



Instituto Politécnico de Tomar

Escola Superior de Tecnologia de Tomar

Macário Alexandre Almerindo Alves

Refinação de Óleos Alimentares Usados

Relatório de Estágio

Orientado por:

Doutor Henrique Pinho - IPT

Engenheiro André Ferreira - *Oleotorres*

Relatório de Estágio

apresentado ao Instituto Politécnico de Tomar

para cumprimento dos requisitos necessários

à obtenção do grau de Mestre

em Tecnologia Química

*Como uma pomba branca tu partiste,
A alegria e felicidade que contigo trazias,
É uma lição para todos nós.*

*Na minha cabeça ainda oiço a tua voz,
Voz feliz que sempre me apoiou.*

*A vida foi curta para ti,
Mas todos nós tentamos-te dar a felicidade que merecias,
Tu foste embora, mas deixaste uma parte de ti em todos.
Todos os que contigo caminharam,
Todos os que com um bocado de ti ficaram.*

Para ti, sempre Carina Rocha.

Resumo

O presente relatório descreve as atividades desenvolvidas durante o estágio na empresa Oleotorres, realizado no âmbito do trabalho final do Mestrado em Tecnologia Química da Escola Superior de Tecnologia de Tomar.

A Oleotorres é uma empresa implantada em Torres Noves, especializada na recolha e tratamento de óleos alimentares usados, que não sendo classificados como resíduos perigosos são, no entanto, prejudiciais para o meio ambiente. Esta preocupação verifica-se, principalmente, se a sua descarga for efetuada em meios aquáticos.

O trabalho desenvolvido durante o período de estágio teve como principal objetivo, além da integração nas atividades normais da empresa, o estudo e o acompanhamento da refinação dos óleos no setor Refinaria, tendo incidido no estudo das quebras (perdas) de óleo ao longo do processo, e a avaliação dos custos financeiros daí resultantes.

No decurso da análise elaborada, apurou-se que em média as quebras são de cerca de 3,3%, tendo um custo de cerca de 49 € por tonelada de óleo processado.

A partir da análise das quebras, e das observações qualitativas registadas durante o estágio, é possível concluir que existem várias ações de melhoria que será possível tentar implementar no processo, como por exemplo, a implementação da operação de neutralização em modo contínuo, e a implementação de afinamentos nos métodos de trabalho.

Palavras-chave

Resíduos; Óleos alimentares usados; Quebras de materiais; Custos de processamento.

Abstract

This report describes the activities carried out during the internship in Oleotorres Company, held under the final report of the Master 's Degree in Chemical Technology of Tomar's Technology School.

Oleotorres is a company located in Torres Novas, specializing in the collection and treatment of used cooking oils, which are not classified as dangerous waste but are harmful to the environment. This concern is found, especially if the discharge is performed in aquatic environments.

The work performed during the internship period had as main objective, beyond integrating the normal business activities, the study and monitoring of the oils refining in the refinery sector, focusing on the study of the oil breaks (loss) throughout the process and the assessment of the financial costs arising.

During the elaborated analysis, it was found that on average the breaks are around 3.3%, with a cost of around 49 € per ton of processed oil.

From the breaks analysis, and qualitative observations recorded during the internship, it can be concluded that there are several improvement actions that may be applied in the process, such as the implementation of neutering operation in continuous mode, and the implementation of thinning work methods

Keywords

Waste; Used cooking oil; Material breaks; Processing costs

Agradecimentos

Tenho que agradecer em muito ao meu orientador de estágio, Dr. Henrique Pinho, sem ele a ajudar, motivar e apoiar não teria concluído este trabalho.

Agradeço muito também Eng. André Ferreira e Dra. Carmo que foram um grande apoio, sempre ajudaram no que foi necessário e pela grande oportunidade que me deram ao deixarem fazer este trabalho.

Um grande agradecimento ao meu grande amigo e colega de trabalho João Reis, que apesar de não ter estudos superiores, é um grande indivíduo, está sempre disposto a ajudar, ensinar o que sabe e a aprender.

Aos meus amigos e família que me ajudaram e foram incansáveis em tudo, sem eles seria impossível ter conseguido concluir este trabalho.

E agradeço e dedico acima de tudo há minha grande amiga e irmã Carina Rocha, que foi incansável em tudo.

Índice

1.	Introdução	1
1.1.	Âmbito geral do estágio	1
1.2.	Oleotorres.....	1
1.3.	Recuperação de óleos alimentares usados	2
1.3.1.	Importância Ambiental e Económica	2
1.3.2.	Sistema nacional (e europeu) de organização desta área, enquadramento legal e respetiva implementação	3
1.3.3.	Tecnologias de recuperação	3
2.	Descrição do processo da Oleotorres.....	7
2.1.	Descrição geral dos processos da fábrica.....	7
2.2.	Descrição do processo na refinaria – processos-chave da refinaria.....	9
2.3.	Tarefas realizadas durante o estágio	14
2.4	Proposta do estudo a realizar durante o estágio.....	24
3.	Atividades práticas.....	25
3.1.	Recolha de dados e amostragem	25
3.2.	Resultados Obtidos	28
3.3.	Discussão de resultados	37
4.	Propostas de melhoria dos processos na refinaria	39
5.	Elaboração do manual do filtro.....	41
6.	Conclusões	43
7.	Bibliografia	45

