



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102016003722-0 A2

(22) Data do Depósito: 22/02/2016

(43) Data da Publicação: 29/08/2017



(54) Título: MÉTODO DE EXTRAÇÃO DE ÓLEO

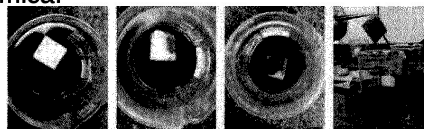
(51) Int. Cl.: C11B 1/10

(73) Titular(es): FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL

(72) Inventor(es): MATHEUS VINÍCIUS GREGORY ZIMMERMANN; BRUNA ROSSI FENNER; RUTH MARLENE CAMPOMANES SANTA; ADEMIR JOSÉ ZATTERA

(74) Procurador(es): REMER VILLAÇA & NOGUEIRA ASSESSORIA E CONSULTORIA DE PROPRIEDADE INTELECTUAL

(57) Resumo: MÉTODO DE EXTRAÇÃO DE ÓLEO A presente invenção descreve um método de extração de óleos que compreende uma etapa de contatar um sorvente, com tamanho médio de célula de 0,5 mm a 5 mm, com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato. Mais especificamente o sorvente é uma composição de poliuretano e o substrato é um meio aquoso. A presente invenção se situa nos campos da Engenharia de Materiais e da Química.



Relatório Descritivo de Patente de Invenção

MÉTODO DE EXTRAÇÃO DE ÓLEO

Campo da Invenção

[0001] A presente invenção descreve um método de extração de óleo que compreende uma etapa de contatar um sorvente com um óleo presente em um substrato. A presente invenção se situa nos campos da Engenharia de Materiais e da Química.

Antecedentes da Invenção

[0002] A contaminação de ambientes marinhos por óleos tem sido frequentemente reportada com a expansão da exploração do petróleo em ambientes marinhos e transporte aquático de produtos petrolíferos. Desastres envolvendo derramamento de óleos trazem desastrosas consequências ao ambiente, saúde humana, economia e gestão dos recursos não renováveis [LIM, 2007].

[0003] Nos últimos anos o processo de sorção tem aparecido como uma técnica de grande potencial para o tratamento de efluentes industriais. Neste contexto, vários materiais têm sido estudados na recuperação de óleos em ambientes marinhos e minimizar os impactos ambientais causados pelos mesmos (LIM, 2007; LI et al., 2013). Atualmente, os principais materiais utilizados na recuperação de óleos em derramamento marinhos são classificados em três categorias: inorgânicos naturais (lã de vidro, argilas e perlita) orgânicos naturais (fibras vegetais, musgo de turfa Sphagnum, celulose modificada) e sintéticos (mantas de polipropileno e espumas de poliuretano) (ADEBAJO, 2003; PAYNE, 2012; DUONG & BURFORD, 2006).

[0004] Para uma boa eficiência do sorvente, a taxa de difusão do óleo para dentro do sorvente deve ser rápida, em grande quantidade e sem a dissolução do sistema, assim como o processo de dessorção do óleo ao retirar o sorvente do meio. A possibilidade da retenção do óleo no sorvente base espuma é atrativa pela possibilidade de recuperação deste óleo. Porém, em um

sistema com baixo grau de adsorção e alta taxa de absorção, o óleo pode escoar para fora do sistema sorvente antes completar seu objetivo (DUONG & BURFORD, 2006).

[0005] A seletividade ao óleo (hidrofobicidade) é uma das propriedades mais determinantes na eficiência de um sorvente para materiais apolares, principalmente quando o objetivo é a remoção de óleos em ambientes aquáticos (CHUNG, 2011).

[0006] Espumas flexíveis de PU são materiais promissores para absorção de líquidos. São produzidos com alta concentração de células abertas e suas propriedades viscoelásticas permitem uma eficiente absorção e desorção do líquido, permitindo assim sua coleta, transporte e recuperação e posterior reutilização da espuma [LI, 2012]. Além disso, as espumas de PU são materiais que podem ser produzidos com baixo consumo de energia, equipamentos de baixo investimento (ARMENTA, 2004; ATTA, 2013).

[0007] Em geral, a variação e manipulação da formulação no processamento de espumas de PU, permite a produção de diferentes morfologias celulares, que impactam diretamente na densidade da amostra, que pode variar de 8 a 50 kg/m³, e conseqüentemente ampla variação de propriedades mecânicas e capacidade de sorção [ZHU, 2011].

[0008] A eficiência de uma espuma polimérica como sorvente está associada a dois fenômenos intrínsecos, a adsorção e absorção; com o aumento da densidade da espuma e fração de sólidos ocorre um beneficiamento do fenômeno de adsorção, pois mais óleo consegue ficar aderido à estrutura da espuma, porém existe menor teor de vazios disponível na fração volumétrica da espuma, assim, menos óleo por volume de espuma pode ser coletado. O aumento do teor de sólidos também influencia o processo de desorção do óleo, pois na retirada do sorvente do sistema, densidades menores facilitam o escoamento do mesmo, o que pode dificultar seu manuseio após a retirada do meio.

[0009] A diminuição do tamanho de células (aumento da densidade e teor de vazios) pode prejudicar a cinética de sorção, ou seja, o tempo necessário para que o óleo migre para o interior do sorvente. Com sorventes com densidade de célula elevada e células de menor tamanho, a capacidade de sorção e coleta de óleos mais viscosos pode ser prejudicada pela dificuldade de infiltração de óleos viscosos para o interior da espuma.

[0010] Espumas poliuretânicas originalmente são materiais, que possuem sua estrutura química composta por partes polares e apolares, o que pode impactar na seletividade ao óleo (sorção de ambas as fases aquosas e oleofílicas). Assim, com o intuito de maximizar a eficiência de espumas de PU como sorventes, é necessário a modificação química da superfície polimérica da espuma.

[0011] Recentemente, a modificação química de superfícies dos materiais hidrofílicos e/ou porosos com tratamentos que o tornem superhidrofóbicos tem despertado interesse pela alteração da seletividade do material sem alterar a estrutura morfológica da espuma (LI, 2012; LI, 2013). Outras propostas para aumentar a hidrofobicidade de espumas de poliuretano são baseados na modificação dos reagentes utilizados no processo de polimerização do mesmo, como por exemplo o uso de ácidos graxos e componentes a base de silicones. O inconveniente do uso destes materiais diretamente na formulação das espumas de PU, é que os mesmos podem influenciar na expansão da espuma e abertura dos poros, podendo impactar desta forma a eficiência de sorção da espuma.

[0012] O processo de silanização é relativamente recente, e consiste na reação de hidroxilas presente na superfície da amostra com grupamentos alcóxi presentes no silano. O revestimento de superfícies com organosilanos pode ser feito em diversos materiais, como poliméricos, vidro, celulósicos e metais.

