

## **ESTRATÉGIAS ANALÍTICAS PARA A DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM ÓLEO LUBRIFICANTE DE MOTOR: UM ESTUDO DE CASO**

**NÁTHALI DE ASSIS MAGALHÃES<sup>1</sup>; LUÃ TIMM SAN MARTIN<sup>2</sup>; LUIZA LEITE LIMA<sup>3</sup>; EDUARDA MOREIRA HARTMANN<sup>4</sup>; DIOGO LA ROSA NOVO<sup>5</sup>.**

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas – nathali22m@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – luatimm.quim@gmail.com*

<sup>3</sup>*Universidade Federal de Pelotas – limaluiza70@gmail.com*

<sup>4</sup>*Universidade Federal de Pelotas – eduarda\_hartmann@hotmail.com*

<sup>5</sup>*Universidade Federal de Pelotas – diogo.la.rosa@hotmail.com*

### **1. INTRODUÇÃO**

O óleo lubrificante de motor é um componente de grande importância para a maioria dos automóveis, pois além de garantir um bom funcionamento básico reduz o desgaste e a contaminação dos componentes internos (LIMA, 2017), controla a formação de depósitos, protege da corrosão, mantém a temperatura adequada e limpa os componentes (AZEVEDO; CARVALHO; FONSECA, 2004). Óleos lubrificantes derivados de petróleo são formados por hidrocarbonetos parafínicos, naftênicos e aromáticos, a composição química depende do petróleo de origem (CERQUEIRA, 2004). Os utilizados em motor precisam trabalhar em elevadas temperaturas e pressões e, por isso, são os óleos de origem parafínica por conter propriedades de baixo poder de solvência, alto índice de viscosidade e elevado ponto de fluidez (CERQUEIRA, 2004).

Por conta do papel crucial do óleo lubrificante de motor, as empresas investem fortemente em procedimentos de descontaminação de partículas sólidas para garantir um bom desempenho. Entretanto, a simples presença de água pode ser ainda mais prejudicial, pois envelhece o óleo precocemente e causa danos aos componentes do automóvel (LUBES EM FOCO, 2015). As moléculas de água no óleo são dissolvidas de forma dispersa, então, normalmente, os óleos lubrificantes suportam de 0,02% a 0,06% de umidade – esse valor pode chegar até quatro vezes mais em óleos já oxidados – quando esse valor é extrapolado, há formação de uma emulsão muito estável. A água emulsificada compromete a resistência do óleo, que não resiste às condições extremas no automóvel, podendo chegar a um desgaste erosivo por conta da vaporização instantânea (LUBES EM FOCO, 2015).

Diante disso, a determinação de água em óleo lubrificante de motor é indispensável para a qualidade de vida útil do motor. Ao realizar uma análise em óleo lubrificante de motor é possível determinar se há contaminantes e suas características. Esse tipo de análise pode detectar problemas iminentes, prevenindo e remediando riscos no funcionamento de veículos (OSMARI; SANTOS; HERZOG, 2022). A água é um contaminante externo, que precisa ser controlado. A Química Analítica é uma área da Química que estuda as ferramentas de análises que permitem determinar a presença de constituintes em determinado material como, por exemplo, a presença de água em óleo lubrificante de motor (DIAS et al., 2016). Os métodos utilizados devem sempre prezar pela economia, eficiência e otimização de processos.

Dentre os métodos para a determinação de umidade em óleo lubrificante de motor se pode mencionar a secagem em estufa, onde a amostra é aquecida em condições adequadas possibilitando a evaporação da água (RUNGO, 2011) e a centrifugação em que na amostra a difusão não é suficiente para

homogeneização e se promove a agitação do meio para a separação das fases - em ambos os métodos a umidade é determinada pela pesagem da amostra ou de partes da amostra (GADELHA, 2022). Assim, diante do apresentado, a presente pesquisa tem o objetivo de apresentar um estudo de caso em relação a avaliação de estratégias analíticas para a determinação da porcentagem de umidade em amostras de óleo lubrificante de motor. As alternativas de secagem em estufa e pesagem em balança analítica e centrifugação e pesagem em balança analítica foram selecionadas baseadas na economia, eficiência e otimização. Vale mencionar que este trabalho é o relato de caso de uma perícia relacionada a determinação de água no óleo lubrificante de motor, desenvolvida no Grupo de Pesquisa em Química Analítica e Forense (GPAF) da Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

