



Estudo e desenho de máquina automática de lavagem de filtros e valorização dos resíduos gerados

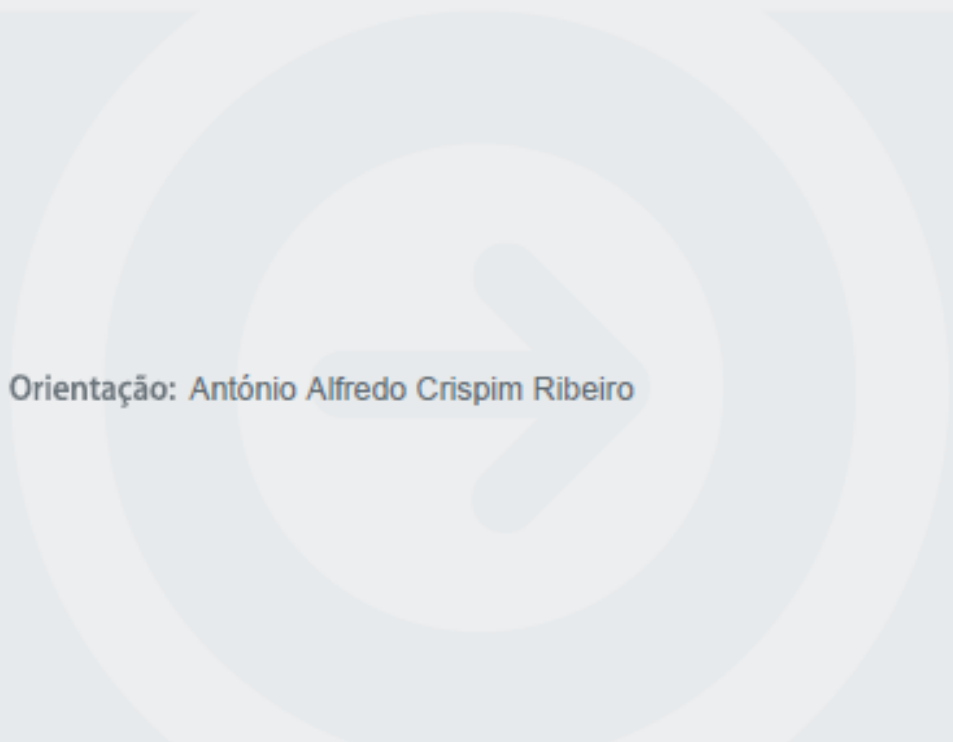
NELSON ALEXANDRE MARINHO MOREIRA PINTO

novembro de 2017

Estudo e desenho de máquina automática de lavagem de filtros e valorização dos resíduos gerados

Nelson Alexandre Marinho Moreira Pinto

Novembro de 2017

A large, light gray decorative graphic in the background of the lower half of the page. It features a central white circle containing a gray arrow pointing to the right. This central circle is surrounded by several concentric, semi-transparent gray circles of varying shades, creating a ripple effect.

Orientação: António Alfredo Crispim Ribeiro

Agradecimentos

Gostaria de agradecer ao meu orientador Eng.^o António Crispim por me ter orientado durante esta tese, pelo apoio, pelos conselhos e disponibilidade.

Queria também agradecer aos meus colegas que estiveram comigo durante o meu trabalho no Centro de Inovação em Engenharia e Tecnologia Industrial (CIETI) pelo apoio e incentivo dado. Agradeço também à Eng.^a Vânia Silva pela disponibilidade e pelos conselhos, que foram essenciais na execução desta tese.

Agradeço também à Eng.^a Elisa Ramalho por me ter orientado em grande parte do meu trabalho, sempre disponível para tirar dúvidas e aconselhar.

Quero agradecer a todos os professores e colegas do Instituto Superior de Engenharia do Porto (ISEP) por me terem ajudado durante o meu percurso académico.

Agradeço aos meus pais Judite Pinto e José Pinto e ao meu irmão Márcio Pinto, por me terem sempre apoiado e motivado.

Sumário

O tema desta tese aparece na sequência da necessidade de resolução de um problema da empresa Fielconforto que realiza a limpeza de filtros de estabelecimentos da restauração gerando gorduras como resíduo.

Este trabalho tem como objetivos caracterizar e valorizar resíduos gordurosos e a execução de uma proposta para uma máquina de limpeza automática de filtros que funcione em contínuo e que seja capaz de limpar 200 filtros por dia.

Na caracterização de gorduras foi constatado que as gorduras A, B e D apresentam uma certa consistência em relação às suas propriedades, apresentando valores de Índice de acidez de 6,39 mg KOH/g, 5,06 mg KOH/g e 6,00 mg KOH/g e para o índice de saponificação valores de 224,14 mg KOH/g, 219,56 mg KOH/g e 216,95 mg KOH/g para as gorduras A, B e D respectivamente.

Na caracterização de efluentes gordurosos, o efluente que apresentou ter maior teor de gordura foi o efluente F, com um valor de 59,87 %(m/m).

Para a valorização dos resíduos gordurosos produziu-se biodiesel e óleos sulfatados. De acordo com o estudo feito para avaliar o potencial dos resíduos para a produção de biodiesel, ficou demonstrada tal possibilidade. Os óleos sulfatados produzidos resultaram em teores de SO₃ combinado de 1,7 %, 1,17% e 2,83%, e foram utilizados para engordurar peles, sendo o óleo denominado como G2, o que apresenta um teor de SO₃ combinado de 1,17%, o que apresentou melhores resultados, tendo mesmo em certos aspectos apresentado um melhor desempenho relativamente ao processo de engorduramento parão.

Propôs-se uma máquina de limpeza automática de filtros que apresenta as seguintes etapas: tanque térmico para imersão dos filtros de forma contínua, zona de limpeza contínua dos filtros para uma face, zona de viragem dos filtros, zona de limpeza contínua para a outra face dos filtros e zona de enxaguamento e secagem dos filtros. A máquina em questão carece de ajustes e especificações sob o ponto de vista eletromecânica no sentido de se partir para a construção de um protótipo.

Palavras-chave: Biodiesel, óleo sulfatado, resíduos gordurosos, máquina, limpeza automática.

Abstract

The theme of this thesis appears in the sequence of the need to solve a problem of the company Fielconforto, which performs the cleaning of filters of establishments in the restoration business that generates greasy residues.

This work aims to characterize and value greasy residues and the execution of a proposal for an automatic filter cleaning machine that runs continuously and that is capable of cleaning 200 filters per day.

In the characterization of fats it was verified that the fats A, B and D present a certain consistency in relation to their properties, presenting values of acidity of 6.39 mg KOH/g, 5,06 mg KOH/g and 6,00 mg KOH/g for the saponification index values of 224.14 mg KOH/g, 219.56 mg KOH/g and 216.95 mg KOH/g for the fats A, B and D respectively.

In the characterization of greasy effluents, the effluent that presented the highest fat content was the effluent F, with a value of 59.87%(m/m).

Biodiesel and sulfated oils were produced for the valorization of greasy residues. According to the study done to evaluate the potential of the residues for the production of biodiesel, this possibility was demonstrated as possible. The sulfated oils produced resulted in a combined SO_3 content of 1,7%, 1,17% and 2,83%, and were used to grease skins, the oil denominated as G2, which has a combined SO_3 content of 1,17%, was the one that presented better results, and even in certain aspects presented a better performance than the standard grease process.

The automatic filter cleaning machine that was proposed has the following steps: thermal tank for the continuous immersion of the filters, the continuous cleaning of the filters for one face, the turning of the filters, the continuous cleaning for the other side of the filters and the rinsing and drying of the filters. This machine needs adjustments and specifications from the electromechanical point of view in order to start the construction of a prototype.

Keywords: Biodiesel, sulfated oil, greasy residues, machine, automatic cleaning.

Índice

Agradecimentos.....	iii
Abstract.....	vii
1 Introdução.....	1
1.1 Enquadramento	1
1.2 Organização da tese.....	1
1.3 A empresa Fielconforto.....	2
1.4 Objetivos do trabalho	3
2 Estado de arte.....	5
2.1 Biodiesel.....	5
2.2. Os óleos	8
3. Trabalho experimental.	11
3.1 Caracterização de gorduras.	11
3.2 Caracterização de efluentes gordurosos.....	12
3.3 Produção de biodiesel.	14
3.4 Produção de óleo sulfatado	14
3.5 Aplicação dos óleos sulfatados para engorduramento de peles	15
4 Resultados e discussão.....	17
4.1 Caracterização das gorduras.....	17
4.2 Caracterização de efluentes gordurosos	18
4.3 Valorização das gorduras.	18
4.3.1 Biodiesel.....	18
4.3.2 Óleo sulfatado	20
4.3.2 Resultados da aplicação dos óleos sulfatados em peles.....	21
5 Desenho e estudo de máquina automática para limpeza de filtros de resíduos gordurosos.....	23
5.1 Descrição do processo de limpeza atual.....	23
5.2 Descrição da proposta da máquina para automatização do processo	23
5.3 Esquema da máquina de limpeza automática de filtros	24
6 Conclusão	29
Bibliografia.....	31
Anexos	32
Anexo A – Exemplos de cálculo.....	33
Anexo B – Resultados	34
Anexo B.1 – Caracterização das gorduras e efluentes gordurosos	34

Anexo B.2 – Biodiesel e óleos sulfatados 39

Índice de figuras

Figura 1 - Filtros das hotes das cozinhas com que a empresa Fielconforto trabalha.	2
Figura 2 - Estrutura química de um triglicerídeo. [2].....	5
Figura 3 - Processo de transesterificação de um óleo vegetal. [1].....	6
Figura 4 - Esquema de produção de biodiesel a partir de gordura fazendo uma pré esterificação com catálise ácida seguida de transesterificação com catálise básica.	7
Figura 5 - Reação de sulfatação. [6]	8
Figura 6 - Fluxograma do processo de produção de óleo sulfatado.....	9
Figura 7 - Representação do separador de onde foram retirados os efluentes gordurosos.....	12
Figura 8 - Separação de fases para o teste de teor de gordura num dos ensaios para o efluente E.....	13
Figura 9 - Gordura A e B após a esterificação com ácido sulfúrico como catalisador ácido.....	19
Figura 10 - Gorduras A e B após a transesterificação com NaOH como catalisador básico.....	20
Figura 11 - Esquema do tanque da máquina.....	25
Figura 12 - Esquema das duas etapas de injeção para limpeza dos filtros e mecanismo de viragem dos mesmos.	26
Figura 13 - Esquema das etapas de enxaguamento e secagem.....	26
Figura 14 - Esquema global de várias perspetivas.....	27

Índice de tabelas

Tabela 1 - Dados obtidos pelos ensaios da caracterização das gorduras.....	17
Tabela 2 - Dados resultantes da caracterização dos efluentes gordurosos.....	18
Tabela 3 - Resultados do índice de acidez das gorduras esterificadas.	19
Tabela 4 - Resultados do teste do índice de acidez ao biodiesel.	20
Tabela 5 - Resultados dos ensaios do teor de SO ₃ aos óleos sulfatados.	21
Tabela 6 - Categoria dos óleos sulfatados conforme o seu teor de SO ₃ combinado....	21
Tabela 7 - Resultados da aplicação dos óleos sulfatados para a Firmeza da flor, Toque da pele e Intensidade da cor.	21
Tabela 8 - Resultados dos ensaios da resistência da flor à extensão e da resistência ao rasgo.	22

1 Introdução

Neste capítulo apresenta-se o enquadramento da tese, a organização do documento, a empresa, o problema apresentado e os objetivos do trabalho.