[0013] Organosilanos apresentam três principais vantagens no uso como agente de revestimentos: (a) são comercialmente disponíveis e em larga

escala; são geralmente moléculas bifuncionais, em que uma parte é capaz de reagir com a superfície, geralmente em segmentos com grupos hidroxilas disponíveis e de acordo com o organossilano, possuem grupos funcionais (aminas, metacrilatos, vinílicos, etc) que podem modificar a energia de superfície e/ou alterar a hidrofobicidade da amostra [SALON, 2005].

[0014] Um dos maiores desafios no desenvolvimento de sorventes é o desenvolvimento de um sistema com alta capacidade de sorção (e coleta de óleo), baixo custo de produção, possibilidade de produção em grande escala, tempo de armazenamento sem que ocorra a deterioração do sistema, alta seletividade ao óleo e reciclabilidade (ZHU, 2011).

[0015] Na busca pelo estado da técnica em literaturas científica e patentária, foram encontrados os seguintes documentos que tratam sobre o tema:

[0016] O documento Li et al, 2005 e Xie et al, 2012 revelam tratamentos químicos aplicados como revestimentos, com o objetivo de aumentar a seletividade ao óleo da espuma, destacam-se o uso de revestimentos a base de carbono (nanotubos de carbono e grafeno), porém com alto valor agregado pelo custo do grafeno e nanotubos de carbono, que pode ser um fator limitando na produção em grande escala deste material.

[0017] O documento Zhu et al, 2011 revela revestimentos hidrofóbicos a base de nitrato de prata (AgNO_3) e ácido n-dodecanóico.

[0018] O documento Jin et al, 2015 revela revestimentos altamente eficientes em separação de óleo e água e apresenta superfícies auto limpantes. Os revestimentos são baseados em 1-triacontanol-octadecilsiloxano polimerizado.

[0019] O documento Shuai et al., revela uma espuma de poliuretano revestida com poli(dimetilsiloxano)- TiO_2 para absorção seletiva de óleo em água.

[0020] Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da

presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

Sumário da Invenção

[0021] Dessa forma, a presente invenção tem por objetivo resolver os problemas constantes no estado da técnica a partir de um método de extração de óleos que compreende uma etapa de contatar um sorvente, com tamanho médio de célula de 0,5 mm a 5 mm , com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato.

[0022] Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um método de extração de óleo que compreende uma etapa de contatar um sorvente, com tamanho médio de célula de 0,5 mm a 5 mm, com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato.

[0023] Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e pelas empresas com interesses no segmento, e serão descritos em detalhes suficientes para sua reprodução na descrição a seguir.

Breve Descrição das Figuras

[0024] Com o intuito de melhor definir e esclarecer o conteúdo do presente pedido de patente, são apresentadas as presentes figuras:

[0025] A figura 1 mostra imagens fotográficas do ensaio de sorção estática.

[0026] A figura 2 mostra imagens fotográficas do ensaio de sorção dinâmica: (a) água e óleo em agitação; (b) inserção do corpo de prova de sorção e (c) sorvente e óleo coletado após o ensaio.

[0027] A figura 3 mostra imagens obtidas por MO da morfologia celular das diferentes espumas de poliuretano, em que (a) é PU1, (b) é PU2, (c) é PU3, (d) é PU4, (e) é PU5.

[0028] A figura 4 mostra as densidades específicas das espumas de poliuretano com e sem o processo de silanização.

[0029] A figura 5 mostra as micrografias obtidas por MEV da superfície das espumas após a reação de silanização.

[0030] A figura 6 mostra um esquema da reação de silanização da superfície das espumas de poliuretano (adaptado de SHANG, 2010).

[0031] A figura 7 mostra as curvas das análises termogravimétricas comparativas das espumas de poliuretano com e sem revestimento de silanos.

[0032] A figura 8 mostra as curvas de tensão de compressão x deformação das espumas de poliuretano com (a) e sem silanização (b).

[0033] A figura 9 mostra a capacidade de sorção estática das espumas de poliuretano em diversos tipos de óleos.

[0034] A figura 10 mostra as micrografias obtidas por MEV das amostras: (a) PU2.S e (b) PU3.S.

[0035] A figura 11 mostra os ensaios de sorção dinâmicos água e óleo (SAE 5W30) das espumas de poliuretano tratadas.

Descrição Detalhada da Invenção

[0036] A presente invenção descreve um método de extração de óleos utilizando um sorvente com um tamanho médio de célula preferencial para um óleo com baixa ou alta viscosidade.

[0037] Em outro aspecto, quanto maior a densidade aparente do sorvente, maior será a densidade de células (número de células por unidade de área) e conseqüentemente maior fração de sólidos por unidade de volume. Em geral observa-se maior capacidade de sorção com aumento da viscosidade do óleo, que é principalmente atribuída a dessorção de óleo após a retirada do sistema. Óleos mais viscosos tem maior dificuldade de escoar para fora do sistema, assim uma maior quantidade fica retida no interior dos sorventes. Por esta razão, a morfologia celular das composições exerce um papel fundamental na eficiência de sorção em relação ao tipo (viscosidade) do óleo. Entende-se

que os sorventes que possuem os poros mais abertos (menor número de células e menor densidade), facilitam a infiltração de óleos mais viscosos, quando comparado à morfologia das células de sorventes com poros mais fechados (maior número de células e maior densidade), que além de menores, apresentam uma fina membrana. A presença dessa membrana nos poros da amostra pode dificultar a migração de óleos mais viscosos, porém também impede a dessorção de óleos de baixa viscosidade, como no caso do querosene.

[0038] Em uma concretização, a presente invenção revela que diferentes densidades da composição de poliuretano revestida com material hidrofóbico, apresentam uma maior seletividade a determinados óleos, essa seletividade sendo baseada na viscosidade do óleo e no tamanho médio das células do sorvente.

[0039] Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um método de extração de óleo que compreende uma etapa de contatar um sorvente, com tamanho médio de célula de 0,5 mm a 5 mm, com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato.

[0040] Em uma concretização, no método de extração:

a) se o óleo presente em um substrato possuir viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C então o sorvente possui tamanho médio de célula de 5 mm até 3 mm;

b) se o óleo presente em um substrato possuir viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C então o sorvente possui tamanho médio de célula de 3 mm até 0,5 mm.

[0041] Em uma concretização, o sorvente possui tamanho médio de célula de 5 mm a 3 mm para extrair um óleo com viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C presente em um substrato.

[0042] Em uma concretização, o sorvente que possui tamanho médio de célula de 5 mm a 3 mm extrai de 45 g/g a 55 g/g de um óleo com viscosidade

de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C presente em um substrato. Em que g/g é gramas de óleo por gramas de sorvente.

[0043] Em uma concretização, o sorvente possui tamanho médio de célula de 0,5 mm a 3 mm para extrair um óleo com viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C presente em um substrato.

[0044] Em uma concretização, o sorvente que possui tamanho médio de célula de 0,5 mm a 3 mm extrai de 30 g/g a 40 g/g de um óleo com viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C presente em um substrato. Em que g/g é gramas de óleo por gramas de sorvente.