## **2. METODOLOGIA**

Um caminhão da marca Mercedes Benz foi abastecido em um posto de combustível, em que foi solicitado a troca do óleo lubrificante do motor e da água do radiador, ambos localizados na parte dianteira do caminhão. De acordo com o relato do frentista, inicialmente houve uma confusão que resultou na adição de água ao reservatório do óleo lubrificante do motor. Após percorrer 16 km, o motor do caminhão travou e parou de funcionar. Um mecânico, ao inspecionar o veículo, constatou visualmente a presença de água no motor, além de danos à peneira do óleo, turbina, compressor, bomba, mangueira, entre outros. Os custos seriam inicialmente arcados, no entanto, foram posteriormente recusados devido ao valor elevado. A solicitação incluiu a necessidade de um laudo técnico que, por meio de uma análise química, comprove o teor de umidade do óleo lubrificante do motor. Inicialmente, a empresa encaminhou ao laboratório a amostra de óleo lubrificante de motor 15W-40 com a suposta adição de água. A amostra possuía o aspecto espesso de coloração cinza, semelhante à de um cimento. A intenção era analisar essa amostra e determinar a porcentagem de umidade. Além dela, mais duas amostras de óleo lubrificante de motor 15W-40 foram analisadas visando a comparação e aplicabilidade dos métodos avaliados.

A primeira contendo somente o óleo 15W-40 comercial e a segunda contendo o óleo comercial 15W-40 enriquecendo com cerca de 5% de água. Essas amostras auxiliaram a comparação dos resultados qualitativos e quantitativos. O primeiro método utilizado foi o de secagem em estufa (DeLeo, Brasil) e pesagem em balança analítica (JA100N, Sartorius, Japão). Para isso foram separados 8 cadinhos, secos e pesados, e colocados 1000 mg de óleo em cada, após, foram deixados em dois turnos de 4 horas cada na estufa a temperatura em torno de 110°C. Posteriormente, os cadinhos foram transferidos para dessecador, garantindo um ambiente seco e sem interferências, enquanto adquiriam temperatura ambiente para pesagem.

O segundo método utilizado para determinação de umidade foi realizado com uma sequência de avaliações utilizando o método de centrifugação (MiniSpin, Eppendorf, Estados Unidos) e pesagem em balança analítica. No primeiro experimento, aproximadamente 1000 mg de óleo foram depositados em 8 eppendorfs e levados a centrifugação em até 10 ciclos de 2 minutos a 12000 rpm cada. Na avaliação seguinte foram utilizados os reagentes hexano (Synth, Brasil), por conta da sua alta capacidade de solvência, e o cloreto de sódio (39 g/100 mL, Synth) por ser um sal e formar uma forte interação com a água (íon-dipolo). Com 500 µL da amostra e 500 µL de cada reagente, foram submetidos ao mesmo processo anterior, seguido de pesagem.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através de uma avaliação visual, mesmo antes de ser realizado qualquer ensaio experimental, foi possível perceber que havia alteração no óleo lubrificante do estudo de caso. A amostra apresentou um aspecto bastante distinto da amostra comercial. Apesar dessa avaliação visual, a obtenção de dados quantitativos que auxiliem na confirmação da adição de água no óleo lubrificante do motor é de extrema importância. A partir dos testes para detecção e quantificação de umidade do óleo lubrificante de motor foi possível chegar nos seguintes resultados.

O primeiro método utilizando a secagem em estufa seguido de pesagem em balança analítica foi bastante satisfatório. A realização da pesagem dos cadiinhos no início, serviu para calcular a diferença de massa ao fim do experimento. A umidade evaporada para a amostra de óleo do estudo de caso foi de  $43,2 \pm 2,6\%$ . A amostra de óleo 15W-40 comercial apresentou umidade  $< 1\%$  e a amostra de óleo comercial 15W-40 enriquecendo com água apresentou umidade de  $4,5\% \pm 0,5\%$ . Esse método é mais barato e acessível em comparação a outras estratégias instrumentais, entretanto, possui alguns desafios, como o tempo de espera da dessecção (8 horas, no total) e a possível perda de matriz juntamente com a água.