1.1 Enquadramento

Este trabalho foi realizado no âmbito da unidade curricular de Dissertação/Estágio do 2º ano do Mestrado em engenharia química no ramo de Optimização Energética na Indústria Química, do Departamento de Engenharia Química, no Instituto Superior de Engenharia do Porto.

O tema do trabalho aparece na sequência da necessidade de resolução de um problema da empresa Fielconforto que realiza a limpeza de filtros de estabelecimentos da restauração gerando gorduras como resíduo.

Com o avanço da tecnologia e necessidades do ser humano, este cada vez mais dá importância à valorização de resíduos.

Dentro destes resíduos encontram-se os resíduos gordurosos, ou seja, gorduras já utilizadas, rejeitadas ou efluentes com matéria gordurosa. Estas gorduras ou efluentes são principalmente resíduos de matadouro, da indústria de restauração, entre outras, e podem ser utilizadas na produção de sabão, biodiesel, óleos sulfatados, entre outros.

1.2 Organização da tese

Em termos de organização, após esta introdução o documento apresenta a seguinte estrutura:

- Estado de arte, que foca alguns aspetos teóricos e métodos de produção do biodiesel e dos óleos sulfatados que foram as duas vertentes a que se aplicou a valorização das gorduras provenientes da limpeza dos filtros da empresa;
- Trabalho experimental, em que se apresenta o trabalho experimental executado que consistiu na caracterização de gorduras e efluentes gordurosos resultantes da lavagem dos filtros, na produção de biodiesel e óleo sulfatado com as gorduras retiradas dos filtros e aplicação dos óleos sulfatados no engorduramento de peles;

- Resultados e discussão, capítulo no qual são apresentados os resultados do trabalho experimental e a sua discussão;
- Desenho e estudo de máquina para limpeza automática de filtros de resíduos gordurosos, onde se descreve a ideia base da máquina e se apresenta esquema preliminar da mesma.
- Conclusões e sugestões para trabalhos futuros, em que se apresenta uma conclusão do trabalho efetuado e se sugere o que fazer para dar continuidade ao trabalho.

1.3 A empresa Fielconforto

A Fielconforto é uma empresa especializada na montagem de sistemas de ar e climatização e na limpeza e manutenção destes sistemas, em particular, na limpeza de filtros da indústria da restauração. A empresa aposta fortemente no negócio da limpeza de filtros e pretende evoluir tecnologicamente nesta área.

Os filtros em questão são variados, de vários materiais e tamanhos, com dimensões que podem oscilar entre 60 e 48 cm de altura, 60 e 45 de cm de largura, 2,5 e 37,5 cm de fundo. Na Figura 1 encontram-se representados os filtros das hotes das cozinhas com que a empresa trabalha.

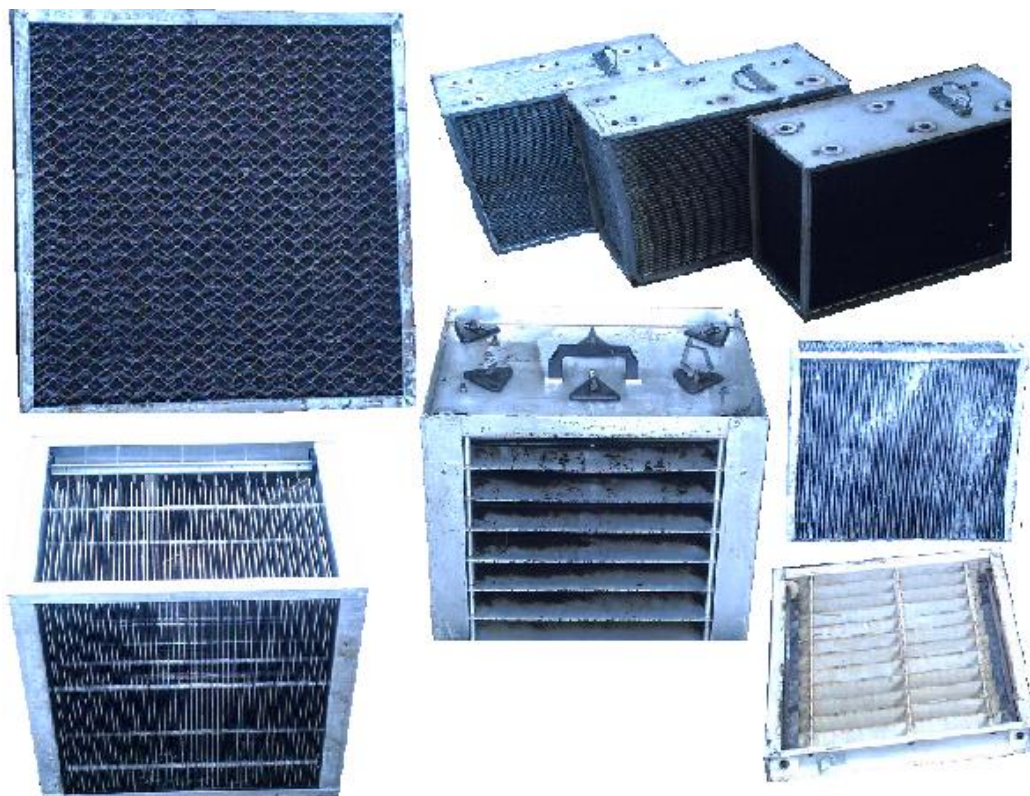


Figura 1 - Filtros das hotes das cozinhas com que a empresa Fielconforto trabalha.

1.4 Objetivos do trabalho

Este trabalho tem como objetivos a valorização das gorduras resultantes da limpeza dos filtros, a conceção de uma máquina automática de limpeza de filtros que seja capaz de limpar em contínuo 200 filtros por dia, e o desenho do esquema base das diferentes etapas constituintes da máquina.

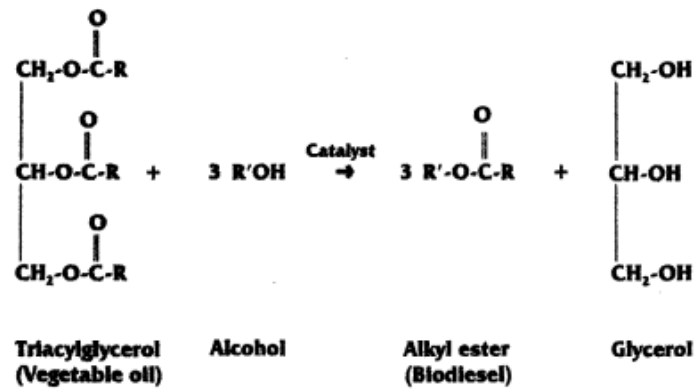


Figura 3 - Processo de transesterificação de um óleo vegetal. [1]

A transesterificação é o método de produção de biodiesel mais usado, pois é o método mais simples, mais rápido e menos dispendioso. [3] Neste método é utilizado álcool em excesso, metanol ou etanol, para reagir com a gordura com auxílio de um catalisador, podendo os catalisadores ser ácidos, básicos ou enzimáticos. Normalmente os catalisadores mais utilizados são os básicos, como o NaOH e o KOH, sendo por vezes necessário, uma esterificação prévia da gordura, normalmente efetuada quando a matéria-prima contem um teor elevado de ácidos gordos livres, e com o recurso a metanol e ácido sulfúrico. Fazendo o teste do índice de acidez é possível avaliar o teor de ácidos gordos livres (o índice de acidez é um teste simples em que se determina a quantidade de KOH necessário para neutralizar os ácidos gordos e que se apresenta como mg de KOH/g de amostra). Quando este valor é superior a 3 mg de KOH/g de amostra é feita a pré esterificação para que assim o biodiesel resultante tenha um elevado teor de esteres. Na Figura 4 encontra-se representado um esquema de produção de biodiesel por transesterificação com catalisador básico utilizando metanol e fazendo uma pré esterificação com auxílio de um catalisador ácido.

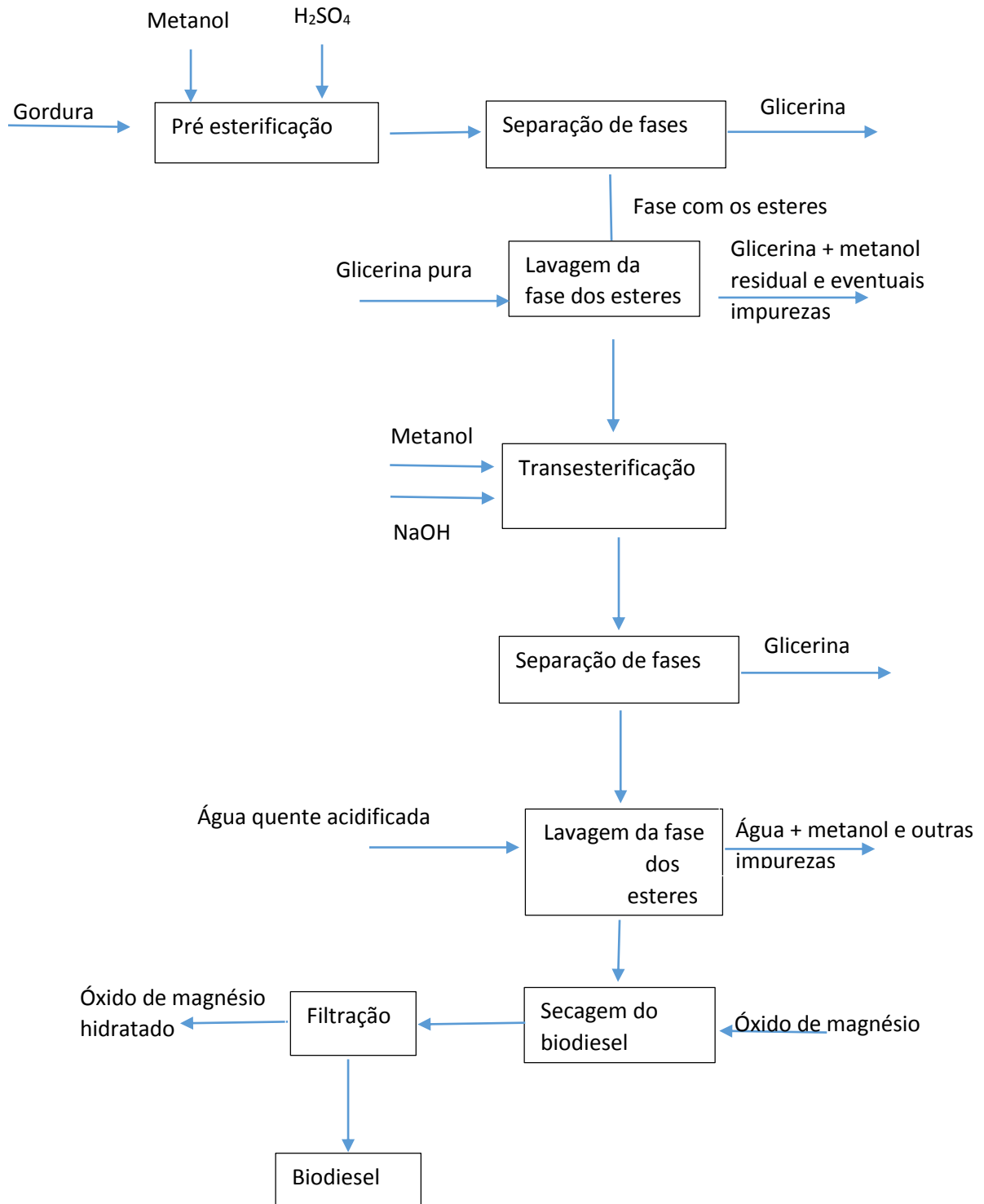


Figura 4 - Esquema de produção de biodiesel a partir de gordura fazendo uma pré esterificação com catálise ácida seguida de transesterificação com catálise básica.