Índice de figuras

Figura 1: Diagrama do processo geral do processamento dos OAU na Oleotorres. ..	9
Figura 2: Um dos três tanques neutralizadores da refinaria.....	11
Figura 3: Secador/Branqueador da refinaria.	12
Figura 4: Filtro da refinaria onde o óleo e gordura são filtrados.	13
Figura 5: Diagrama do processo da refinaria.	14
Figura 6: Esquema de amostragem de uma cisterna.	16
Figura 7: Esquema das águas da Fábrica.	21
Figura 8:Esquema de retirada de amostras no neutralizador.	26
Figura 9:Esquema de retirada de amostras no Secador.	27
Figura 10: Esquema de retirada de amostra do filtro.	27
Figura 11: Acidez do óleo por cada neutralização realizada.	34
Figura 12: Humidade mais impurezas (%) de cada neutralização estudada.	35
Figura 13: Quebra em percentagem de cada neutralização.	36
Figura 14: Custos de cada neutralização.....	36

Índice de tabelas

Tabela 1: Tarefas realizadas durante o estágio.	24
Tabela 2: Pontos de amostragem, valores a serem analisados e resultados aceitáveis em cada ponto.	27

1. Introdução

1.1. Âmbito geral do estágio

O Estágio curricular, a que se refere este relatório, foi realizado na Empresa *Oleotorres, Lda.*, no âmbito do Trabalho Final do Mestrado em Tecnologia Química, com a duração de cerca de um ano. O estágio teve como principal objetivo complementar os estudos desenvolvidos na parte curricular do Mestrado, aprofundando assim os aspetos ambientais e químicos da aprendizagem do curso, numa área que ao nível ambiental pode levantar grandes problemas e que ao ser bem explorada pode ser uma mais-valia a nível económico.

Assim, foi proposto o acompanhamento do processo de refinação de óleos vegetais usados implementado na *Oleotorres*, em vários pontos-chave do mesmo, para que pudesse existir um maior domínio e consolidação de conhecimentos na área e ainda tentar melhorar os processos de trabalho já existentes, estudando os vários parâmetros de análise.

1.2. Oleotorres

A *Oleotorres, Lda.* é uma empresa com cerca de vinte anos de existência, e que atua na área de recolha e gestão de óleos alimentares usados provenientes da restauração, hotelaria e outras indústrias produtoras deste tipo de resíduos.

Nesta área, a *Oleotorres* foi a pioneira no nosso País. A sua existência veio contribuir para melhorar a valorização de resíduos que poderiam ser um grande problema ambiental, contando com o apoio da Agência Portuguesa do Ambiente, fazendo assim parte da *Listagem Oficial de Operadores de Gestão de Óleos e Gorduras Alimentares Usados*. Como tal, a *Oleotorres* conta com a certificação do sistema ISSO9001:2008 e ISCC.EU, sendo que também está devidamente licenciada pelo Ministério da Economia e pelo Ministério do Ambiente (*Oleotorres*, 2015).

1.3. Recuperação de óleos alimentares usados

1.3.1. Importância Ambiental e Económica

No nosso país os óleos alimentares usados (OAU) são na sua grande maioria encaminhados para os esgotos, o que leva a que ocorram vários problemas, não só ambientais, mas também na degradação do bom-estado das canalizações, ou seja, entupimentos e corrosão das tubagens. Ao chegarem às ETAR's causam ainda problemas no que toca ao seu funcionamento (aumento da carga poluente das águas). Deste modo dá-se um aumento dos custos para tratar as águas residuais, tanto a nível energético, como com a limpeza dos equipamentos (custo operativo). Também é possível colocar estes resíduos em aterros, o que pode levar a outro tipo de problemas, como a contaminação dos solos com os OAU que vai posteriormente poluir as águas subterrâneas.

Existe, ainda, a possibilidade de os queimar, mas este é um processo que apesar de produzir energia, vai levar a que ocorra uma libertação de gases tóxicos para a atmosfera. Por fim, no caso de estes serem libertados para o meio ambiente, vai causar maus cheiros, que vão ser prejudiciais para a fauna e flora do meio em que se encontram (Nunes M. F., 2011).

Por todas estas razões, é de evitar ao máximo a libertação destes resíduos de forma incorreta; principalmente tendo em conta que a reutilização dos mesmos pode levar a que haja ganhos ao nível económico. Ao serem tratados, podem ser matéria-prima de relativo baixo custo para a produção de produtos mais valiosos e com uma utilidade substancial.

Assim, a partir destes produtos, é possível obter matérias-primas para produção de *biodiesel*¹, velas, produtos de cosmética, tintas, vernizes, lubrificantes, detergentes e sabões (Oleotorres, 2015).

¹ Combustível que pode aliviar a carga de combustíveis fósseis utilizados.

1.3.2. Sistema nacional (e europeu) de organização desta área, enquadramento legal e respetiva implementação

A Gestão de óleos alimentares usados, produzidos a partir do setor industrial, hotelaria, restauração e doméstico, é regulada pelo Decreto-Lei n.º267/2009, de 29 de Setembro. Salienta-se que neste diploma são excluídas as gorduras alimentares (vegetais e animais), as margarinas e outros óleos e gorduras.

Este Decreto-Lei visa um conjunto de normas para que se estabeleçam operadores devidamente licenciados para a recolha seletiva, transporte, tratamento e valorização dos OAU. Os municípios têm também um forte papel no que toca à recolha do OAU, contudo estes focam-se mais no âmbito doméstico (APA, 2015).

Atualmente a empresa tem um sistema que se foca na recolha dos OAU de proveniência doméstica, da HORECA² e setor industrial³ (Nunes M. F., 2011).

1.3.3. Tecnologias de recuperação

Para se abordar as tecnologias de recuperação do OAU é necessário primeiro introduzir alguns conceitos teóricos, entre eles:

Índice de acidez – Massa de hidróxido de potássio, expressa em miligramas, necessária para neutralizar os ácidos gordos livres contidos numa grama de gordura, ou óleo.