[0045] Em uma concretização, o dito método de extração de óleo compreende uma etapa de contatar um sorvente, com densidade de 8 kg.m^{-3} e 30 kg.m^{-3} a 23 °C, com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato.

[0046] Em uma concretização, no método de extração:

a) se o óleo presente em um substrato possuir viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C então o sorvente possui densidade de 8 kg.m^{-3} a 15 kg.m^{-3} a 23 °C;

b) se o óleo presente em um substrato possuir viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C então o sorvente possui densidade de 15 kg.m^{-3} a 30 kg.m^{-3} a 23 °C.

[0047] Em uma concretização, o sorvente possui densidade de 8 kg.m^{-3} a 15 kg.m^{-3} a 23 °C para extrair um óleo com viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C presente em um substrato.

[0048] Em uma concretização, o sorvente que possui densidade de 8 kg.m^{-3} a 15 kg.m^{-3} a 23 °C extrai de 45 g/g a 55 g/g de um óleo com viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C presente em um substrato. Em que g/g é gramas de óleo por gramas de sorvente.

[0049] Em uma concretização, o sorvente possui densidade de 15 kg.m^{-3} a 30 kg.m^{-3} a 23 °C para extrair um óleo com viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C presente em um substrato.

[0050] Em uma concretização, o sorvente que possui densidade de 15 kg.m^{-3} a 30 kg.m^{-3} a $23 \text{ }^\circ\text{C}$ extrai de 30 g/g a 40 g/g de um óleo com viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a $40 \text{ }^\circ\text{C}$ presente em um substrato. Em que g/g é gramas de óleo por gramas de sorvente.

[0051] Em uma concretização, a etapa de contatar compreende a imersão do sorvente no substrato.

[0052] Em uma concretização, o sorvente é uma composição de poliuretano.

[0053] Em uma composição, a composição de poliuretano é revestida por um material hidrofóbico.

[0054] Em uma concretização, o material hidrofóbico compreende pelo menos um organosilano.

[0055] Em uma concretização, o organosilano é (3-glicidilpropil)trimetoxisilano (GPTMS).

[0056] Em uma concretização, o substrato é um meio aquoso.

[0057] Em uma concretização, o método compreende uma etapa adicional em que o óleo é extraído do sorvente.

[0058] Em uma concretização, o óleo é extraído do sorvente por compressão do sorvente.

[0059] Em uma concretização, o sorvente é reutilizável.

[0060] Em uma concretização, o método é utilizado em sistemas marítimos.

Definições

[0061] Na presente invenção entende-se “extrair” como qualquer método, meio, processo de separar, absorver, adsorver, extrair, coletar, remover, entre outras variantes, uma substância distinta de um meio.

[0062] Na presente invenção entende-se “óleo” como compostos lipofílicos, em uma concretização formados principalmente por hidrocarbonetos. Exemplos não exaustivos são óleos vegetais, petróleo e óleo diesel.

[0063] Na presente invenção entende-se “sorvente” como qualquer material capaz de absorver ou adsorver óleo. Exemplos não exaustivos são espumas de poliuretano, parafina.

[0064] Na presente invenção entende-se “substrato” como qualquer meio, superfície, solução em que um óleo poderia estar presente, mas não é miscível. Exemplos não exaustivos são oceanos, lagos, cascos de navios.

Exemplos - Concretizações

[0065] Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar, o escopo da mesma.

Exemplo I

[0066] Foram testados sorventes feitos de espumas de poliuretano (PU) com diversos tipos de óleo.

Materiais

[0067] Os materiais utilizados no desenvolvimento das espumas de PU foram:

[0068] O polioli, marca Voranol WL 4010 foi fornecido pela Dow Brasil Sudeste Industrial Ltda. Caracteriza-se por ser uma dispersão de copolímero de estireno acrilonitrila (5 a 10%) em polioli/poliéter (85 a 95%). Possui índice de hidroxila de 49 a 56 mg KOH.g⁻¹, cor branca e encontra-se no estado líquido.

[0069] O Tolueno-diisocianato (TDI), marca Voranate™ T-80 TDI de baixa acidez, foi fornecido pela Dow Brasil Sudeste Industrial Ltda. na forma 80/20, sendo 80% de sua isomeria na forma de 2,4-diisocianato de tolueno e 2,6-diisocianato de tolueno.

[0070] O catalisador de Amina, marca Dabco® 2033 Catalyst, foi fornecido pela Air Products. Possui viscosidade dinâmica de 0,154 kg.m⁻¹.s⁻¹, massa específica de 990 kg.m⁻³ e número de hidroxilas (OH) de 799 mg KOH.g⁻¹.

[0071] O catalisador organometálico utilizado foi o octoato de estanho, marca Kosmos® 29 fornecido pela Evonik Industries.

[0072] O surfactante Niax silicone L-595, foi fornecido pela empresa Momentive Performance Materials Inc.

[0073] Os agentes de expansão utilizados foram: cloreto de metileno fornecido pela empresa Brasil Sudeste Industrial Ltda e água destilada. O cloreto de metileno é um líquido com ponto de ebulição de 39,9 °C, massa específica de 1320 kg.m⁻³, massa molecular de 84,94 g.mol⁻¹.

[0074] Os materiais utilizados para tratamento químico de silanização foram silicatos de sódio alcalino, fornecidos pela Serraquímica produtos químicos Ltda., (3-glicidilpropil) trimetoxisilano (GPTMS), código 440167, fornecido pela Sigma-Aldrich S.A.

[0075] Os materiais utilizados para o ensaio de sorção foram: óleo Ipiranga SAE 5W30, cuja densidade a 20/4 °C é 0,86 g.cm⁻³, viscosidade a 40 °C igual a 70 cSt ou 0.00007 m².s⁻¹, óleo de soja Primor, cuja densidade é 0,88 g.cm⁻³, viscosidade cinemática a 40 °C igual a 32 cSt ou 0.000032 m².s⁻¹, querosene cuja densidade relativa a 20/4 °C igual a 0,76-0,82 g.cm⁻³, viscosidade cinemática a 37 °C igual a 2,2 (máx) cSt ou 0.000022 m².s⁻¹.

Desenvolvimento das espumas de PU

[0076] As espumas de PU foram produzidas por batelada, utilizando um misturador de hélices, marca Fisaton 715, com velocidade de rotação de até 2500 rpm. As concentrações de cada reagente estão indicadas na Tabela 1. Inicialmente, água, amina e silicone foram adicionados ao polioliol com agitação por um período de 1 minuto. Na sequência o octoato de estanho foi adicionado e misturado por 20 s seguido de um período de repouso de 20 s. Em seguida o TDI e o cloreto de metileno foram adicionados a mistura sob agitação vigorosa por 10 s e na sequência o conteúdo foi descarregado em um molde para formação da espuma. O tempo de cura da espuma foi de 48 horas. Após este

período, a espuma foi cortada para retirada da casca e em formatos de corpos de prova.

Tabela 1. Formulações de espumas, em pcp (partes por cem de polioli (g)).