Na Figura 4 podemos ver a existência de uma etapa denominada por secagem do biodiesel, etapa esta muito importante pois com o óxido de magnésio é possível

retirar a maior parte das moléculas de água existente no biodiesel que se agregam ao óxido de magnésio posteriormente retirado por filtração.

Para a reação de transesterificação existem vários álcoois que se podem usar, sendo o metanol e o etanol os mais utilizados. O metanol tem um preço menor sendo necessário uma menor massa para reação, pois a sua massa molecular é menor que a do etanol. O etanol, apesar de ser mais caro e de implicar a necessidade de uma maior massa na reação, é menos tóxico e volátil. [3]

Outro método de produção de biodiesel é o método por microemulsão que utiliza microemulsões com solventes como metanol, etanol e 1-butanol. Uma microemulsão é definida como uma dispersão de equilíbrio coloidal de microestruturas fluidas opticamente isotrópicas formadas espontaneamente a partir de dois líquidos não miscíveis e um ou mais anfífilos iónicos ou não iónicos. Este método visa resolver o problema da viscosidade dos óleos vegetais. [4]

2.2. Os óleos

Os óleos produzidos por sulfatação, sulfonação e sulfitação são produtos muito usados na indústria dos curtumes. Os óleos que são tratados com ácido sulfúrico são os óleos sulfatados, que são utilizados para lubrificar as fibras curtidas.

Óleos que provêm de gordura animal apresentam uma boa capacidade lubrificante, os vegetais uma boa capacidade de fixação, os sintéticos possuem uma qualidade constante com uma baixa massa específica e uma maior resistência perante o deterioramento por parte da radiação luminosa. [5]

Para obtenção dos três tipos de óleos já mencionados são utilizados diferentes reagentes: para o óleo sulfatado é utilizado ácido sulfúrico, para o óleo sulfonado é utilizado o trióxido de enxofre e para o óleo sulfitado é utilizado o bissulfito de sódio.

Na Figura 5 encontra-se representada a reação de sulfatação da gordura.

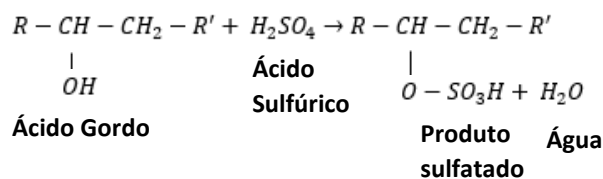


Figura 5 - Reação de sulfatação. [6]

Para produzir óleo sulfatado utiliza-se ácido sulfúrico, conforme a reação representada na Figura 5, tendo o cuidado de manter a temperatura abaixo dos 50°C pela adição lenta do ácido durante um tempo de aproximadamente 1 hora. Após a adição do ácido a mistura repousa durante duas horas, sendo então adicionado NaOH até que o pH da mistura se encontre entre 5 e 6. Na próxima etapa adiciona-se uma solução de NaCl a 10% para promover uma melhor separação de fases por decantação.[7]

Na figura 6 apresenta-se o fluxograma deste processo.

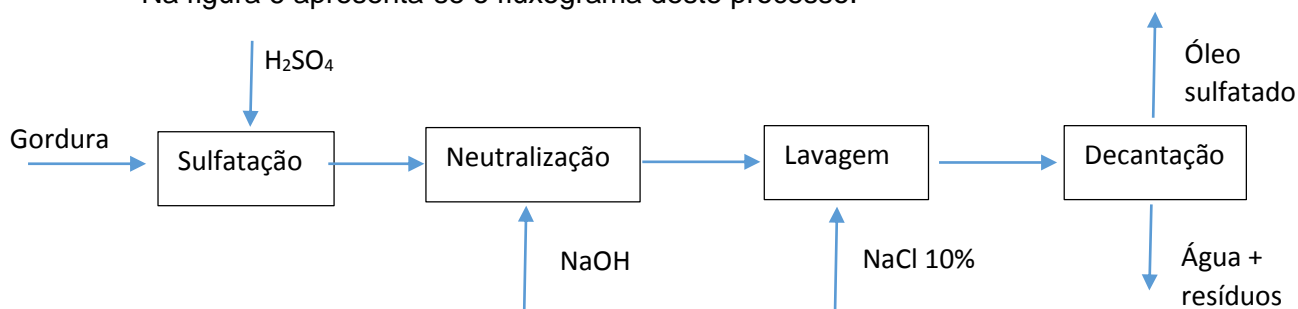


Figura 6 - Fluxograma do processo de produção de óleo sulfatado.

3. Trabalho experimental.

Neste capítulo apresenta-se o trabalho experimental executado, que consistiu na caracterização de gorduras e efluentes gordurosos resultantes da lavagem dos filtros, na produção de biodiesel e óleo sulfatado com as gorduras retiradas dos filtros e aplicação dos óleos sulfatados no engorduramento de peles

3.1 Caracterização de gorduras.

A empresa Fielconforto forneceu 4 amostras de gorduras para serem avaliadas quanto à sua valorização, denominadas de A, B, C e D. As gorduras A, B, e D foram retiradas dos filtros das hotes das cozinhas provenientes do arrastamento de ar do sistema de ventilação. A amostra C foi retirada com o auxílio de desengordurante.

Na caracterização de gorduras foram determinados os seguintes parâmetros:

- Voláteis: neste teste avalia-se a percentagem mássica de voláteis existentes na amostra, a amostra foi posta em cadinhos que foram levados à estufa que se encontrava por volta dos 100⁰C até que a sua massa estabilizasse. Pelo conhecimento da massa perdida foi possível calcular a percentagem em massa dos voláteis contidos na gordura.
- Teor de cinzas: neste teste avalia-se a percentagem de resíduo mineral em massa após a incineração. As amostras foram levadas em cadinhos à mufla, a uma temperatura de 550⁰C durante 4 horas, tendo então as cinzas resultantes para assim se poder retirar o seu teor na amostra.
- Índice de acidez: o índice de acidez está relacionado com o teor de ácidos gordos livres na gordura e o seu valor vem expresso em mg de KOH por g de amostra (ou seja gordura). O significado deste valor consiste na quantidade de base necessária para conseguir neutralizar os ácidos gordos livres presentes na amostra. Este teste foi realizado segundo a norma portuguesa NP EN ISO 660 (2002).
- Nº de iodo: o nº de iodo é a medida do grau de insaturação e é expresso por grama de iodo por 100 gramas de amostra. A fixação do iodo e de outros halogénios reside nas ligações etilénicas dos ácidos gordos. Este teste foi realizado segundo a norma portuguesa NP EN ISO 3961 (2003).
- Índice de peróxido: o índice de peróxido determina a medida dos peróxidos contidos numa amostra de gordura, e vem expresso em mili-equivalentes de

peróxido por 1000 g de amostra. Este teste foi realizado segundo a norma Indiana de métodos de amostragem e testes para gorduras e óleos. [8]

- Índice de saponificação: o índice de saponificação indica o teor de saponificáveis na amostra e o seu valor expressa a quantidade de KOH necessário para os saponificar. Este valor vem expresso em miligramas de KOH por grama de amostra, sendo o teste realizado segundo a norma portuguesa NP EN ISSO 940 (1985).

3.2 Caracterização de efluentes gordurosos.

Na lavagem dos filtros das hotes das cozinhas são criados efluentes gordurosos contendo água e desengordurante que, após a lavagem, são remetidos para um separador de gorduras para retirar a maior parte da matéria gordurosa emulsionada pelo desengordurante. Foram disponibilizadas três amostras, a amostra E que diz respeito aos efluentes antes do separador, a amostra F que diz respeito aos efluentes no separador (no separador, a matéria gordurosa por diferença de densidades vai constituir uma fase na superfície, que é a amostra F), e a amostra G que diz respeito aos efluentes após o separador. Na Figura 7 encontra-se uma representação do separador de onde foram retiradas as amostras dos efluentes.

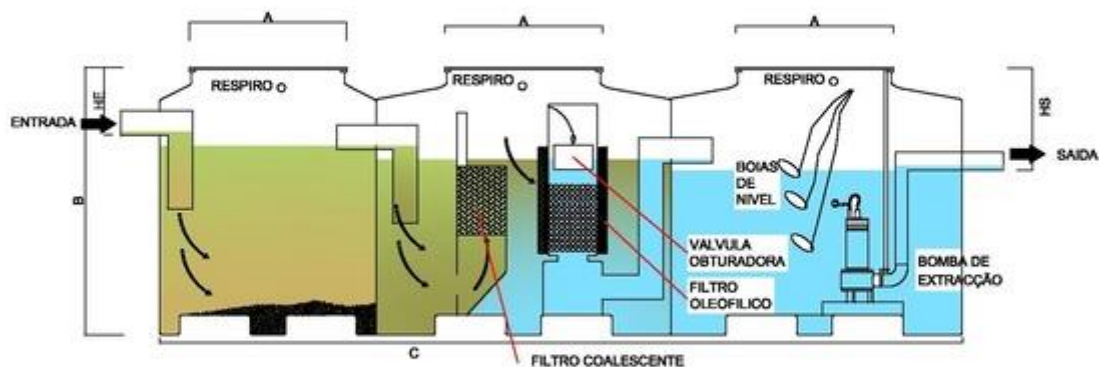


Figura 7 - Representação do separador de onde foram retirados os efluentes gordurosos.

Para estas três amostras foram caracterizados três parâmetros: os voláteis e o teor de cinzas, utilizando o mesmo procedimento das outras amostras, além do teor de gordura.

No teste do teor de gordura determina-se a percentagem mássica de gordura contida na amostra. Neste teste foi utilizada uma solução de 1:1 em volume de hexano e éter etílico. Esta solução foi utilizada pelas suas propriedades de alta volatilidade, de hidrofobia e de dissolução da gordura.

Neste processo quebra-se a emulsão desengordurante-gordura pelo aquecimento da amostra e pela utilização de HCl concentrado e NaCl.

Num primeiro passo a amostra é aquecida na estufa que se encontra por volta de 100°C, durante 10 min, sendo depois deixada arrefecer por volta de 5 min. Junta-se à amostra 8 gotas de HCl 6 M seguido de agitação e depois junta-se uma massa de NaCl, cerca de 1% da massa da amostra, e segue-se novamente uma agitação. De seguida, juntam-se 25 ml da solução hexano-éter etílico e a mistura é remetida para um decantador, no qual se verifica a separação de fases em que a fase superior é composta por hexano, éter etílico e gordura. Esta separação de fases, para um dos ensaios do efluente E encontra-se representada na Figura 8.