Acidez – Percentagem de ácidos gordos livres de uma gordura, ou de um óleo. Exprime-se em ácido láurico nos óleos de palmiste e de copra, em ácido palmítico no óleo de palma e em ácido oleico em todas as gorduras e outros óleos.

Em virtude da decisão tomada, em 1911, pela «Convenção Internacional para a unificação da apresentação dos resultados de análise das matérias destinadas à alimentação

² Sector de atividade relativo aos empreendimentos turísticos, ao alojamento local e aos estabelecimentos de restauração e bebidas.

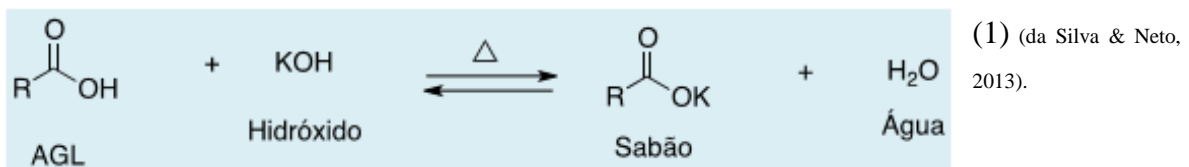
³ Principalmente relativo à preparação e conservação de produtos alimentares, de acordo com Nunes, 2011.

do homem e dos animais», entender-se-á, também por acidez o volume de solução alcalina normal, expresso em centímetros cúbicos, necessário para neutralizar os ácidos gordos livres contidos em 100 gramas de gordura ou óleo (Sociedade Astória, Lda, 1972). Tendo presente as definições anteriores, procede-se à descrição sumária das tecnologias de refinação de óleos.

Neutralização alcalina dos óleos - A Refinação de óleos é usualmente iniciada com uma etapa de redução da sua acidez, pelo que um dos métodos para baixar a acidez de um óleo é através da sua neutralização alcalina, adicionando uma solução básica (soda cáustica a 16,7%). Esta adição leva a que os ácidos gordos livres sejam convertidos em sabões. Nesta conversão em sabões, muitas vezes são arrastadas certas impurezas que os óleos contêm. A adição da soda cáustica também é mais efetiva na descoloração destes mesmos óleos. Contudo, a soda tem a desvantagem de saponificar uma pequena proporção de óleo neutralizado. Na neutralização com soda os ácidos gordos livres são reduzidos até cerca de 0,01-0,03% (Allen, et al., 1982).

Na neutralização dos óleos, ocorre também o arrastamento de fosfatos, proteínas e outras substâncias que o óleo possa possuir (incluindo metais pesados) (Allen, et al., 1982).

Assim, obtém-se nesta etapa uma solução orgânica que contém três produtos principais: o óleo neutralizado, as massas e água. Ocorre, desta forma, uma precipitação das massas que é facilitada com a adição de água, ou salmoura. As massas acima referidas são uma mistura de água, sabões e impurezas arrastadas na neutralização – como ilustra a equação 1.



Neutralização descontínua - O óleo é colocado num reator com 6 a 15 toneladas de capacidade. Este reator possui um agitador (mecânico), uma serpentina na qual circula vapor (proporcionando aquecimento de modo indireto) e ainda no topo três tubos de entrada para

a adição da solução alcalina de neutralização, salmoura para ajudar na separação das massas e ainda outra para a adição de água quente para as lavagens.

Nos óleos com baixa acidez (<1,5%), é possível adicionar a solução alcalina a uma temperatura entre 90 e 95 °C, tendo em conta que não se deve agitar esta solução. Para as soluções com acidez superior a 1,5%, a solução deve ser mais concentrada, sendo a soda adicionada em agitação de modo a facilitar o contacto entre as duas soluções. Após 15 a 30 minutos de agitação procede-se ao aquecimento da mesma até 50 e 70 °C de modo a que sejam quebradas as emulsões. Depois desta agitação, procede-se à adição de Salmoura. No fim desta adição deixa-se em repouso por algumas horas. No final são retiradas as massas e faz-se cerca de três a quatro lavagens⁴ (Fré, 2009).

Como alternativa à neutralização descontínua temos a neutralização contínua em que a solução alcalina é adicionada sob agitação, estando o óleo a uma temperatura entre 65 e 90 °C. De seguida o óleo e as massas são separados por centrifugação. A concentração da solução alcalina, o tempo de contato e ainda a temperatura são dependentes do processo pelo qual se opta. Após esta centrifugação, o óleo neutralizado é lavado e de novo centrifugado entre uma e duas vezes. Esta opção é mais vantajosa pois leva a que se poupe tempo, contudo requer mais equipamento (Fré, 2009).

Sabões nos óleos - Após a retirada das massas encontram-se ainda em solução uma grande parte de sabões, pelo que é necessário retirar esta fração de contaminante. Para o efeito procede-se à adição de água à solução de óleo. Os sabões vão ter uma maior afinidade pela água que irá dissolver e arrastar uma grande parte dos mesmos (Allen, et al., 1982).

Refinação ácida dos óleos - Após a lavagem dos óleos pode existir ainda uma quantidade residual de sabões. A remoção destes pode ser realizada através da adição de um ácido forte, como o ácido sulfúrico e o ácido fosfórico. Contudo, como se trata de óleos que podem ter como finalidade a alimentação, e visto que o enxofre é tóxico e constituinte do ácido sulfúrico, opta-se maioritariamente pelo uso de ácido fosfórico. Neste caso é aconselhável que se adicione entre 0,1 e 0,4% em massa de ácido ao óleo (Allen, et al., 1982).