Reagente	PU1	PU2	PU3	PU4	PU5
Polioli	100	100	100	100	100
TDI	95	80	73	67	51
Água	7,3	6	5,4	4,9	4,2
Amina	0,5	0,30	0,22	0,18	0,12
Silicone	5	3,3	2,2	1,7	0,8
Octoato de estanho	0,90	0,50	0,40	0,33	0,18
Cloreto de metileno	43	22	11	6	12

Tratamento hidrofóbico na superfície sólida das espumas de poliuretano.

[0077] As espumas foram cortadas em blocos de 25x25x50 mm e imersas em uma solução de água/álcool (70/30 v/v) com 1% (massa) de GPTMS e 1% (massa) de silicato de sódio. Foi adicionado gota a gota ácido acético (aproximadamente 10 ml a cada litro de solução) para estabilizar o pH da solução em 4,5. As espumas foram mantidas em imersão com agitação lenta, utilizando um agitador magnético com barra magnética, por 4 horas. Após, as espumas foram retiradas, o excesso de líquido foi escoado e amostra foi seca (concomitante ocorre a cura do silano) na temperatura de 120 °C por 4 horas.

Caracterizações

[0078] A morfologia das amostras foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando um equipamento SHIMADZU, modelo superscan SS-550.

[0079] As propriedades térmicas das amostras foram avaliadas por termogravimetria (TGA), utilizando um equipamento SHIMADZU, modelo TGA-50, com taxa de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, e rampa de aquecimento de 0 °C

a 800 °C, sob atmosfera de nitrogênio (N₂), (50 mL.min⁻¹). Foi utilizado aproximadamente 10 mg de amostra para cada ensaio.

[0080] As propriedades químicas foram avaliadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) em um equipamento THERMO SCIENTIFIC, modelo NICOLET iS10, por ATR. As amostras foram conduzidas, com varredura, na região de 4000 a 400 cm⁻¹, com resolução de 4 cm⁻¹.

[0081] A densidade aparente foi calculada pela relação entre o peso da amostra e seu volume segundo norma ASTM D3574.

[0082] O ensaio de sorção foi realizado de acordo com a metodologia proposta pela norma ASTM F726-12, onde o sorvente foi adicionado ao óleo por um período de 15 a 30 minutos. Após, a amostra foi retirada, suspensa por 30 segundos para escoar o óleo em excesso (dessorção) e novamente pesada. A metodologia aplicada no ensaio de sorção das espumas é ilustrada na Figura 1. Todas as amostras foram testadas em triplicata.

[0083] O ensaio de sorção dinâmica foi realizado com uma mistura de 300 mL de água e 12 g de óleo SAE 5W30. A mistura foi mantida em agitação utilizando uma placa magnética por um período de 1 minuto e após o corpo de prova (volume 25 x 25 x 25 mm) foi adicionado à mistura por um período de 1 minuto. O sorvente foi retirado do sistema e aplicado um tempo de dessorção de 30 segundos. A amostra foi pesada antes e depois do ensaio e após o corpo de prova foi comprimido mecanicamente para extração do óleo coletado pelo sorvente. A Figura 2 representa as etapas do procedimento utilizado no ensaio dinâmico. O ensaio foi realizado em triplicata.

Resultados e Discussões

[0084] A Figura 3 apresenta as imagens por microscopia óptica das diferentes formulações de espumas de PU. É possível observar que com o aumento da densidade da amostra, há uma maior fração da fase sólida na espuma, com maior quantidade de células e de menor tamanho. Os tamanhos

médios das células, estimados pelas imagens, foram de 4 mm, 3 mm, 2 mm, 1 mm e menor que 1 mm para as composições PU1 (a), PU2 (b), PU3 (c), PU4 (d) e PU5 (e), respectivamente.

[0085] A Figura 4 apresenta os dados mensurados da densidade das diferentes formulações das espumas de PU antes e após o tratamento com organossilano. É possível observar um aumento na densidade das formulações do PU1 para o PU5. A densidade de uma espuma de PU está associada à formulação adotada, como a quantidade de agentes expansores (água e cloreto de metileno).

[0086] A densidade aparente de uma espuma de PU pode ser correlacionada com sua morfologia celular, conforme já explanado na Figura 2.

[0087] Após o tratamento químico com organossilanos observa-se um aumento na densidade aparente em todas as espumas estudadas, devido a presença de grupos mais volumosos e compostos por silício, que estão revestindo a matriz polimérica do poliuretano.

[0088] A Figura 5 apresenta as micrografias obtidas por MEV da superfície das espumas de PU após o tratamento químico. Observa-se a presença de uma camada de revestimento, na qual durante o corte das amostras, foi fragmentada, expondo mais evidente a camada de revestimento. Este revestimento é composto por uma rede interligada de silícios, conforme explanado na Figura 6.

[0089] A Figura 7 apresenta os termogramas de degradação do PU3 antes e após o tratamento de silanização. Após o tratamento químico, foi possível observar maior teor de cinzas (15%) na temperatura de 800 °C em relação à espuma de puro sem o tratamento químico (5%). Este maior teor de cinzas é resultante da presença da fração inorgânica do silano não se decompor na temperatura utilizada.

[0090] A Figura 8 apresenta as curvas de tensão por deformação na compressão até 80% de deformação. Em geral, o ensaio de resistência à compressão não apresentou resultados proporcionais à densidade da amostra,

sendo que os maiores resultados são atribuídos às amostras PU3 e PU4. Esta propriedade mecânica superior destas duas amostras pode ser atribuída à presença de maior quantidade de poros fechados, conforme explanado na sequência. Após a silanização, todas as amostras apresentaram aumento na resistência à compressão pela inserção de segmentos rígidos inorgânicos.

[0091] A Figura 9 apresenta os dados do ensaio de sorção estática das amostras com PU tratadas, utilizando diferentes tipos de óleos. Em geral, observa-se maior capacidade de sorção com aumento da viscosidade do óleo, que foi principalmente atribuída a dessorção de óleo após a retirada do sistema.

[0092] No ensaio, a maior capacidade de sorção de óleo foi observada na amostra PU2.S para óleos mais viscosos e no PU3.S para óleos de menor viscosidade. Para óleos com viscosidade intermediária, como no caso do óleo de soja, as amostras PU2.S e PU3.S apresentaram resultados similares.

[0093] A Figura 10 apresenta as micrografias obtidas por MEV das amostras PU2.S e PU3.S. Foi possível observar que o PU2.S possui os poros mais abertos, o que facilita a infiltração de óleos mais viscosos, quando comparado a morfologia das células do PU3.S, que além de menores, é visível a presença de poros mais fechados, com a presença de uma fina membrana. A presença dessa membrana nos poros da amostra pode dificultar a migração de óleos mais viscosos, mas também impede a dessorção de óleos de baixa viscosidade, como no caso do querosene.

[0094] A Figura 11 apresenta os resultados da sorção de óleo no ensaio dinâmico, com água e óleo em movimento. A amostra que apresentou maior capacidade de retenção de óleo foi a PU2.S. Em todas as amostras, a quantidade de água retirada dos sorventes foi inferior a 0,5 g.