Figura 8 - Separação de fases para o teste de teor de gordura num dos ensaios para o efluente E.

Após esta primeira separação, na fase de baixo adiciona-se mais 15 ml da solução hexano-éter e promove-se novamente a decantação. Este procedimento é repetido até que a fase superior não apresente a tonalidade que se pode ver na Figura 8.

As fases superiores retiradas do decantador foram guardadas num balão de fundo raso, a mistura foi destilada e de seguida colocada na estufa para assim se eliminar qualquer resíduo da solução hexano-éter etílico.

3.3 Produção de biodiesel.

Nos ensaios de produção de biodiesel foram utilizadas as gorduras A e B, sendo o processo utilizado já referido na Figura 4.

As massas utilizadas das gorduras A e B foram de 79,69 g e 79,95 g respetivamente. As massas de H_2SO_4 e NaOH, utilizadas foram de uma razão de 0,8% sobre a massa de gordura usada (esta razão vem em relação às massas puras dos componentes) e também perante a massa de gordura o metanol utilizado com uma razão de 20%.

Para os processos da pré-esterificação e transesterificação foram utilizados balões de fundo raso, condensadores e uma placa de aquecimento. No balão foi introduzido a gordura, o metanol e o catalisador, sendo a mistura levada á ebulição durante 2 horas. Com o auxílio do condensador o metanol não é perdido e, devido a estar em ebulição, dá-se a recirculação deste. Após a pré-esterificação foi feita uma decantação e retirada a fase inferior. A outra fase, ainda no decantador, é lavada com glicerina pura para assim se retirar impurezas e metanol residual. Após a transesterificação procede-se nas mesmas condições a uma decantação, sendo nesta lavagem utilizada água acidificada quente e continua-se a lavagem até a água à saída do decantador apresentar pH neutro.

Depois da última lavagem o biodiesel é seco por adição de óxido de magnésio, que depois de hidratado é removido por filtração. Em termos de caracterização, o biodiesel apenas foi caraterizado quanto à sua acidez.

3.4 Produção de óleo sulfatado

Nos ensaios de produção de óleo foi apenas utilizada a gordura D. Foram realizados 3 ensaios de sulfatação com adição de 15% em massa de ácido sulfúrico a 98% relativamente à massa no primeiro ensaio, e 25% e 35% nos ensaios restantes.

Os ensaios procederam num banho térmico à temperatura de 25 °C com agitação, com o ácido sulfúrico sendo adicionado lentamente durante 1 hora. Depois desta etapa denominada de sulfatação procede-se à etapa de neutralização, como se encontra

apresentado na Figura 6. Na neutralização utilizou-se NaOH 4 M que foi adicionado até o pH se encontrar entre 5 e 6. Para a lavagem foi utilizada uma solução de NaCl a 10%.

3.5 Aplicação dos óleos sulfatados para engorduramento de peles

Para avaliar a viabilidade dos óleos sulfatados produzidos a partir da gordura D, procedeu-se a 4 ensaios de recurtume e engorduramento de wet-blue. Num dos ensaios foi testado um processo padrão com óleos utilizados normalmente no mercado e nos outros 3 ensaios, foram utilizados os óleos sulfatados produzidos na mistura de óleos de engorduramento da pele. Os ensaios foram identificados por V1, V2, V3 e V4, sendo V1 o ensaio padrão e os restantes com os óleos sulfatados.

4 Resultados e discussão

Neste capítulo são apresentados os resultados do trabalho experimental e a sua discussão.

4.1 Caracterização das gorduras

Na Tabela 1 encontram-se representados os dados obtidos pelos ensaios já mencionados no ponto 3.1.

Tabela 1 - Dados obtidos nos ensaios da caracterização das gorduras.

	Gordura A	Gordura B	Gordura C	Gordura D
Voláteis %(m/m)	0,23	0,45		0,36
Teor de cinzas %(m/m) (em base húmida)		0,053		0,087
Índice de acidez (mg KOH/g amostra)	6,39	5,06		6,00
Nº de iodo (g I ₂ /100g amostra)	68,43	96,3	94,97	
Índice de Peroxido (meq/1000g amostra)	19,78	46,38		
Índice de saponificação (mg KOH/g amostra)	224,14	219,56		216,95

Dum modo geral, as gorduras A, B e D apresentam alguma consistência nas suas propriedades, uma vez que têm origem nas mesmas fontes mas retiradas em alturas diferentes. Olhando para os teores de cinzas e voláteis e para o índice de saponificação podemos afirmar que estas gorduras podem possuir um teor bastante pequeno de impurezas e como o índice de saponificação é elevado é esperado que estas gorduras apresentem um grande teor de ácidos gordos de cadeias pequenas. Sendo os valores próximos espera-se que os ácidos gordos e o seu teor nas gorduras sejam semelhantes. Quanto à gordura C, só foi possível realizar os ensaios do Nº de iodo, pois esta amostra apenas continha uma massa de gordura muito reduzida.

De um ponto de vista de avaliação destes resultados, antes de se fazer ensaios de produção de biodiesel, estas gorduras parecem apresentar potencial para a sua

produção embora, pelos níveis do índice de acidez tenha que se fazer uma pré-esterificação como já foi referido. Pelos resultados do nº de iodo e do índice de peróxido, em que o primeiro é uma medida do teor de insaturados nas gorduras e o segundo uma medida do potencial que a gordura tem de se oxidar, pode concluir-se para as amostras A e B, que o índice de peróxido é tanto maior quanto for o nº de iodo, pois os insaturados são mais suscetíveis a serem oxidados formando peróxidos.

4.2 Caracterização de efluentes gordurosos

Na Tabela 2 encontram-se representados os resultados dos ensaios de caracterização para os efluentes gordurosos da limpeza dos filtros.

Tabela 2 - Dados resultantes da caracterização dos efluentes gordurosos.

	Efluentes gordurosos		
	E	F	G
Voláteis %(m/m)	82,99	26,42	99,63
Teor de cinzas %(m/m) (em base húmida)	0,22	3,83	0,06
Teor de gordura %(m/m)	2,12	59,87	0,12

Estes resultados confirmam o esperado, sendo o efluente E, o efluente antes do separador que, se irá separar no efluente F e G, em que F é a fase que irá reter a maior parte da matéria gordurosa.

Por observação destes resultados, a matéria gordurosa retida nos efluentes é quase toda removida para o efluente F, o que mostra ser apenas viável reaproveitar o efluente F.

4.3 Valorização das gorduras.

As gorduras foram avaliadas em termos de valorização para produção de biodiesel e óleo sulfatado, ou seja, se a produção de biodiesel e óleo sulfatado é viável segundo a sua qualidade e interesse económico.

4.3.1 Biodiesel.

Para a produção do biodiesel a partir das gorduras A e B foi utilizado o processo representado na Figura 4. Como no teste de acidez em ambas as gorduras o valor foi superior a 3 mg KOH/g amostra foi necessário fazer uma esterificação prévia para que assim o valor de ácidos gordos convertidos em ésteres seja elevado, uma vez que o índice de saponificação é elevado e os teores de voláteis e cinzas são mínimos suspeita-se que as gorduras tenham poucas impurezas.

Segundo a caracterização determinou-se que as gorduras tinham potencial para a produção de biodiesel. Para o ensaio da produção de biodiesel foram utilizadas as gorduras A e B numa toma de 79,69 g e 79,95g respetivamente. Procedeu-se ao processo de esterificação onde foram utilizados para cada gordura 0,37 ml de ácido sulfúrico a 95% e 20 ml de metanol, na Figura 9 encontra-se as gorduras nos decantadores após a esterificação.

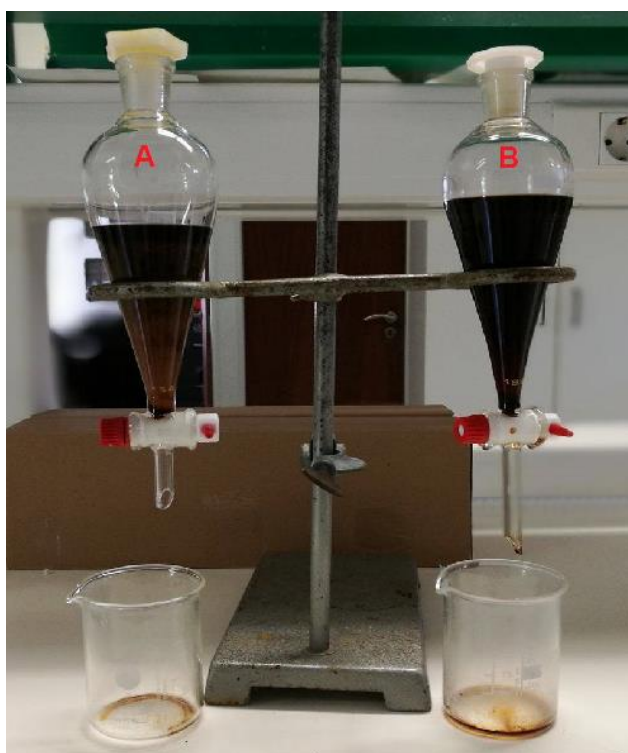


Figura 9 - Gordura A e B após a esterificação com ácido sulfúrico como catalisador ácido.

Após esta esterificação procedeu-se a um teste do índice de acidez como forma de avaliar se a esterificação teria sido bem-sucedida, cujos resultados se encontram na Tabela 3.

Tabela 3 - Resultados do índice de acidez das gorduras esterificadas.

Gordura	Acidez (mg KOH/g amostra)
A	1,78
B	2,35

Com estes resultados conclui-se que a esterificação foi bem-sucedida. Passou-se então ao processo de transesterificação apresentando-se, na Figura 10 as gorduras esterificadas nos decantadores após a transesterificação.



Figura 10 - Gorduras A e B após a transesterificação com NaOH como catalisador básico.

Depois de decantar, lavar e secar, como se indica na Figura 4, voltou-se a fazer o teste do índice de acidez cujos resultados são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Resultados do teste do índice de acidez ao biodiesel.

Gordura	Acidez (mg KOH/g amostra)
A	0,24
B	0,25

Com estes resultados podemos concluir que transesterificação foi bem-sucedida e que só uma ínfima parte dos ácidos gordos é que podem não ter sido esterificados.

4.3.2 Óleo sulfatado

Após os ensaios de produção de óleo sulfatado, segundo o procedimento referido no ponto 3.4 mediu-se o teor de SO_3 combinado nos óleos cujos valores se encontram representados na Tabela 5.

Tabela 5 - Resultados dos ensaios do teor de SO₃ aos óleos sulfatados.

Óleo sulfatado	% Mássica de ácido sulfúrico em relação á massa de gordura	Teor de SO ₃ (%(m/m))
Óleo G1	15	1,7
Óleo G2	25	1,17
Óleo G3	35	2,83

Para o teor de SO₃ combinado utilizou-se matrizes de 250 ml onde se adicionou 30 ml de clorofórmio, 20 ml de água 5 ml de H₂SO₄ a 0,05 M, 5 ml de indicador *dimidium bromide disulphine blue* e 0,10 +/- 0,05 g de óleo. Após estas adições os matrizes foram agitados e deixados repousar até se notar uma separação de fases e estes foram então titulados com solução de *hyamine* a 0,004 M. [7]

Os óleos sulfatados encontram-se integrados em três categorias conforme o seu teor de SO₃ combinado. Tais categorias encontram-se apresentadas na tabela seguinte.