⁴ 10-20% de água por cada vez.

Perda de óleo e quebra - A perda de óleo, ou quebra como habitualmente se designa, é economicamente prejudicial visto que o óleo neutralizado tem um valor superior às massas retiradas da refinação do óleo. A quebra de óleo é devida à conversão de ácidos gordos em massas e pelo arrastamento do óleo pelas massas de refinação (Chumsantea, Aryasuk, Lilitchan, Jeyashoke, & Krisnangkura, 2012). Este valor pode ser calculado através da equação 2:

$$\% \text{ quebra} = \frac{\text{Massas retiradas da neutralização}}{\text{Óleo no início}} \times 100 \quad (2)$$

Sendo também um critério a ter em conta no que toca à qualidade do óleo, à que salientar a humidade e emulsões, que são sistemas dispersos onde estão presentes dois líquidos imiscíveis ou parcialmente imiscíveis. Em qualquer emulsão existe uma fase aquosa e uma fase orgânica, designada por “óleo”. Podem existir dois tipos de emulsões óleo-em-água e água-em-óleo (Nunes, 2009).

2. Descrição do processo da Oleotorres

2.1. Descrição geral dos processos da fábrica

O processo de recuperação de óleos alimentares usados na unidade industrial da *Oleotorres*, sita na Zona Industrial de Torres Novas, começa muito antes dos óleos alimentares usados entrarem na fábrica. Este é iniciado nos restaurantes, onde os recolhedores da *Oleotorres* procedem à recolha do óleo alimentar usado, que é acondicionado em barricas e posteriormente transportado para a fábrica, para aí ser descarregado. As barricas são recipiente em plástico, de capacidades variáveis, que podem ser 30, 50, 55 ou 65 L. A recolha pode ainda ser feita por empresas que se dedicam à atividade de recolha dos óleos usados e posteriormente fornecem à Oleotorres.

Após a chegada à fábrica, as barricas onde o óleo é transportado são despejadas num depósito próprio para o efeito, depois de se proceder à pesagem de cada barrica. Nesta etapa do processo existe uma grelha que separa as impurezas de maior dimensão do óleo, sendo este de seguida bombeado para decantadores, onde é aquecido a uma temperatura de cerca de 70 a 80 °C. Numa etapa seguinte o óleo usado passa por um processo de decantação, onde a eventual fração aquosa e uma grande percentagem de impurezas são removidas pelo fundo dos decantadores (visto que a água e a maiorias das impurezas usualmente presentes têm uma densidade superior à dos óleos alimentares usados).

É muito importante salientar que a humidade de um óleo ou de gorduras pode estar presente em emulsões pelo que é muito difícil a sua retirada pelo seu aquecimento. Os resíduos que saem pelo fundo do decantador, na sua grande maioria água, impurezas, e ainda uma pequena quantidade de óleo, vai ser encaminhado para outro decantador onde ficará mais tempo em repouso para que algum óleo residual seja aproveitado. Mas, muitas vezes este óleo sofre um aumento de acidez devido à sua degradação, por estar em contacto com estas impurezas, água, luminosidade e própria degradação devido a alterações da temperatura a que já foi exposto (Rocha & Almeida, 2014).

Após este processo de decantação é retirada uma amostra ao OAU no fundo do decantador e o mesmo é analisado. Caso cumpra os requisitos necessários ao seu tratamento é encaminhado para um depósito de armazenamento. De salientar que normalmente juntam-

se óleos com características parecidas, de forma a se obter um lote com características controladas, nomeadamente a acidez, humidade e impurezas. Nesta altura é muito importante obter o apuramento do óleo (média feita entre o volume registado no decantador e o volume registado pelo medidor do tanque), para que assim possam ser feitos os pagamentos à entidade que recolhe o OAU. Este óleo pode assim ser comercializado, caso esteja nos parâmetros desejados pelo cliente. Contudo, podem-se obter outro produto destes óleos, como o óleo alimentar usado Refinado. Para isso este tem de ser encaminhado para a refinaria.

À parte do óleo alimentar usado a Oleotorres também valoriza outro tipo de gorduras, óleos e massas restantes de processos de refinação de outras de indústrias. Como tal, existem na fábrica outros processos de fabrico.

No caso das massas (sabões retirados da neutralização de óleos ou gorduras), estas têm que ser “trabalhadas” com ácido sulfúrico de modo a que seja retirada a sua parte básica e que estas passem ao estado de gordura/óleo, ou seja, oleínas. De seguida o produto tem que passar por um período de decantação de modo a que destas massas sejam retiradas a água e impurezas que costumam estar presentes, visto que estas são retiradas do processo de refinação pelo fundo do tanque do neutralizador e assim arrastam muitas impurezas e ainda uma elevada quantidade de água. Este tipo de produto tem um valor comercial mais baixo, visto que é constituído pela parte “ácida” da gordura, ou seja, ao passar à fase óleo fica com uma acidez superior. Pelo que terá que ser armazenada em tanques diferentes. No final deste processo de fabrico ocorre geralmente a decantação de impurezas e água de pH muito baixo (cerca de 1). Esta água é encaminhada para a EPTARI (Estação de Pré-Tratamento de Águas Residuais Industriais) da Oleotorres.

O processo acima descrito está sumariamente representado no diagrama de blocos que consta na figura 1.