[0095] Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes, abrangidas no escopo das reivindicações anexas.

Reivindicações

1. Método de extração de óleo **caracterizado** por compreender uma etapa de contatar um sorvente, com tamanho médio de célula de 0,5 mm a 5 mm, com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato.

2. Método de extração de óleo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por:

a) se o óleo presente em um substrato possuir viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C então o sorvente possui tamanho médio de célula de 5 mm até 3 mm;

b) se o óleo presente em um substrato possuir viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C então o sorvente possui tamanho médio de célula de 3 mm até 0.5 mm.

3. Método de extração de óleo de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado** pelo sorvente possuir tamanho médio de célula de 5 mm a 3 mm para extrair um óleo com viscosidade de 10 cSt a 100 cSt a 40 °C presente em um substrato.

4. Método de extração de óleo de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado** pelo sorvente possuir tamanho médio de célula de 0,5 mm a 3 mm para extrair um óleo com viscosidade de 1 cSt a 10 cSt a 40 °C presente em um substrato.

5. Método de extração de óleo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** pela etapa de contatar compreender a imersão do sorvente no substrato.

6. Método de extração de óleo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado** pelo sorvente ser uma composição de poliuretano.

7. Método de extração de óleo de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pela composição de poliuretano ser revestida por um material hidrofóbico.

8. Método de extração de óleo de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado** pelo material hidrofóbico compreender pelo menos um organosilano.

9. Método de extração de óleo de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo organosilano ser (3-glicidilpropil)trimetoxisilano (GPTMS).

10. Método de extração de óleo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **caracterizado** pelo substrato ser um meio aquoso.