Tabela 6 - Categoria dos óleos sulfatados conforme o seu teor de SO₃ combinado.[7]

Categoria de óleo sulfatado	Teor de SO ₃ combinado (%)
Levemente sulfatado	0,8-2
Moderadamente sulfatado	2-3
Fortemente sulfatado	>3

Observando a Tabela 6 vê-se que o óleo G1 e o óleo G2 se encontram na categoria de óleo levemente sulfatado. Já o óleo G3 encontra-se na categoria de óleo moderadamente sulfatado.

4.3.2 Resultados da aplicação dos óleos sulfatados em peles.

Como já referido no ponto 3.5 utilizou-se os óleos sulfatados produzidos a partir da gordura D para ensaios de engorduramento de peles. Foram realizados 4 ensaios identificados como V1, V2, V3, e V4. No ensaio V1 utilizou-se um processo padrão, e nos outros utilizou-se os óleos G1, G2 e G3 respetivamente. Após a realização dos ensaios procedeu-se a três avaliações de escala subjetiva de 1 a 5 para a firmeza da flor, toque da pele e intensidade da cor. Estas avaliações encontram-se representadas na Tabela 7.

Tabela 7 - Resultados da aplicação dos óleos sulfatados para a Firmeza da flor, Toque da pele e Intensidade da cor.

Ensaio	Firmeza da flor	Toque da pele	Intensidade da cor
V1	4	3	3

V2	4	2	3
V3	4	3	3
V4	4	2	1

Na escala da Tabela 7, no que toca à firmeza da flor, o valor 1 representa uma pele de flor (camada externa superior da pele) bem solta e o valor 5 representa uma pele de flor bem firme. Quanto ao toque da pele, o valor 1 representa uma pele dura e o valor 5 representa uma pele bem macia. No que respeita à intensidade da cor, o valor 1 representa uma pele com uma cor muito mais ténue relativamente à cor do padrão (a cor das peles do ensaio V1) e o valor 5 representa uma cor muito mais intensa.

Quanto à resistência das peles em questão foram efetuados ensaios relativos à resistência da flor à extensão e também de resistência ao rasgo. Estes ensaios foram realizados pelo laboratório do Centro Tecnológico das Industrias do Couro (CTIC). Os resultados destes ensaios encontram-se representados na Tabela 8.

Tabela 8 - Resultados dos ensaios da resistência da flor à extensão e da resistência ao rasgo.

Ensaio	Resistência da flor à extensão		
	Alongamento na rotura da flor (mm)	Carga de rotura da flor (N)	
V1	7,7	265,0	
V2	8,7	312,2	
V3	9,3	313,9	
V4	8,8	253,7	
Ensaio	Resistência ao rasgo		
	Carga de rotura (N)	Carga de rotura – Sentido X (N)	Carga de rotura – Sentido Y (N)
V1	175	184	166
V2	144	142	146
V3	179	171	188
V4	108	104	113

Como se pode ver na Tabela 8 todos os ensaios dos óleos produzidos nesta tese obtiveram um maior alongamento na rotura da flor em comparação ao ensaio padrão V1, Na carga de rotura da flor devido à extensão, ou seja, a força de extensão necessária para romper a flor da pele só o ensaio V4 é que se encontra com uma carga inferior à do ensaio padrão. Quanto à resistência ao rasgo só o ensaio V3 é que se encontra com valores superiores ao padrão menos na carga de rotura no sentido X, que mesmo assim se encontra superior aos valores dos ensaios V2 e V4. Vendo também os resultados da Tabela 7 pode-se afirmar que o só o ensaio V3 é que se apresenta com uma aparência e textura mais próximas do ensaio padrão.

5 Desenho e estudo de máquina automática para limpeza de filtros de resíduos gordurosos

Neste capítulo irá proceder-se ao desenho e estudo de uma máquina para limpeza automática de filtros que tem como objetivo automatizar um processo manual já existente e expandi-lo de forma a aumentar a produtividade no que diz respeito ao número de filtros operados por dia.

5.1 Descrição do processo de limpeza atual

O processo de limpeza de filtros existente de momento é um processo manual que consiste nas seguintes etapas:

- Numa primeira fase, os filtros são imersos de um dia para o outro num tanque com detergente e água a uma temperatura de 60°C;
- Numa segunda fase, os filtros são limpos por água pressurizada que se encontra próxima dos 100°C;
- Numa terceira fase, os filtros são passados por um detergente em forma de espuma e voltam a ser limpos por água pressurizada.

Este processo é demorado, pois dependendo do filtro e do estado deste pode ser difícil conseguir retirar toda a sujidade, o que pode levar a várias repetições da terceira fase.

5.2 Descrição da proposta da máquina para automatização do processo

Na conceção desta proposta foi tido em conta o processo manual de limpeza assim como a existência do banho a que os filtros são submetidos antes da limpeza. Assim pensou-se numa máquina com a seguinte sequência:

- Tanque térmico para imersão dos filtros de forma contínua;
- Zona de limpeza contínua com água quente sob pressão para uma face do filtro;
- Zona de viragem dos filtros;

- Zona de limpeza continua com água quente sob pressão para a outra face dos filtros;
- Zona de enxaguamento e secagem dos filtros.

O tanque térmico irá replicar as condições do banho atualmente utilizado juntando ao esquema uma bomba que irá promover a recirculação do banho criando alguma agitação. Neste tanque uma corrente irá fazer os filtros seguirem submersos suportados por molas. Após a permanência neste tanque os filtros são descarregados numa estrutura com cilindros que funciona como um tapete transportador, sendo que estes cilindros têm folgas entre si para que assim o fluido, que é injetado a quente e com pressão elevada e que tem como função limpar os filtros, possa escorrer por entre os cilindros. Desta forma, os filtros seguem no tapete sendo limpa a face que fica para cima e, a dada altura, os filtros encontraram um mecanismo que os irá virar, de modo a, que a face que estava para baixo fique para cima para ser limpa como anteriormente. Então, após esta limpeza, os filtros passam por uma injeção de água para enxaguamento e seguem para uma zona de circulação de ar quente para a sua secagem.

5.3 Esquema da máquina de limpeza automática de filtros

Para dimensionar a máquina é necessário ter em conta a capacidade produtiva pretendida pela empresa que estabeleceu um valor de 200 filtros a limpar por dia, assumindo que um dia de trabalho corresponde a 8 horas.

O tempo de residência dos filtros no tanque estima-se em cerca de 1 hora o que leva a que o tanque tenha disponibilidade para ter 25 filtros submersos na solução de limpeza. Assim, o comprimento do tanque terá de ser igual a 10 metros, valor atribuído pelo cálculo correspondente à pior situação, 25 filtros de 37,5 cm imersos no banho, com ligeiro espaçamento entre eles, ao que se atribuiu um espaço ocupado por filtro de 40 cm. No tanque, como já foi referido, os filtros serão movidos imersos na solução por via de uma corrente à qual se adaptam varões de suporte dos filtros que se colocam nos varões através de molas apropriadas colocadas nos varões. O tanque estará equipado com uma bomba que irá proporcionar uma certa agitação no banho. Na figura 11 encontra-se uma visualização produzida com o auxílio do programa *Autodesk Inventor Fusion 2013*.

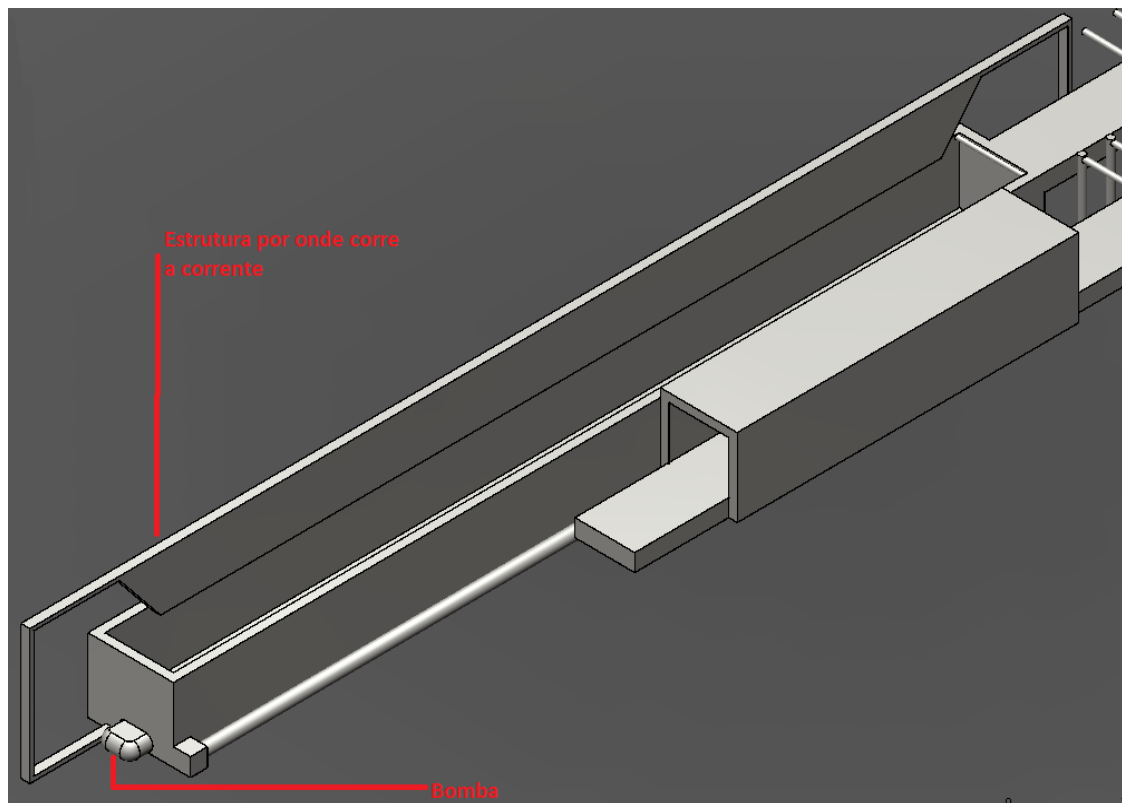


Figura 11 - Esquema do tanque da máquina.

Após o tanque, os filtros serão colocados deitados num tapete composto por cilindros rolantes onde seguem 4 metros. Durante este tempo, injetores farão incidir sobre os filtros uma solução de limpeza a elevada pressão e cerca de 100°C. Para proceder à limpeza da parte dos filtros que se encontra para baixo terá que existir um mecanismo capaz de virar os filtros. Este mecanismo foi pensado ser um pilar móvel com dois garfos munidos de sensores que pega os filtros e os viram no tapete enquanto este se desloca para a etapa seguinte, percorrendo mais 4 metros de forma igual à anterior. O esquema da parte da máquina para estas etapas encontra-se na Figura 12.