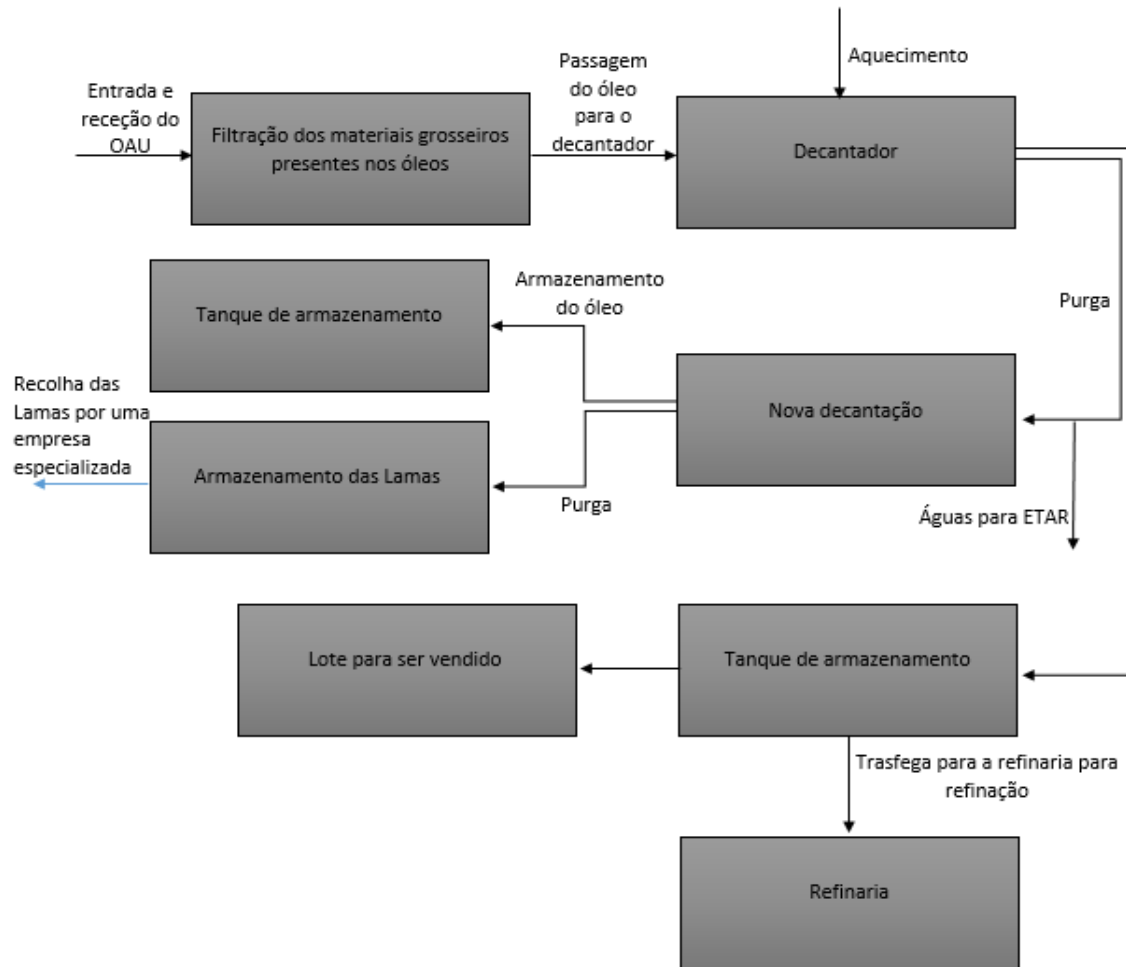


Figura 1: Diagrama do processo geral do processamento dos OAU na Oleotorres.

2.2. Descrição do processo na refinaria – processos-chave da refinaria.

A “refinaria” consiste numa área da fábrica da *Oleotorres* onde se processa a refinação de óleos e outros resíduos trabalhados nesta empresa.

Aqui o óleo, depois de sofrer as operações de tratamento identificadas na secção anterior, é neutralizado. Para tal, o óleo é aquecido com agitação, a uma temperatura entre 70 e 98°C, num tanque designado na fábrica como neutralizador. Nesta operação procede-se previamente à recolha de amostras para determinação da acidez, da humidade e do teor em impurezas do mesmo, para assim ser possível saber a soda (16,7%) a ser adicionada. A quantidade de soda é calculada a partir da fórmula 3:

$$Soda (L) = Peso (Kg) \times Acidez \times 0,0085 \times 1,1 \quad (3)$$

Após se saber o valor de soda a adicionar, procede-se à adição da mesma para assim se obter um produto final com a acidez desejada. Após a adição da soda, deixa-se reagir com agitação durante cerca de 30 minutos, procedendo-se de seguida à adição de salmoura, cuja quantidade (em volume) corresponde a cerca de 30% da soda adicionada. Após a adição da salmoura continua-se a agitação durante cerca de mais 15 minutos e por fim, para-se o agitador e deixa-se o produto a repousar durante cerca de 24h. Após esta fase de repouso, é retirada uma amostra no topo do depósito, para se proceder à análise da acidez. Caso a acidez tenha valores desejados, procede-se à remoção da água e das massas que se encontram no fundo do tanque (tanque com fundo cónico). Após serem retiradas estas massas, as águas e as impurezas que possam ainda estar no óleo, é necessário proceder a uma lavagem do produto, pois existem muitos sabões em suspensão nesta solução orgânica. Como tal, esta solução volta a ser aquecida a uma temperatura de cerca de 95 °C, enquanto se adiciona água (cerca de 5% do peso total, normalmente cerca de 200 litros). Após um período de repouso de algumas horas retira-se a água do fundo (que terá sabões dissolvidos na mesma). Esta água costuma ter uma cor intensa na primeira lavagem. O produto terá que passar por várias lavagens, até a água do fundo sair transparente, só aí o óleo não terá sabões, e estará em condições de passar à próxima fase do processo, a Secagem.

