O revestimento das placas corrugadas resultou na incorporação de 0,05 g de hidrogel em cada réplica, mostrando que o método é replicável e efetivo. Ao fazer uma análise visual das peças (Figura 2-A e -E), notou-se concentrações maiores de hidrogel na região superior da placa. Analisando as placas no microscópio (Figura 2-B e -F), notou-se de que todas as aberturas foram completamente preenchidas em ambas as réplicas, porém as regiões de ranhuras da superfície apresentaram partes distintas de revestimento.

Nos recheios revestidos obteve-se massa de $0,39 \pm 0,8$ g de hidrogel por recheio estruturado. A maior quantidade de massa incorporada ao recheio, em relação à placa, deve-se à maior disponibilidade de área a ser recoberta. Além disso, deve-se considerar que o escoamento do hidrogel é mais facilitado na placa, enquanto precisa percorrer caminhos mais tortuosos no recheio, ampliando o acúmulo do hidrogel. Esta incorporação de hidrogel ao recheio foi notada tanto visualmente (Figuras 2-C e -G) como nas análises de microscópio óptico (Figura 2-D e H). Verificou-se que o hidrogel passou a revestir as paredes do recheio, mas também a adentrar parte dos espaços vazios da estrutura. Isto foi notado tanto pela diferença de textura como pela maior dificuldade de passagem de luz pela peça.

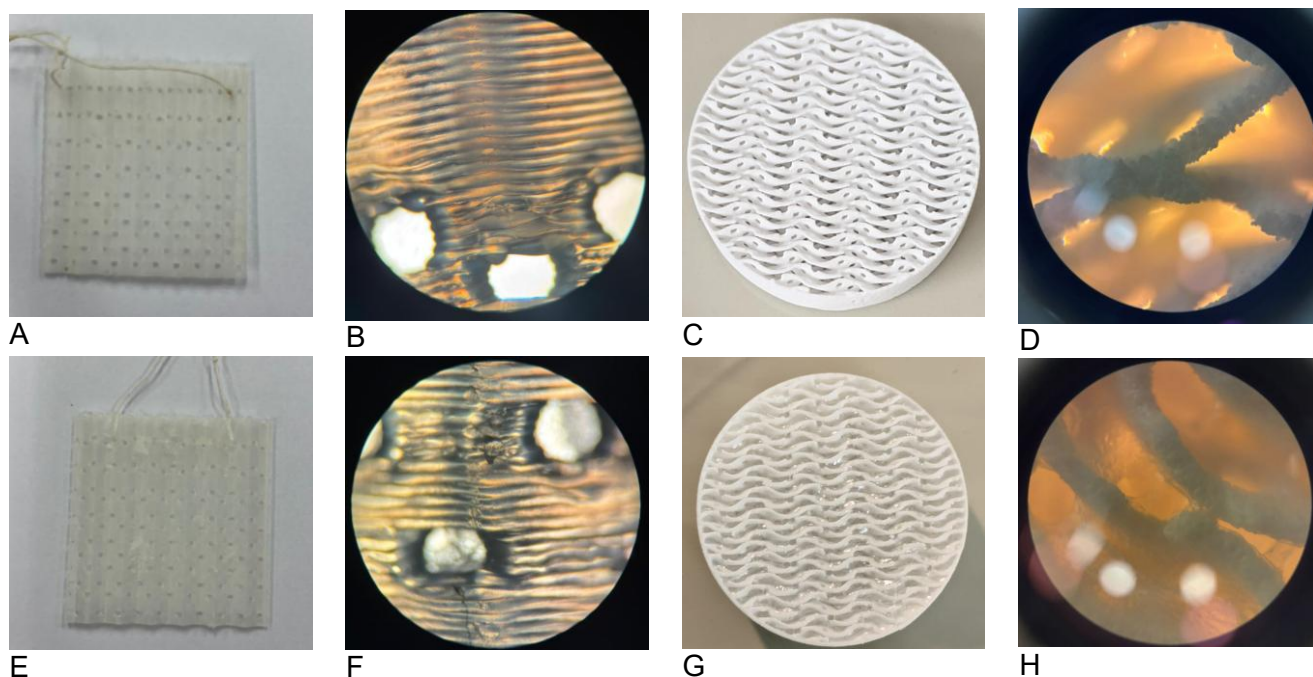


Figura 2: Análise visual e microscópica do revestimento das peças, apresentando a placa antes (A- peça e B - microscopia) e depois do revestimento (E- peça da placa e F - microscopia da placa) e do recheio estruturado antes (C- peça e D - microscopia) e depois do revestimento (G- peça de recheio e H - microscopia do recheio).

Tratamento do óleo

O tratamento em fluxo contínuo do óleo permitiu a redução na quantidade de água ao longo de todo o período avaliado, a qual se manteve-se acima de 300 mg.kg^{-1} antes de entrar na coluna com hidrogel, e saiu deste com concentrações variando entre 150 e 200 mg.kg^{-1} (Figura 3-A), de modo a obter eficiência de desidratação entre 40-50 % (Figura 3-B). Dessa forma, o tratamento pode atender as reivindicações de concentração de água no óleo da ISO 4406, mantendo-a abaixo de 250 mg.kg^{-1} .