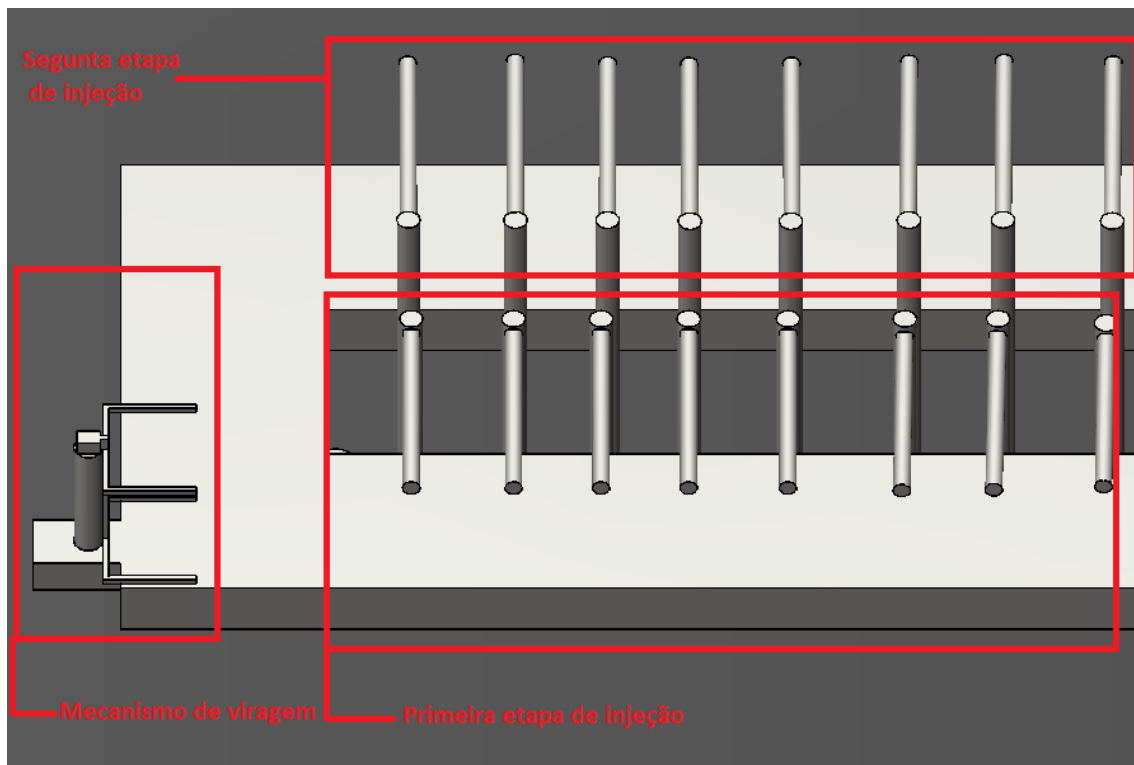


Figura 12 - Esquema das duas etapas de injeção para limpeza dos filtros e mecanismo de viragem dos mesmos.

Na etapa seguinte os filtros percorrem mais um metro onde serão enxaguados apenas com água e depois percorrem mais dois metros por um sistema com correntes de ar quente para serem secos. O esquema destas duas últimas etapas encontra-se visível na Figura 13.

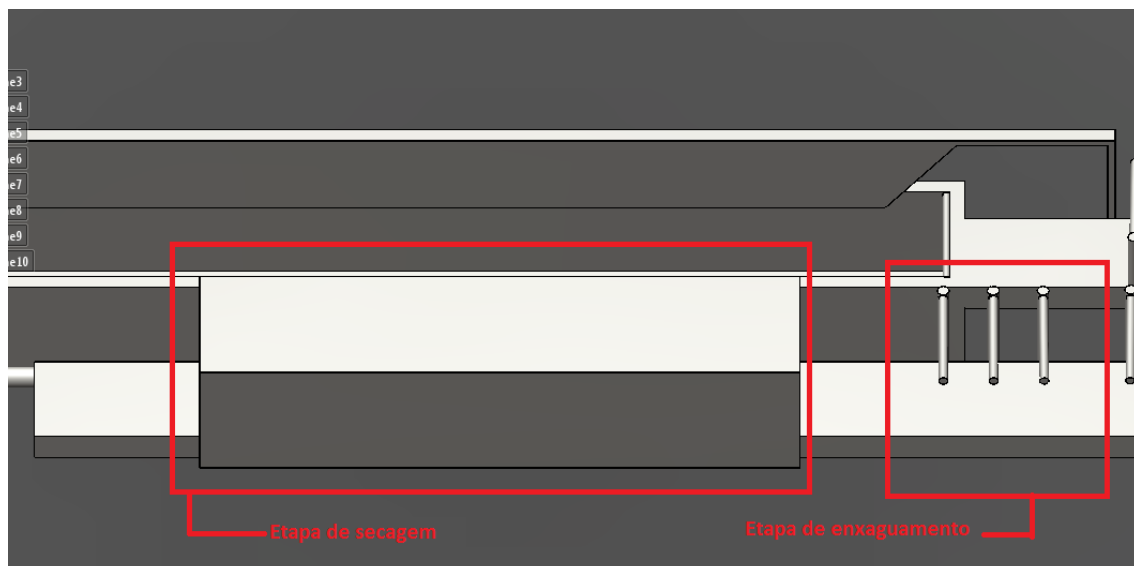


Figura 13 - Esquema das etapas de enxaguamento e secagem.

Na Figura 14 encontra-se a estrutura no seu global de quatro vistas diferentes.

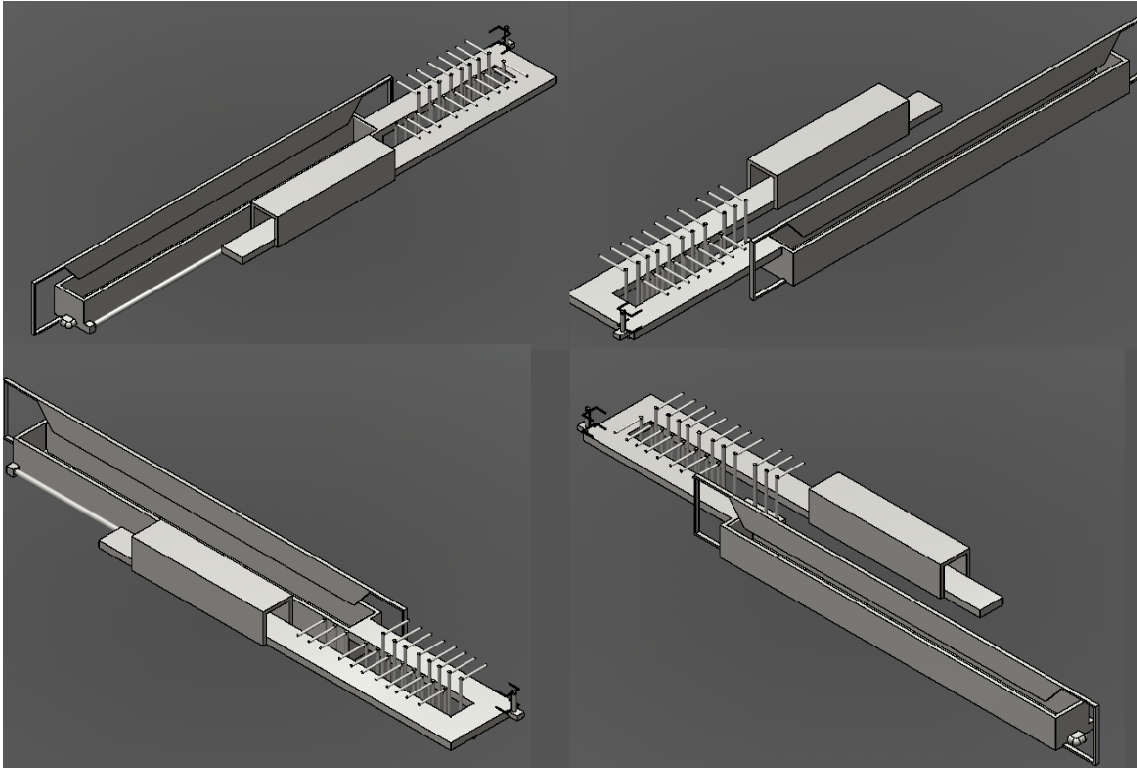


Figura 14 - Esquema global de várias perspectivas.

6 Conclusão

Relativamente à valorização das gorduras retiradas dos filtros, estas apresentam ter potencial para a produção de biodiesel, mesmo não tendo sido possível até a data determinar o teor de esteres no biodiesel produzido com as gorduras A e B. No entanto, o biodiesel apresenta fluidez e transparência favoráveis. Mesmo não tendo sido produzido biodiesel com a gordura D é possível assumir que esta também apresenta potencial pois, dos dados obtidos pela caracterização, as três gorduras apresentam valores aproximados para o índice de acidez e para o índice de saponificação. Como as gorduras são retiradas dos filtros das hotes de várias cozinhas, é natural existir uma certa discrepância de colheita para colheita.

Em relação aos três óleos sulfatados produzidos o que apresenta melhor qualidade para o engorduramento de peles é o óleo G2 que, nos ensaios de recurtume e engorduramento de peles, apresentou melhores resultados que os outros óleos. Em relação ao ensaio padrão, o óleo G2 apresentou resultados idênticos para a firmeza da flor, toque da pele e intensidade da cor. Quanto aos testes de resistência da flor à extensão estes apresentaram valores superiores, ou seja o ensaio do óleo G2 apresenta maior resistência da flor que o ensaio padrão. Para os testes de resistência ao rasgo, o ensaio do óleo G2 só apresenta menos resistência, relativamente ao padrão, na carga de rotura no sentido X.

Nos resultados da caracterização dos efluentes gordurosos, conclui-se que a maior parte da massa gordurosa é retirada no separador deixando os efluentes com apenas 0,12 % de massa gordurosa.

A proposta da máquina de limpeza automática de filtros procura representar o trabalho efetuado de forma manual e carece de ajustes e especificações sob o ponto de vista eletromecânico no sentido de se partir para a construção de um protótipo

Bibliografia

- [1] - Gerhard K., Gerpen, V., Krahl, J. (2006). The Biodiesel Handbook.
- [2] - Universidade Federal de São Paulo. “O azeite de oliva”. http://grupoklick.com.br/simulados/simulados_mostra/0,7562,POR-15294-47-40-2008,00.html. (acedido em 28 de Março de 2017)
- [3] - Silva, L. (2014), Processo de produção de biodiesel e análise de parâmetros de qualidade. Tese em energias renováveis e eficiência energética. Instituto Politécnico de Bragança.
- [4] - Ma, F., Milford, H. (1999), Biodiesel production: a review. Department of Food Science and Technology, University of Nebraska, Lincoln, NE, USA, Industrial Agricultural Products Center, University of Nebraska, 211 L.W. Chase Hall, Lincoln, NE 68583-0730, USA.
- [5] - Santos, L., Gutterres M. et al., ESTUDO DA ABSORÇÃO DOS ÓLEOS DE ENGRAXE. Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Departamento de Engenharia Química, Laboratório de Estudos em Couro e Meio Ambiente (LACOURO). https://moodle.isep.ipp.pt/pluginfile.php/154970/mod_resource/content/1/Normas%20A%20presentac%C3%A3o%20Relatorio%20Final%20Mestrado%20EQ.pdf. (Versão do PDF descarregada em 4 de Abril de 2017).
- [6] - Shreve, N., Brink, J., (1977) Indústrias de processos químicos, 4ª edição, GUANABARA DOIS.
- [7] – Bragança, I. (2010), Produção de óleos e *fillers* proteicos a partir da raspa de tripa da indústria de curtumes.
- [8] - Bhavan, M., Marg, B. (1964), Indian standart methods of sampling and test for oils am fats. Bureau of Indian standards. New Delhi.