FIGURAS

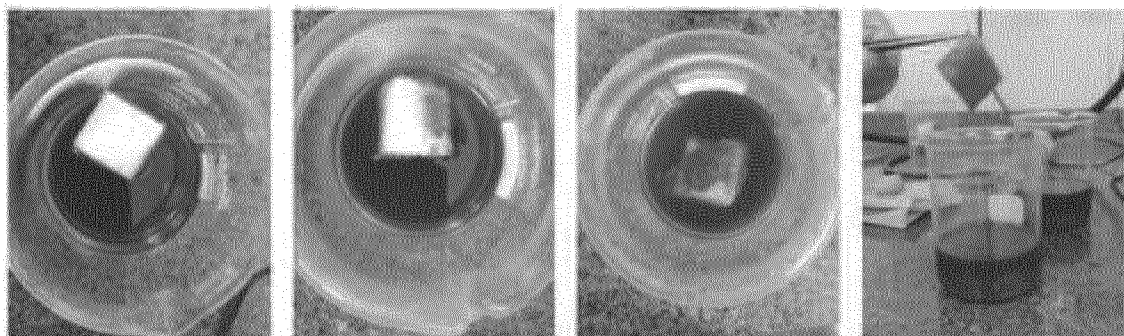


Figura 1

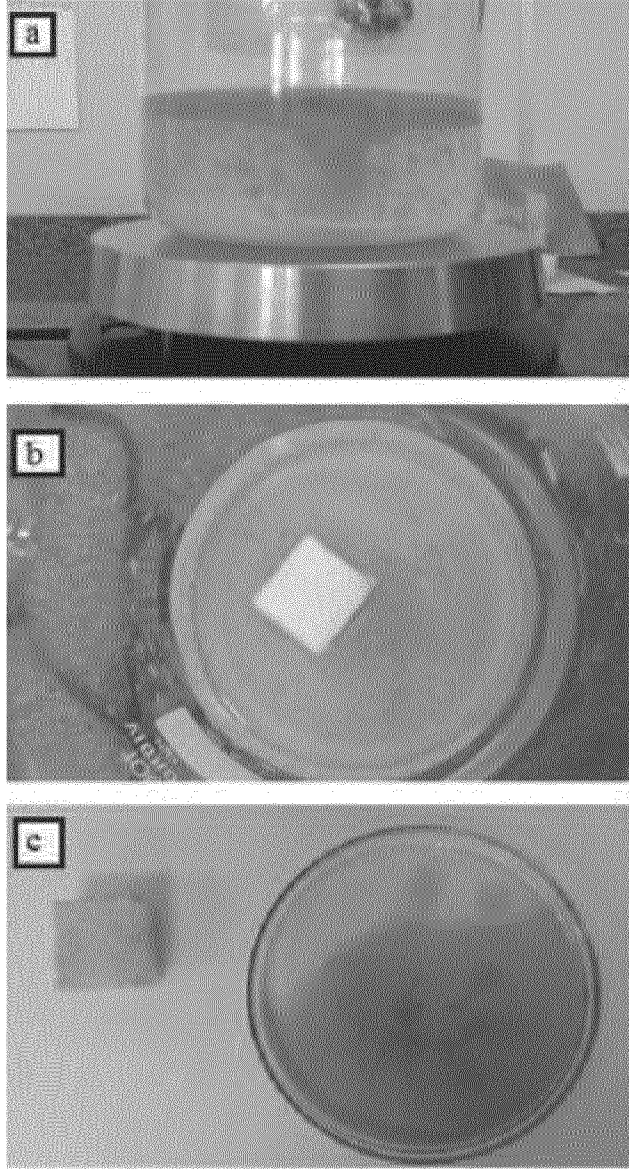


Figura 2

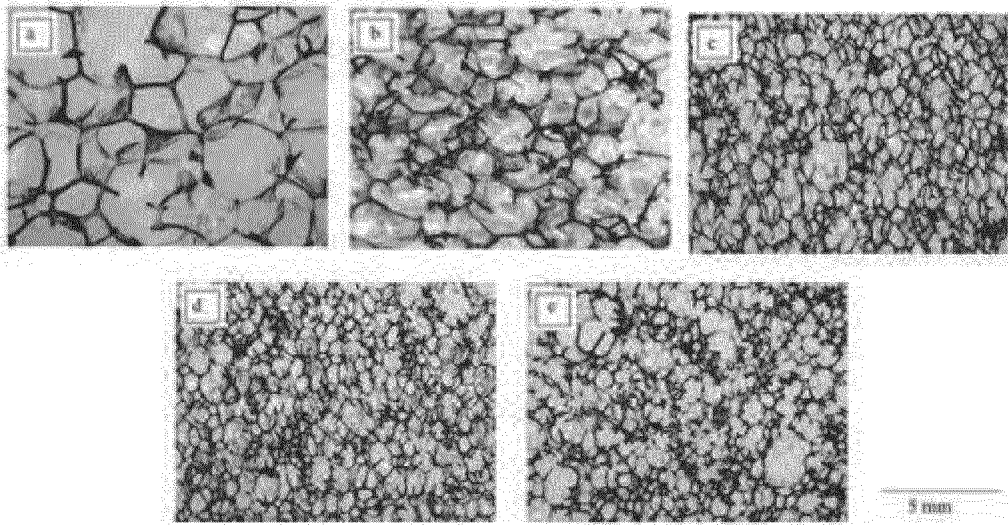


Figura 3

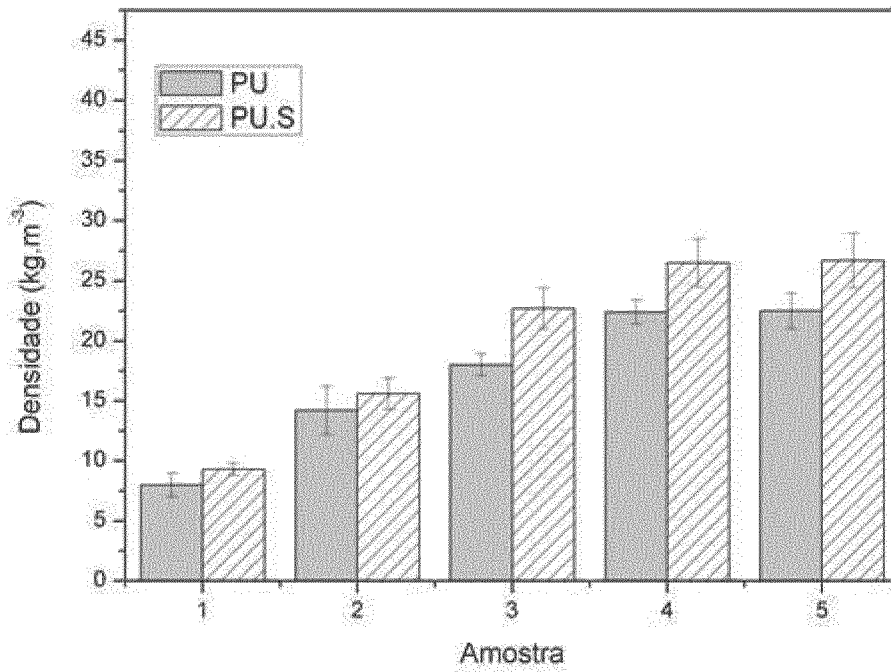


Figura 4

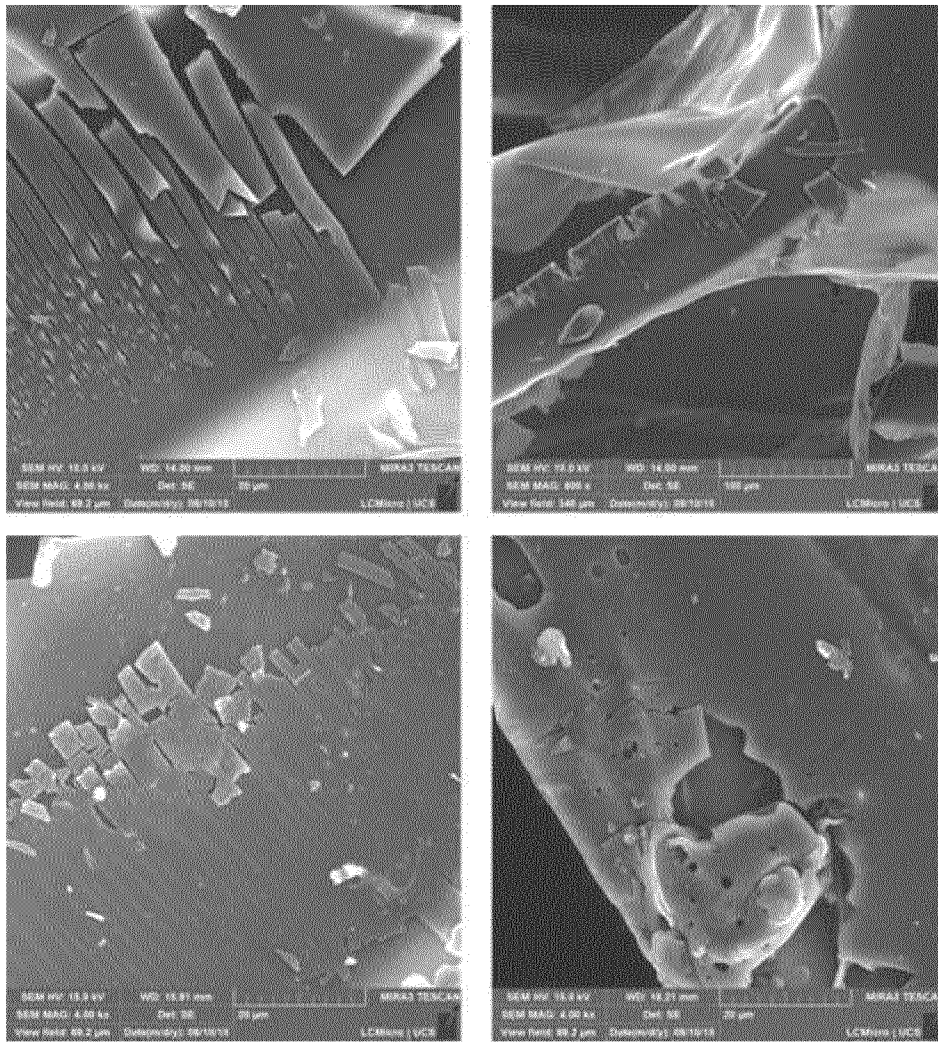


Figura 5

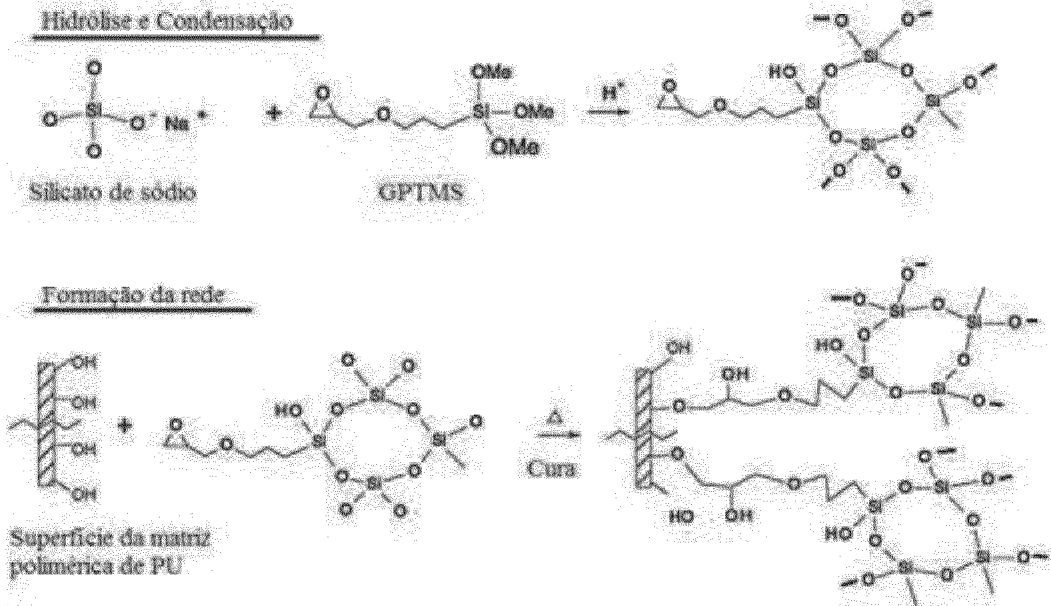


Figura 6

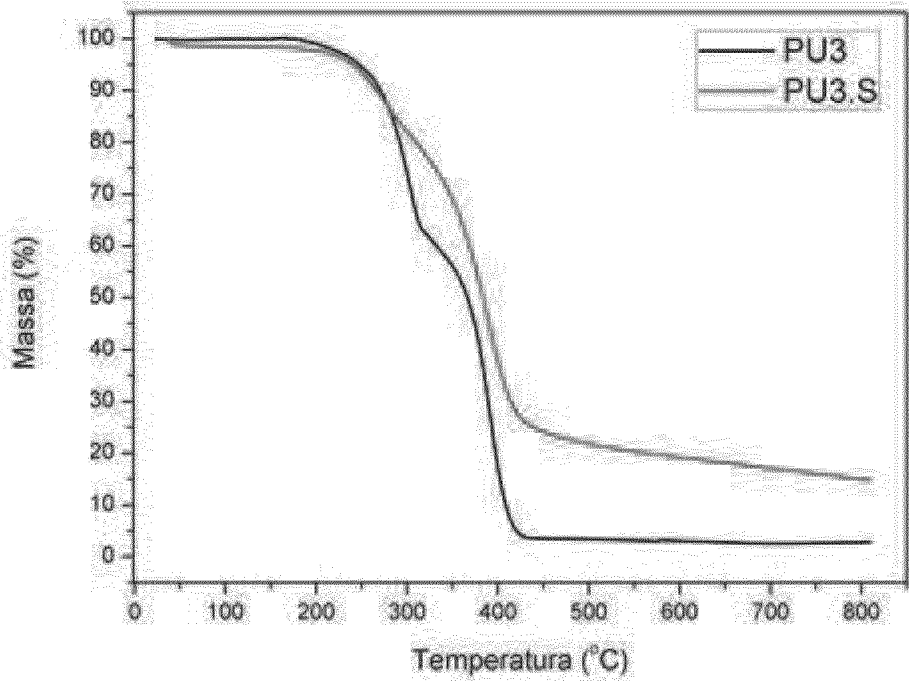