Na figura 2 apresenta-se uma fotografia de um dos tanques de neutralização existentes na refinaria.



Figura 2: Um dos três tanques neutralizadores da refinaria.

O óleo neutralizado é encaminhado para o secador, onde em agitação irá ser levado a uma temperatura superior a 100 °C e submetido a vácuo durante cerca de uma hora, para assim se retirar a humidade que o óleo tenha. No final de o óleo estar seco, é necessário verificar se este ainda possui sabões em suspensão (no laboratório a análise realizada é qualitativa). Caso este ainda tenha sabões que não foram retirados nas lavagens, adiciona-se cerca de 0,25% em peso de ácido fosfórico, para este reagir com os sabões, levando assim a que sejam libertados os ácidos gordos responsáveis pela formação dos sabões e água.

Depois desta etapa submete-se o óleo a um novo processo de secagem, onde no final deste se procede ao controlo da humidade ainda presente, da existência de sabões e ainda da acidez (a adição de ácido fosfórico provoca geralmente um aumento na acidez do produto

em cerca de 0,1-0,2%). Caso os parâmetros analisados se encontrem dentro dos valores desejados (humidade $<0,2\%$ e acidez $<1\%$), procede-se à adição de terras de branqueamento, cerca de 2% em massa do total do óleo. No final desta adição, o óleo é de novo levado a vácuo durante cerca de 30 minutos para retirar alguma água que resulte da reação do óleo com as terras, e de seguida o óleo é encaminhado para um filtro.

Na figura 3 está presente o secador/branqueador utilizado na refinaria.



Figura 3: Secador/Branqueador da refinaria.

No filtro são retiradas as terras e as impurezas que o óleo possa ter. Inicialmente o óleo é colocado em circuito fechado até o sistema estabilizar, período em que o filtro está a reter as terras quase na sua totalidade e não há passagem das mesmas juntamente com o óleo, conseguindo-se assim um óleo cristalino, sem impurezas ($<0,5\%$), sem humidade ($<0,1\%$) e com baixa acidez ($<1\%$). O óleo filtrado é encaminhado para um depósito de armazenamento, até ser utilizado num lote de outro produto, ou ainda ser vendido tal como está.

Na figura 4 apresenta-se uma fotografia do filtro da refinaria.



Figura 4: Filtro da refinaria onde o óleo e gordura são filtrados.

As gorduras (outro tipo de resíduo tratado na *Oleotorres*) podem também ter que passar por um processo de refinação. Contudo, muitas vezes neste caso é apenas necessário que se faça o branqueamento das mesmas, para que fiquem em condições de serem utilizadas como matéria-prima noutras indústrias. Assim, a gordura vai passar por um processo parecido com o que é realizado na refinação dos óleos, tendo que ser primariamente neutralizada (ao ser neutralizada vai fazer com que perca a sua tonalidade mais escura). Deve-se referir que geralmente se reduz a acidez da gordura até cerca de 2%, tendo-se que ter em atenção a acidez inicial da mesma, para que não se verifiquem grandes quebras de reagentes no processo. Após neutralização, as gorduras são encaminhadas para o secador, onde vai ser retirada a humidade que tenha. Após secagem (<0,5% de humidade), é adicionado cerca de 1% em massa de terras de branqueamento, que vão fazer com que fique com uma cor mais branca. Após esta estar em agitação e em contacto com as terras durante cerca de uma hora, para também retirar alguma humidade que se forma ao adicionar as terras, a gordura vai passar a um filtro para remover as terras. De seguida é analisada. Caso tenha

as características desejadas é armazenada no depósito de armazenamento, onde serão feitos os lotes para serem vendidos posteriormente.

O processo de refinação da *Oleotorres* está representado no diagrama de blocos da figura 5.