Anexos

Anexo A – Exemplos de cálculo

Exemplo de cálculo para os ensaios do índice de acidez do primeiro ensaio para a gordura A.

$$\text{Índice de acidez} = \frac{\text{Volume}_{\text{KOH}} * 5,611}{\text{Massa da amostra}} = \frac{8,3 * 5,611}{7,29} = 6,39 \frac{\text{mg koh}}{\text{g de gordura}}$$

Exemplo de cálculo para os ensaios dos voláteis do segundo ensaio para a gordura A.

$$\begin{aligned} \text{Voláteis} &= \frac{\text{Massa}_{\text{cadinho+amostra inicial}} - \text{Massa}_{\text{cadinho+amostra final}}}{\text{Massa}_{\text{cadinho+amostra inicial}} - \text{Massa}_{\text{cadinho}}} * 100 \Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow \text{Voláteis} &= \frac{35,291 - 35,2871}{35,291 - 33,4323} * 100 = 0,21\% \end{aligned}$$

Exemplo de cálculo para os ensaios do teor de cinzas do terceiro ensaio da gordura B.

$$\begin{aligned} \text{Teor de cinzas} &= \frac{\text{Massa}_{\text{cadinho+cinzas}} - \text{Massa}_{\text{cadinho}}}{\text{Massa}_{\text{cadinho+amostra}} - \text{Massa}_{\text{cadinho}}} * 100 \Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow \text{Teor de cinzas} &= \frac{41,419 - 41,418}{44,809 - 41,418} * 100 = 0,029\% \end{aligned}$$

Exemplo de cálculo para os ensaios do nº de iodo do segundo ensaio da gordura A.

$$\begin{aligned} \text{Nº de iodo} &= \frac{12,69 * C_{\text{tiosulfato de sódio}} * (\text{Volume}_{\text{branco}} - \text{Volume}_{\text{com amostra}})}{\text{Massa}_{\text{amostra}}} \Leftrightarrow \\ \text{Nº de iodo} &= \frac{12,69 * 0,1014 * (43,1 - 34,75)}{0,155} = 69,32 \frac{\text{g de I}_2}{100\text{g de amostra}} \end{aligned}$$

Exemplo de cálculo para os ensaios do índice de peróxido para o segundo ensaio da gordura A.

$$\begin{aligned} \text{Índice de peróxido} &= \frac{(\text{Volume}_{\text{com amostra}} - \text{Volume}_{\text{branco}}) * C_{\text{tiosulfato de sódio}} * 1000}{\text{Massa}_{\text{amostra}}} \\ \Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow \text{Índice de peróxido} &= \frac{(1 - 0,4) * 0,1014 * 1000}{3,0782} = 19,76 \frac{\text{meq}}{1000\text{g de amostra}} \end{aligned}$$

Exemplo de cálculo para os ensaios do índice de saponificação para o segundo ensaio da gordura A.

$$\text{Índice de saponificação} = \frac{C_{HCl} * MM_{KOH} * (\text{Volume}_{\text{branco}} - \text{Volume}_{\text{com amostra}})}{\text{Massa}_{\text{amostra}}} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \text{Índice de saponificação} = \frac{0,5805 * 56,105 * (22,575 - 9)}{1,9194} = 230,34 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g de amostra}}$$

Exemplo de cálculo para os ensaios do teor de gordura para o primeiro ensaio do efluente gorduroso E.

$$\text{Teor de gordura} = \frac{\text{Massa}_{\text{Balão+gordura}} - \text{Massa}_{\text{balão}}}{\text{Massa}_{\text{amostra}}} * 100 \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \text{Teor de gordura} = \frac{83,2578 - 82,2130}{48,0259} * 100 = 2,18\%$$

Exemplo de cálculo para os ensaios do teor de SO₃ combinado para o primeiro ensaio do óleo G1.

$$SO_{3\text{combinado}} = \frac{\text{Volume}_{\text{com amostra}} - \text{Volume}_{\text{branco}}}{\text{Massa}_{\text{amostra}}} * 0,032 \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow SO_{3\text{combinado}} = \frac{8,3 - 0,3}{0,1604} * 0,032 = 1,6\%$$

Anexo B – Resultados

Anexo B.1 – Caracterização das gorduras e efluentes gordurosos

Tabela B.1. 1 - Resultados dos ensaios do índice de acidez.

Gordura A	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	8,3	7,2900	6,39
Ensaio 2	2,7	2,3280	6,51
Ensaio 3	3,0	2,6340	6,39
Gordura B	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	2,3	2,5550	5,05
Ensaio 2	2,2	2,4770	4,98
Ensaio 3	2,6	2,48000	5,14
Gordura D	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	7,55	7,0507	6,01
Ensaio 2	8,5	8,0144	5,95
Ensaio 3	8,2	7,5959	6,06

Tabela B.1. 2 - Resultados dos ensaios dos voláteis.

Gordura A	Massa cadinho + amostra inicial (g)	Massa cadinho + amostra final (g)	Massa cadinho (g)	Voláteis (%(m/m))
Ensaio 2	35,2910	25,2871	33,4323	0,21
Ensaio 3	54,5320	54,5254	52,9281	0,25

Gordura B	Massa cadinho + amostra inicial (g)	Massa cadinho + amostra final (g)	Massa cadinho (g)	Voláteis (%(m/m))
Ensaio 2	34,0816	34,0766	32,9501	0,44
Ensaio 3	45,6390	45,6314	44,0018	0,46
Gordura D	Massa cadinho + amostra inicial (g)	Massa cadinho + amostra final (g)	Massa cadinho (g)	Voláteis (%(m/m))
Ensaio 1	29,1642	29,1535	25,8479	0,32
Ensaio 2	45,4970	45,4832	41,5939	0,35
Ensaio 3	40,8224	40,8062	36,8896	0,41
Efluente gorduroso E	Massa cadinho + amostra inicial (g)	Massa cadinho + amostra final (g)	Massa cadinho (g)	Voláteis (%(m/m))
Ensaio 1	33,3661	29,5667	29,3995	95,78
Ensaio 2	50,2244	45,4881	42,8962	64,63
Ensaio 3	48,6713	42,2497	41,4191	88,55
Efluente gorduroso F	Massa cadinho + amostra inicial (g)	Massa cadinho + amostra final (g)	Massa cadinho (g)	Voláteis (%(m/m))
Ensaio 1	38,4637	37,8120	36,4527	32,41
Ensaio 2	41,2276	40,4257	37,6650	22,51
Ensaio 3	43,3121	42,6471	40,1697	24,34
Efluente gorduroso g	Massa cadinho + amostra inicial (g)	Massa cadinho + amostra final (g)	Massa cadinho (g)	Voláteis (%(m/m))
Ensaio 1	44,9179	38,2632	38,2431	99,70
Ensaio 2	48,3736	38,5554	38,5138	99,58
Ensaio 3	54,9817	44,2705	44,2286	99,61

Tabela B.1. 3 - Resultados dos ensaios do teor de cinzas.

Gordura A	Massa cadinho + amostra (g)	Massa cadinho + Cinza (g)	Massa cadinho (g)	Teor de cinzas (%(m/m))
Ensaio 1	42,7590	36,8940	36,8940	0
Ensaio 2	38,2830	40,8190	40,8180	0,052%
Gordura B	Massa cadinho + amostra (g)	Massa cadinho + Cinza (g)	Massa cadinho (g)	Teor de cinzas (%(m/m))
Ensaio 1	44,8090	41,4190	41,4180	0,029
Ensaio 2	27,0390	25,8470	25,8460	0,084

Ensaio 3	38,6970	36,4590	36,4590	0,045
Gordura D	Massa cadinho + amostra (g)	Massa cadinho + Cinza (g)	Massa cadinho (g)	Teor de cinzas (%(m/m))
Ensaio 1	29,1642	25,8510	25,8479	0,093
Ensaio 2	45,4970	41,5972	41,5939	0,090
Ensaio 3	40,8224	36,8927	36,8896	0,079
Efluente gorduroso E	Massa cadinho + amostra (g)	Massa cadinho + Cinza (g)	Massa cadinho (g)	Teor de cinzas (%(m/m))
Ensaio 1	33,3661	29,4093	29,3995	0,250
Ensaio 2	50,2244	42,9110	42,8962	0,200
Ensaio 3	48,6713	41,4353	41,4191	0,220
Efluente gorduroso F	Massa cadinho + amostra (g)	Massa cadinho + Cinza (g)	Massa cadinho (g)	Teor de cinzas (%(m/m))
Ensaio 1	38,4637	36,5310	36,4527	3,890
Ensaio 2	41,2276	37,7976	37,6650	3,720
Ensaio 3	43,3121	40,2918	40,1697	3,890
Efluente gorduroso G	Massa cadinho + amostra (g)	Massa cadinho + Cinza (g)	Massa cadinho (g)	Teor de cinzas (%(m/m))
Ensaio 1	44,9179	38,2483	38,2431	0,080
Ensaio 2	48,3736	38,5236	38,5138	0,005
Ensaio 3	54,9817	44,2286	44,2286	0,100

Tabela B.1. 4 - Resultados dos ensaios do N° de iodo.

Gordura A	Volume de tiosulfato de sódio titulado no branco (ml)	Volume de tiosulfato de sódio titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	N° de iodo (g I ₂ /100g amostra)
Ensaio 1	43,1	40,40	0,1270	27,36
Ensaio 2		34,75	0,1550	69,32
Ensaio 3		34,90	0,1560	68,48
Gordura B	Volume de tiosulfato de	Volume de tiosulfato de	Massa da amostra (g)	N° de iodo (g I ₂ /100g amostra)

	sódio titulado no branco (ml)	sódio titulado no ensaio (ml)		
Ensaio 1	43,1	31,45	0,1642	91,30
Ensaio 2		33,65	0,1278	95,38
Ensaio 3		33,70	0,1508	97,28
Gordura C	Volume de tiosulfato de sódio titulado no branco (ml)	Volume de tiosulfato de sódio titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Nº de iodo (g I ₂ /100g amostra)
Ensaio 1	43,1	31,80	0,1533	94,85
Ensaio 2		31,50	0,1577	94,65
Ensaio 3		31,40	0,1578	95,41

Tabela B.1. 5 - Resultados dos ensaios do Índice se peróxido.

Gordura A	Volume de tiosulfato de sódio titulado no branco (ml)	Volume de tiosulfato de sódio titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de Peroxido (meq/1000g amostra)
Ensaio 1	0,40	0,85	2,3034	19,81
Ensaio 2		1,15	3,0782	19,76
Gordura B	Volume de tiosulfato de sódio titulado no branco (ml)	Volume de tiosulfato de sódio titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de Peroxido (meq/1000g amostra)
Ensaio 1	0,40	1,50	2,4457	45,61
Ensaio 2		2,40	4,3108	47,04
Ensaio 3		2,60	4,8305	46,18

Tabela B.1. 6 - Resultados para os ensaios do índice de saponificação.