O segundo método utilizando a centrífuga e balança analítica iniciou com a centrifugação utilizando 10 ciclos de 2 min a 12000 rpm. Entretanto, os resultados não foram satisfatórios pois não levou a separação de fases. Diante disso, reagentes de diferentes polaridades foram adicionados à amostra para que a emulsão formada pela mistura da água e do óleo fosse devidamente separada. Nas amostras foram adicionadas hexano ou NaCl supersaturado e levado ao mesmo ciclo de centrifugação, e houve uma sutil separação entre as fases. Por fim, a adição de NaCl supersaturado e hexano simultaneamente em proporções iguais e centrifugação resultou na separação eficaz da parte polar e apolar das amostras. Os cálculos foram realizados a partir da pesagem das massas de água e NaCl saturados. O teor de umidade no óleo 15W-40 comercial não foi detectado, significando pouca ou nenhuma presença de água. No óleo 15W-40 enriquecido com água foi detectada uma umidade de  $6,4\% \pm 1,8\%$ . No óleo do estudo de caso aconteceu a separação das fases, porém a presença de uma emulsão entre as fases ainda permaneceu. Assim, as partes polar e apolar foram retiradas e devidamente pesadas e o resíduo passou por mais um processo de adição de hexano e NaCl seguido de centrifugação. A separação foi eficiente e o resultado de umidade foi de  $42,6\% \pm 2,5\%$ . Os resultados foram concordantes com o método anterior. A centrifugação permite que a solução seja separada em diferentes partes, sem perda de amostra, o que a torna mais eficiente e rápida em comparação a estratégia utilizando estufa, porém mais cara devido aos materiais utilizados e a adição de reagentes.

Os resultados indicam que houve adição de água no óleo e pode ter sido a causa dos danos aos componentes do motor do caminhão. O valor de umidade corrobora com a informação de que o óleo foi contaminado com água. Destaca-se também a importância do controle de umidade nos óleos lubrificantes comerciais visando garantir o bom funcionamento do motor. As estratégias analíticas descritas neste estudo podem ser ferramentas de análise para atestar a qualidade de óleo lubrificante de motor comerciais ou para serem aplicadas em um laudo pericial visando obter o teor de umidade em óleo lubrificante de motor.

## 4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados pode-se concluir que o óleo lubrificante de motor referente ao estudo de caso enviado ao laboratório estava com aproximadamente 50% de água, valor considerado bastante elevado em relação a quantidade segura para não apresentar riscos ao automóvel. Além disso, é possível destacar que as estratégias analíticas de secagem em estufa seguido de pesagem em balança analítica e centrifugação com quebra de emulsão seguido de pesagem de balança analítica foram satisfatórios para o estudo, pois foram eficazes para obter a porcentagem de umidade contida no óleo lubrificante de motor. Os estudantes da iniciação científica, ao participarem deste estudo, desenvolveram conhecimento dos métodos analíticos aplicados em um caso real, experienciando as práticas de uma das diversas áreas de aplicação da química forense e vivenciando a rotina de laboratório. O conhecimento adquirido das estratégias de determinação de umidade será de grande importância para futuras pesquisas.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

GADELHA, A.J.F. **Princípios de química analítica: Abordagem teórica qualitativa e quantitativa.** São Paulo: Blucher, 2022.

DIAS, S.L.P.; VAGHETTI, J.C.P.; LIMA, E.C.; BRASIL, J.L.; PAVA, F.A. **Química analítica: Teoria e Prática essenciais.** Porto Alegre: Bookman, 2016.

LOBO, M.T.G. Efeitos da contaminação dos óleos lubrificantes por água. **Lubes em Foco**, Rio de Janeiro, v.51, p. 24 - 27, 2015.

CERQUEIRA, C.P. **Estudo do reaproveitamento energético de óleos lubrificantes usados.** 2004. 104f. Dissertação (Mestrado em energia) - Programa de Pós-Graduação em Regulação da Indústria de Energia, Universidade Salvador.

LIMA, A.J.P. **Gerenciamento do Óleo Lubrificante Automotivo.** 2017. 27f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) - Anhanguera Educacional Unidade II de Campo Grande.

RUNGO, M.J. **Proposta de uma ficha prática de química analítica para o curso de engenharia química, relacionada com actividades industriais.** 2011. 79f. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Eduardo Mondlane.

AZEVEDO, J.B.; CARVALHO, L.H.; FONSECA, V.M. Propriedades reológicas de óleos lubrificantes minerais e sintéticos com degradação em motor automotivo. In: **3º CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO E GÁS**, Salvador, 2005. Campina Grande.

OSMARI, J.G.; SANTOS, C.G.; HERZOG, D. Análise do desgaste de motores ciclo diesel submetidos a diferentes regimes através da análise do lubrificante. In: **SIMPÓSIO GAÚCHO DE ENGENHARIA AEROESPACIAL E MECÂNICA**, Santa Maria, 2022. Santa Maria.