Figura 7

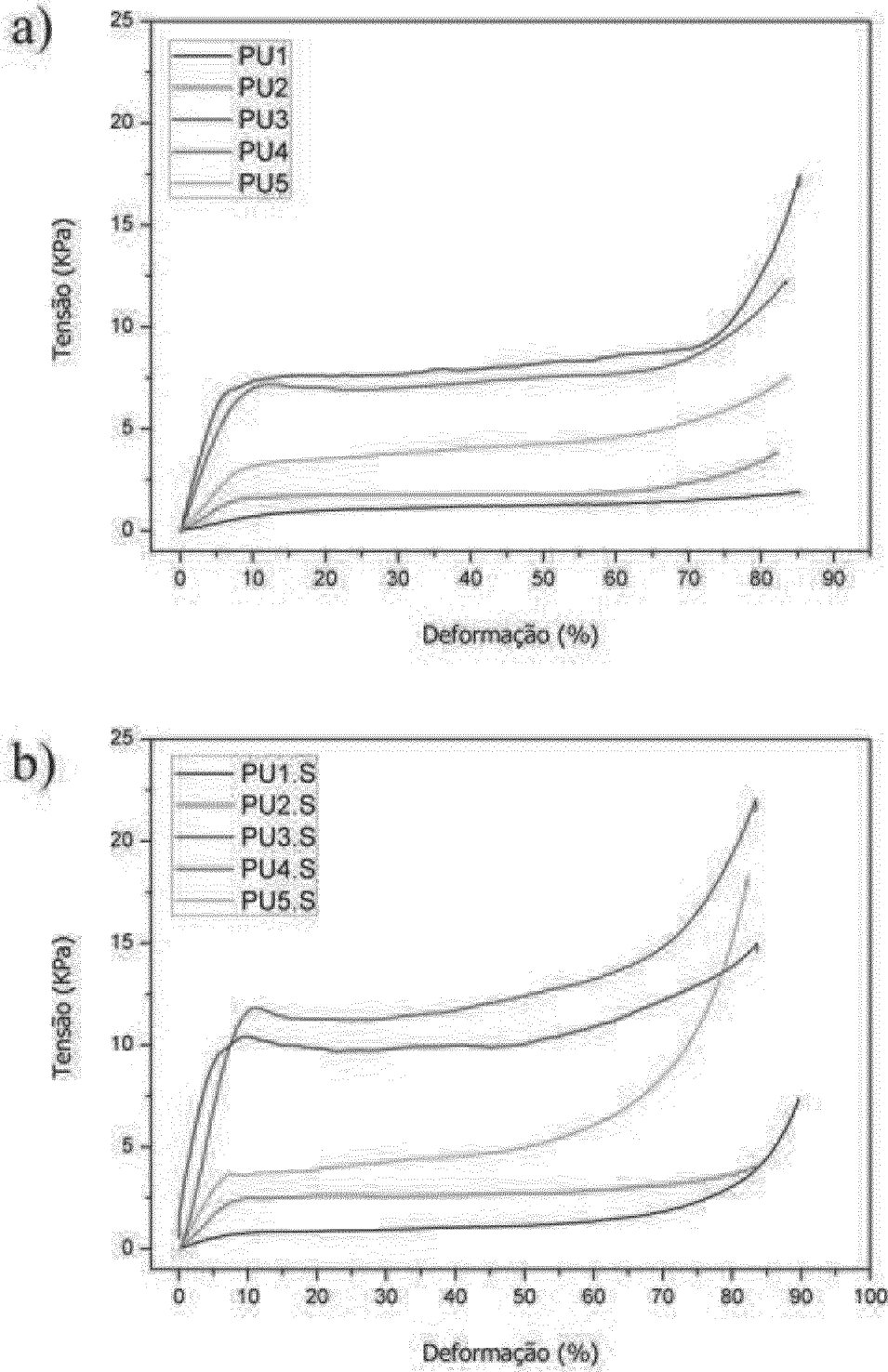


Figura 8

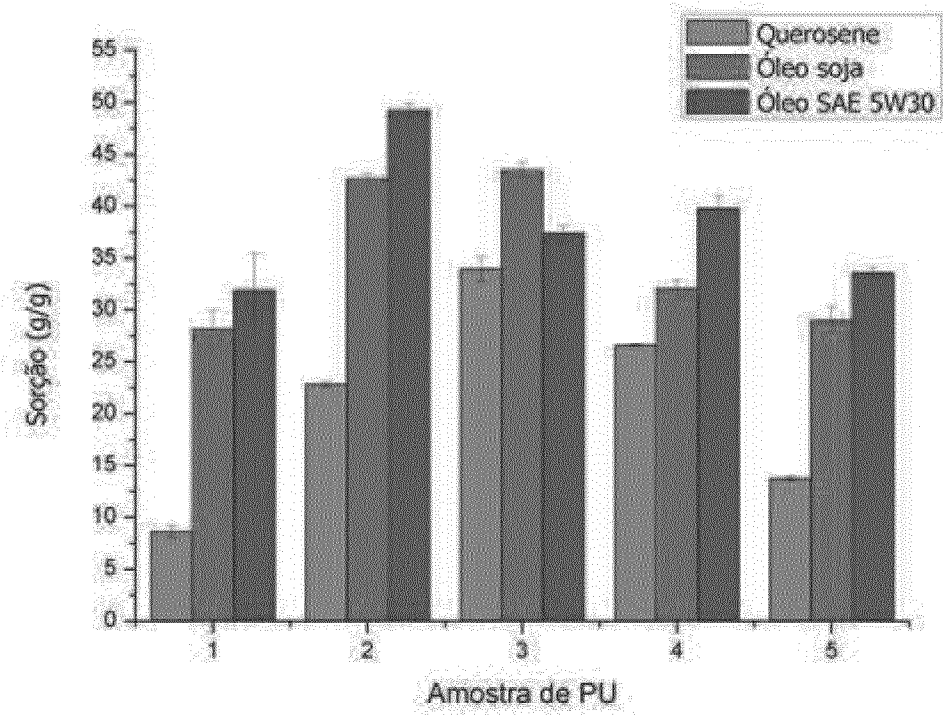


Figura 9

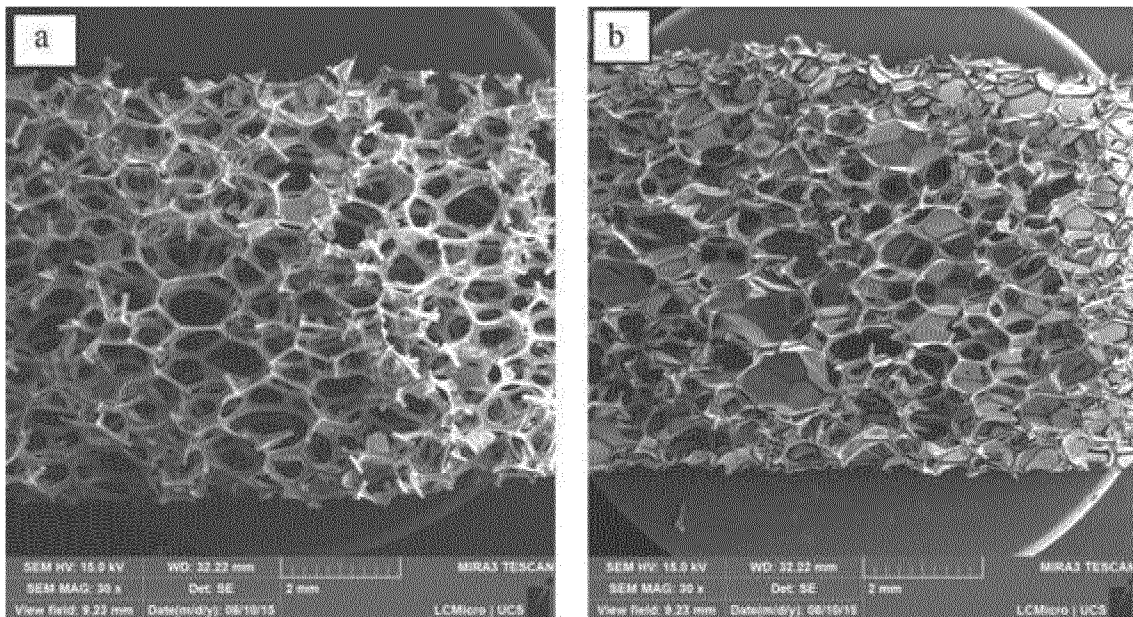


Figura 10

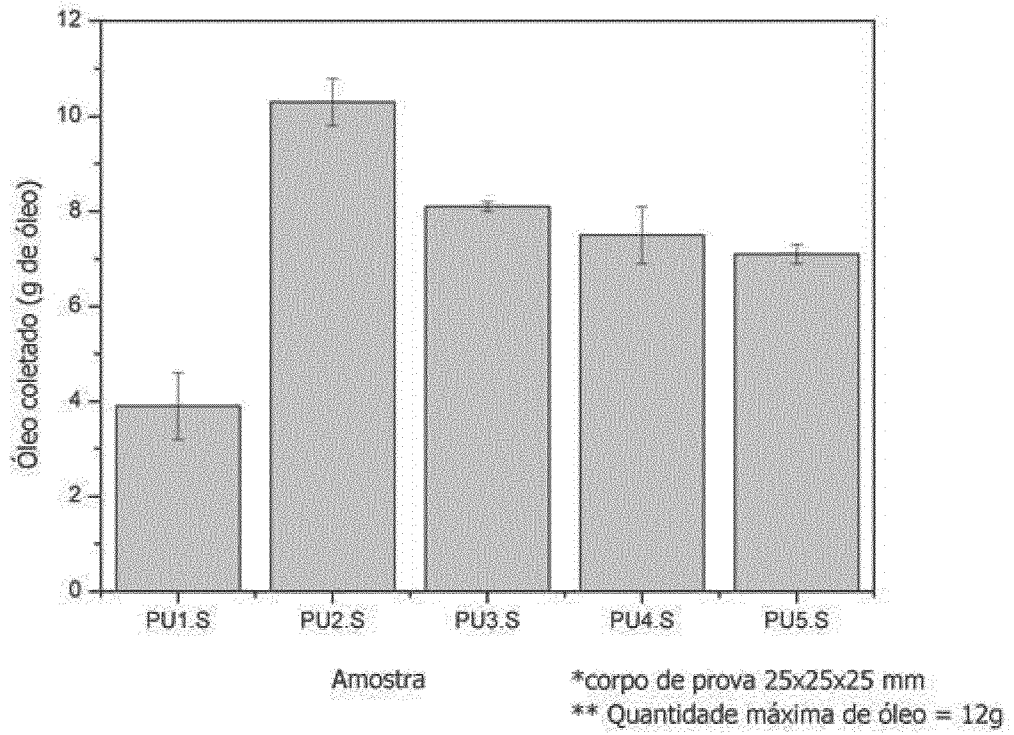


Figura 11

Resumo**MÉTODO DE EXTRAÇÃO DE ÓLEO**

A presente invenção descreve um método de extração de óleos que compreende uma etapa de contatar um sorvente, com tamanho médio de célula de 0,5 mm a 5 mm, com um óleo, com uma faixa de viscosidade entre 1 cSt e 100 cSt a 40 °C, presente em um substrato. Mais especificamente o sorvente é uma composição de poliuretano e o substrato é um meio aquoso. A presente invenção se situa nos campos da Engenharia de Materiais e da Química.