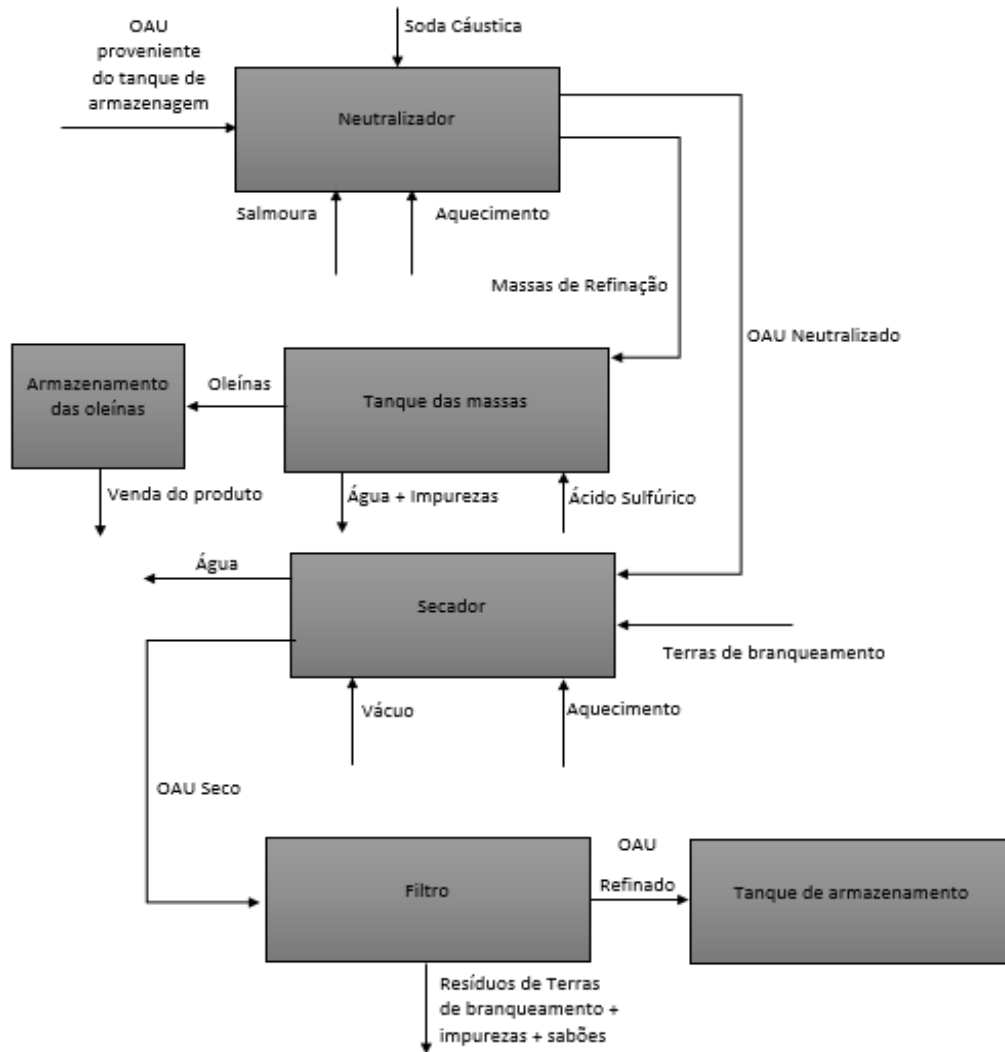


Figura 5: Diagrama do processo da refinaria.

2.3. Tarefas realizadas durante o estágio

No decorrer do estágio foram propostas várias tarefas, sendo elas, o acompanhamento do processo de refinação de óleos e gorduras:

- Controlo do processo;
- Controlo analítico das matérias-primas a serem trabalhadas;
- Verificação dos processos físicos e químicos a serem utilizados;
- Controlo dos produtos finais após o processamento;
- Armazenamento dos produtos refinados.

Para se proceder ao controlo da eficiência do processo de refinação dos OAU é necessário efetuar análises aos materiais à entrada, no decorrer e no final do processo. Na etapa inicial do processo é necessário verificar se os OAU recolhidos, depois de tratados na primeira etapa, apresentam as características adequadas para seguir para a refinação.

Durante a etapa de refinação é necessário verificar se os tratamentos físicos e químicos a que os óleos são submetidos estão a decorrer de forma eficiente, para que se tente manter uma elevada eficiência global do processo.

No final do processo de refinação é necessário verificar se o produto está dentro dos parâmetros pedidos (podem ser variáveis, ou seja, nem sempre é necessário ter os mesmos valores de acidez, humidade e impurezas). No caso de não estarem, ou são armazenados num tanque com produtos similares, ou volta a ser processado de novo de forma a poder ter as características necessárias.

Durante o estágio foram também realizadas outras tarefas, tais como:

- Acompanhamento da entrada e saída de produtos na fábrica, através da amostragem e controlo laboratorial dos mesmos;
- Amostragem da entrada de produtos, por vasilhame, cisternas ou unicubos;
- Amostragem da saída de produtos e análise anterior e posterior às cargas realizadas;

A amostragem é realizada para que esta se encontre o mais próximo possível do produto que é recebido, ou seja, no caso dos OAU à chegada ser armazenado numa cisterna, a amostragem é feita ao retirar o produto com uma sonda em todas as bocas superiores da mesma, nomeadamente em três pontos cada (em baixo, centro e em cima, conforme figura

6). É importante ter em conta o número de secções que a cisterna possui, ou seja, se tiver mais secções ou bocas ter-se-á de repetir este processo em todas elas.