Gordura A	Volume de HCl titulado no branco (ml)	Volume de HCl titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de saponificação (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	22,575	6,55	2,3071	226,22
Ensaio 2		9,00	1,9194	230,35

Ensaio 3		5,90	2,4145	224,93
Gordura B	Volume de HCl titulado no branco (ml)	Volume de HCl titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de saponificação (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	22,575	8,80	1,9168	234,06
Ensaio 2		9,45	1,9547	218,69
Ensaio 3		8,35	2,1024	220,36
Gordura D	Volume de HCl titulado no branco (ml)	Volume de HCl titulado no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de saponificação (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	14,2	1,70	1,9254	217,41
Ensaio 2		0,40	2,3263	198,67
Ensaio 3		1,20	2,0109	216,50

Tabela B.1. 7 - Resultados dos ensaios ao teor de gordura.

Efluente gorduroso E	Massa balão + gordura (g)	Massa Balão (g)	Massa da amostra (g)	Teor de gordura % (m/m)
Ensaio 1	83,25478	82,2130	48,0259	2,18
Ensaio 2	111,3062	109,9103	48,0671	2,90
Ensaio 3	121,4319	120,7117	56,4030	1,28
Efluente gorduroso F	Massa balão + gordura (g)	Massa Balão (g)	Massa da amostra (g)	Teor de gordura % (m/m)
Ensaio 1	176,4319	171,5346	9,2837	57,60
Ensaio 2	114,8157	109,9029	9,0598	63,87
Ensaio 3	125,9563	120,7165	9,0180	58,14
Efluente gorduroso G	Massa balão + gordura (g)	Massa Balão (g)	Massa da amostra (g)	Teor de gordura % (m/m)
Ensaio 1	171,9725	171,6910	148,2122	0,19
Ensaio 2	109,9507	109,9029	76,6327	0,06
Ensaio 3	120,8155	120,7165	92,2164	0,10

Anexo B.2 – Biodiesel e óleos sulfatados

Tabela B.2. 1 - Resultados dos ensaios do índice de saponificação na produção de biodiesel.

Após a esterificação com ácido sulfúrico			
Biodiesel A	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)

Ensaio 1	1,40	4,2260	1,86
Ensaio 2	1,10	3,6335	1,7
Biodiesel B	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	1,85	4,4156	2,36
Ensaio 2	2,30	5,4922	2,35
Após a transesterificação com hidróxido de sódio			
Biodiesel A	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	0,70	15,1529	0,26
Ensaio 2	0,50	12,8421	0,22
Biodiesel B	Volume de KOH titulado (ml)	Massa da amostra (g)	Índice de acidez (mg KOH/g amostra)
Ensaio 1	0,65	14,0882	0,26
Ensaio 3	0,70	15,8611	0,25

Tabela B.2. 2 - Resultados dos ensaios do teor de SO₃ combinado nos óleos sulfatados.

Óleo G1	Volume de solução de hyamine titulada no branco (ml)	Volume de solução de hyamine titulada no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Teor de SO ₃ (m/m)
Ensaio 1	0,3	8,3	0,1604	1,60
Ensaio 2		8,4	0,1476	1,76
Ensaio 3		7,6	0,1326	1,76
Óleo G2	Volume de solução de hyamine titulada no branco (ml)	Volume de solução de hyamine titulada no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Teor de SO ₃ (m/m)
Ensaio 1	0,3	5,5	0,1438	1,16
Ensaio 2		4,0	0,1006	1,18
Ensaio 3		5,7	0,1281	1,35
Óleo G3	Volume de solução de hyamine titulada no branco (ml)	Volume de solução de hyamine titulada no ensaio (ml)	Massa da amostra (g)	Teor de SO ₃ (m/m)
Ensaio 1	0,3	10,0	0,1085	2,86
Ensaio 2		9,50	0,1087	2,67
Ensaio 3		10,30	0,1140	2,86

Tabela B.2. 3 - Processo de recurtume no ensaio padrão.

ISEP	Processo Padrão
Wet-blue Dias Ruivo rebaixado a 1,4/1,6 mm	Data: 07.09.2017

Ensaio nº		SP		Reator		1	
				Massa (g):		80	
Operação	%	Produto	Temp ^a (°C)	Tempo (min)	Quantidade		Controlo
Recromagem	300	Agua	35		240	mL	
	0,5	Acido fórmico puro			0,40	g	
				15			pH = 3 - 3,2
	3	Sal de crómio			2,40	g	
				30			
				Roda a noite (rpm1)			pH = 3 - 3,2
Neutralizar	1,5	Formiato de sódio			1,20	g	
	1,75	Bicarbonato de sódio			1,40	g	
				120			pH = 5 - 5,5
Drenar							
Lavar	300	Agua	30		240	mL	
				10			
Drenar							
Recurtir	50	Agua	30		40	mL	
	3	Fortan A40			2,40	g	
	2	Indinol EAF			1,60	g	
				15			
	1	Inditan RS			0,80	g	
	3	Inditan VOC			2,40		
	3	Mimosa			2,40	g	
	1	Corante		75	0,80	g	
	100	Agua	50		80	mL	
				15			
Fixar	1	Acido fórmico puro			0,80	g	
				30			pH = 3,5 - 3,8
Drain							
Engordurar	150	Agua	50		120	mL	
	2	Indinol BE			1,60	g	
	4	Indinol HS			3,20	g	
	4	Indinol EAF			3,20	g	
	4	Indinol LOX			3,20	g	
				45			
Fixar	0,5	Acido fórmico puro			0,40	g	
				30			pH = 3 - 3,2
Drenar							
Lavar	300	Agua	Ambiente		240	mL	
				10			
Drenar							
Espremer, Alisar, Secar e Amaciar							

Tabela B.2. 4 - Processo de recurtume no ensaio do óleo G1.

ISEP			Processo ensaio			
Wet-blue Dias Ruivo rebaixado a 1,4/1,6 mm					Data: 07.09.2017	
Ensaio G1					Reator 2	
					Massa (g): 80	
Operação	%	Produto	Temp (°C)	Tempo (min)	Quantidade	Controlo
Recromagem	300	Agua	35		240 mL	
	0,5	Acido fórmico puro			0,40 g	
				15		pH = 3 - 3,2
	3	Sal de crómio			2,40 g	
				30		
				Roda a noite (rpm1)		pH = 3 - 3,2
Neutralizar	1,5	Formiato de sódio			1,20 g	
	1,75	Bicarbonato de sódio			1,40 g	
				120		pH = 5 - 5,5
Drenar						
Lavar	300	Agua	30		240 mL	
				10		
Drenar						
Recurtir	50	Agua	30		40 mL	
	3	Fortan A40			2,40 g	
	2	Indinol EAF			1,60 g	
				15		
	1	Inditan RS			0,80 g	
	3	Inditan VOC			2,40	
	3	Mimosa			2,40 g	
	1	Corante		75	0,80 g	
	100	Agua	50		80 mL	
				15		
Fixar	1	Acido fórmico puro			0,80 g	

				30			pH = 3 - 3,2
Drenar							
Engordurar	150	Água	50		120	mL	
	2	Indinol BE			1,60	g	
	4	Indinol HS			3,20	g	
	2	Indinol EAF			1,60	g	
	6	Óleo G1			4,80	g	
				45			
Fixar	0,5	Acido fórmico puro			0,40	g	
				30			pH = 3 - 2,7
Drenar							
Lavar	300	Água	ambiente		240	mL	
				10			
Drenar							
Espremer, Alisar, Secar e Amaciar							

Tabela B.2. 5 - Processo de recurtume no ensaio do óleo G2.

ISEP	Processo Ensaio
Wet-blue Dias Ruivo rebaixado a 1,4/1,6 mm	Data: 07.09.2017

Ensaio nº G2					Reator		3
					Massa (g)		80
Operação	%	Produto	Temp (°C)	Tempo (min)	Quantidade		Controlo
Recromagem	300	Agua	35		240	mL	
	0,5	Acido fórmico puro			0,40	g	
				15			pH = 3 - 3,2
	3	Sal de crómio			2,40	g	
				30			
				Roda a noite (rpm1)			pH = 3 - 3,2
Neutralizar	1,5	Formiato de sódio			1,20	g	
	1,75	Bicarbonato de sódio			1,40	g	
				120			pH = 5 - 5,5
Drenar							
Lavar	300	Agua	30		240	mL	
				10			
Drenar							
Recurtir	50	Agua	30		40	mL	
	3	Fortan A40			2,40	g	
	2	Indinol EAF			1,60	g	
				15			
	1	Inditan RS			0,80	g	
	3	Inditan VOC			2,40		
	3	Mimosa			2,40	g	
	1	Corante		75	0,80	g	
	100	Agua	50		80	mL	
				15			
Fixar	1	Acido fórmico puro			0,80	g	
				30			pH = 3 - 2,7
Drenar							
Engordurar	150	Agua	50		120	mL	
	2	Indinol BE			1,60	g	
	4	Indinol HS			3,20	g	
	2	Indinol EAF			1,60	g	
	6	Óleo G2			4,80	g	
				45			
Fixar	0,5	Acido fórmico puro			0,40	g	
				30			pH = 3 - 2,7
Drain							
Lavar	300	Agua	ambiente		240	mL	
				10			
Drain							

Espremer, Alisar, Secar e Amaciar

Tabela B.2. 6 - Processo do recurtume no ensaio do óleo G3.

ISEP			Processo Ensaio			
Wet-blue Dias Ruivo rebaixado a 1,4/1,6 mm					Data: 07.09.2017	
Ensaio nº G3					Reator 4	
					Massa (g) 80	
Operação	%	Produto	Temp (°C)	Tempo (min)	Quantidade	Controlo
Recromagem	300	Agua	35		240 mL	
	0,5	Acido fórmico puro			0,40 g	
				15		pH = 3 - 3,2
	3	Sal de crómio			2,40 g	
				30		
				Roda a noite (rpm1)		pH = 3 - 3,2
Neutralizar	1,5	Formiato de sódio			1,20 g	
	1,75	Bicarbonato de sódio			1,40 g	
				120		pH = 5 - 5,5
Drenar						
Lavar	300	Agua	30		240 mL	
				10		
Drenar						
Recurtir	50	Agua	30		40 mL	
	3	Fortan A40			2,40 g	
	2	Indinol EAF			1,60 g	
				15		
	1	Inditan RS			0,80 g	
	3	Inditan VOC			2,40	
	3	Mimosa			2,40 g	
	1	Corante		75	0,80 g	
	100	Agua	50		80 mL	
				15		
Fixar	1	Acido fórmico puro			0,80 g	
				30		pH = 3 - 3,2
Drenar						
Engordurar	150	Agua	50		120 mL	
	2	Indinol BE			1,60 g	

	4	Indinol HS			3,20	g	
	2	Indinol EAF			1,60	g	
	6	Óleo G3			4,80	g	
				45			
Fixar	0,5	Acido fórmico puro			0,40	g	
				30			pH = 3 - 2,7
Drenar							
Lavar	300	Agua	ambiente		240	mL	
				10			
Drenar							
Espremer, Alisar, Secar e Amaciar							