Os resultados obtidos nesta pesquisa mostram a viabilidade do tratamento de óleos lubrificantes utilizando recheios estruturados revestidos por hidrogel de celulose. Sistemas similares haviam sido reportado na literatura apenas com o recobrimento de hidrogéis sintéticos de poli(acrilamida-co-acrilato de sódio) (Perez *et al.*, 2025; Gonçalves *et al.*, 2021). Nos estudos de Perez *et al.*, (2025), este sistema permitiu reduzir a concentração de água de 5.000 mg.kg^{-1} para 180 mg.kg^{-1} em diesel marítimo e para 90 mg.kg^{-1} em óleo isolante. Gonçalves *et al.*, (2021) também utilizaram recheios revestidos de hidrogel sintético no tratamento de biodiesel contaminado com $50.000 \text{ mg.kg}^{-1}$ de água, reduzindo a concentração para entre 1.600 e 2.370 mg.kg^{-1} a depender da vazão, a qual variou de 1 a 5 mL.min^{-1} .

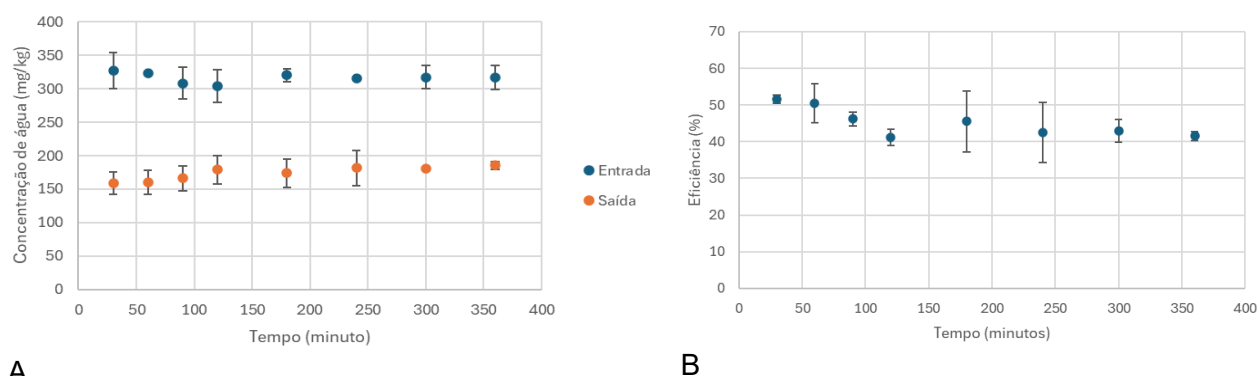


Figura 3: Concentração de água no óleo na entrada e na saída do sistema (A) e eficiência de remoção de água (B) ao longo do tempo.

CONCLUSÕES:

Os resultados obtidos nesta pesquisa mostram que é possível realizar o revestimento de peças de poliamida com hidrogéis de celulose pelo método de *dip-coating*, com resultados de aumento de massa replicáveis entre as amostras. As análises de microscopia indicaram que o hidrogel pode adentrar os espaços livres para passagem do óleo no recheio estruturado ou formar recobrimentos com regiões distintas na superfície das placas, mostrando a necessidade de mais estudos para melhorar a homogeneidade e eficácia do processo. Dentro das condições analisadas, o sistema com recheios estruturados revestidos pelo hidrogel de celulose removeu entre 40-50 % da água presente no óleo lubrificante durante o tratamento em fluxo contínuo, de modo a permitir adequar o teor de água no óleo às normas vigentes ($<250 \text{ mg.kg}^{-1}$). Com isso, mostra-se que o processo é promissor e que o hidrogel é uma alternativa eficiente para a separação de misturas água-óleo.

BIBLIOGRAFIA

- ARTHUS, Leticia; *et al.* Hydrogels for the Removal of Water Content from Liquid Fuels. In: **Hydrogels**. 1. ed. Boca Raton: CRC Press, p. 311–334, 2023.
- ASTM D6304, **Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration**. 2021.
- ESTEVAM, Bianca Ramos; *et al.* Water separation from lubricating oil by sorption into a structure packing coated with a cellulose hydrogel. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**. V. 725-1, p. 137561, 2025.
- GONÇALVES, Henrique Luiz; *et al.* Development of a Hydrogel Column for Water Removal from Fuels. **Chemical Engineering Transactions**, v. 86, p. 1117–1122, 2021.
- PEREZ, Isadora Dias; *et al.* Dehydration of cloudy-diesel using poly(acrylamide-co-sodium polyacrylate) hydrogel grafted onto cellulose. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, 2025.
- THAKUR, Kirti; *et al.* Starch/PVA hydrogels for oil/water separation. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 26, n. 31, p. 32013–32028, 2019.