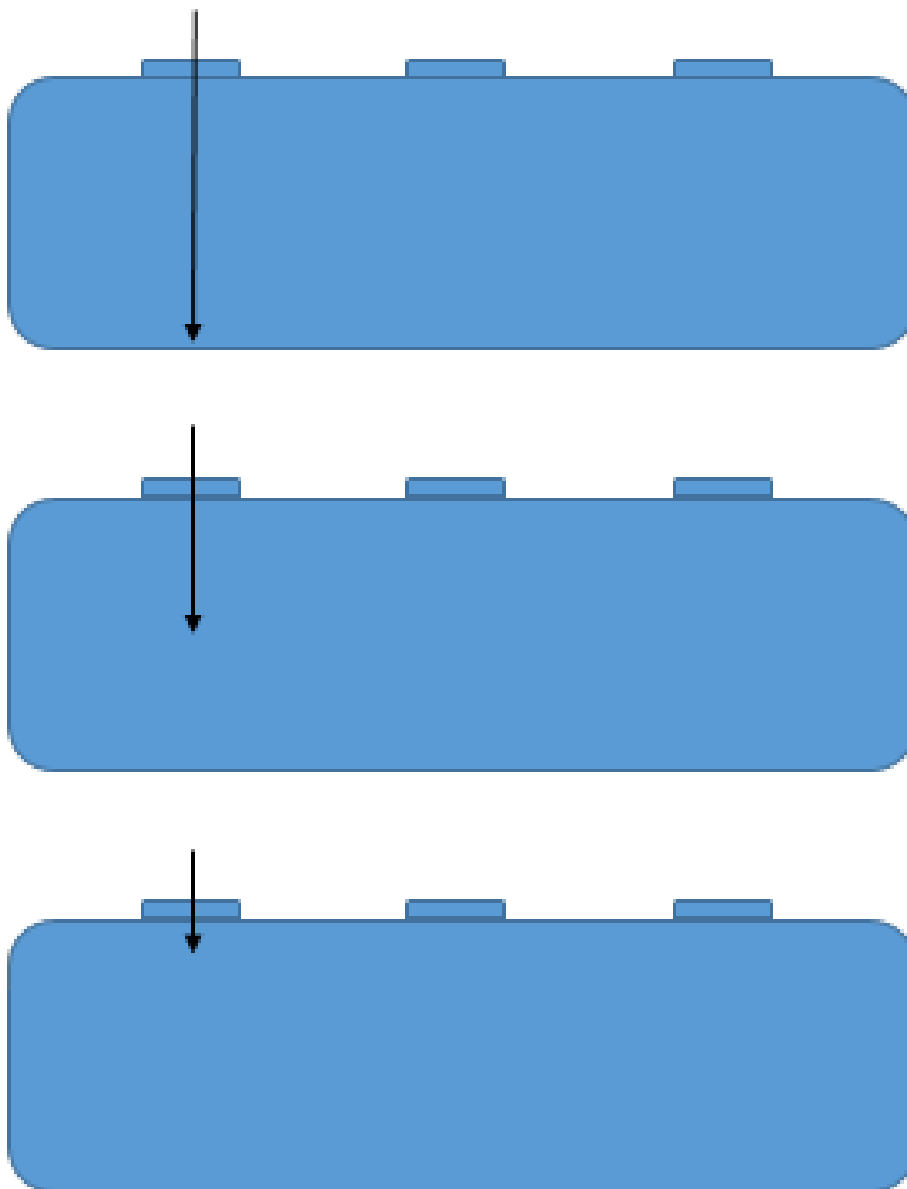


Figura 6: Esquema de amostragem de uma cisterna.

É também necessário verificar o fundo deste tipo de vasilhame, pois muitas vezes durante o tempo de transporte ocorre a decantação de água e impurezas, pelo que é necessário fazer uma purga e analisar a mesma para se garantir que não se armazena parte de materiais indesejados.

É ainda possível fazer uma amostragem durante a carga ou descarga, sendo que esta é realizada pela retirada contínua de produto através de uma torneira para um recipiente. Este tipo de amostragem só válido em caso de haver um caudal contínuo durante toda a carga ou descarga, e só deve ser utilizado caso já tenha sido tirada uma amostra anterior e se conheçam as características globais do OAU.

As atividades desenvolvidas neste estágio ainda incluíram: O Controlo dos efluentes líquidos da fábrica e sua proveniência e a operação da EPTARI da Oleotorres.

Os efluentes líquidos provenientes dos processos da fábrica ou de lavagens, têm que ser encaminhados para a EPTARI, para serem tratados de forma a estarem dentro dos parâmetros exigidos pelas Águas do Ribatejo, para que possam ser encaminhados para a ETAR municipal. Contudo, o tratamento destes efluentes começa antes de ser bombeado para a EPTARI. Ou seja, é necessário que estes efluentes líquidos possuam a mínima quantidade de gorduras em suspensão. Para isso, os efluentes, predominantemente constituídos por dispersão de óleos numa fase aquosa, passam por um separador de gorduras, onde à sua entrada são removidas por decantação as terras que estejam presentes nos efluentes.

De seguida, os efluentes são encaminhados para tanques separadores onde a gordura é separada da água por gravidade (caso o efluente fosse para a EPTARI no seu estado bruto inicial, iria baixar muito o rendimento do tratamento da mesma e iria aumentar em muito as lamas retiradas obtidas). Após passar por estes tanques a água residual chega a um último tanque onde é armazenada. Sempre que o tanque fica cheio, a menos de um volume de segurança, a água é bombeada para a EPTARI, pelo que esta funciona de forma descontínua. Os separadores têm que ter uma limpeza regular (no máximo de três em três meses), visto que apesar de não haver uma grande quantidade de gordura a sair nestes efluentes, há sempre alguma acumulação. Caso não fosse feita esta limpeza, verificar-se-ia uma redução da capacidade de retenção destas, provocando um possível arrastamento para a EPTARI que causaria uma degradação da qualidade das águas encaminhadas para a ETAR municipal.

Neste pré-tratamento consegue-se remover praticamente todo o material orgânico que se encontra presente nas águas residuais da Oleotorres, caso contrário este iria provocar problemas na ETAR municipal.

É necessário ter em conta a os conceitos teóricos do funcionamento da mesma, que vão ser definidos em seguida.

Coagulação-floculação - Este processo tem a finalidade de fazer a agregação de coloides em suspensão, para que estes fiquem com uma densidade suficiente para precipitar (num espaço de tempo útil), ou então ficarem elegíveis a serem devidamente filtrados. Pela remoção dos sólidos este processo retira turvação à água, cor (aparente), matéria orgânica natural e microrganismos.

Coagulação é a destabilização e transporte dos coloides, é promovido através da agitação da água, de modo a que ocorra a dispersão do coagulante. No que toca à floculação esta é aplicada ao processo de transporte, que permite a aglomeração das pequenas partículas em flocos, bem definidos, neste caso a agitação ocorre durante um maior período de tempo (Brito, Oliveira, & Peixoto, 2010).

Os coloides na sua grande maioria são óxidos metálicos, sulfuretos metálicos, corantes orgânicos, proteínas e argilas, sendo que existem algumas exceções, como amianto e alguns óxidos metálicos. Pelo que tendo cargas iguais, estes se repelem (Brito, Oliveira, & Peixoto, 2010).

Os coloides hidrofílicos que são o caso de amidos, gomas, resinas, proteínas e polielectrólitos são termodinamicamente estáveis, sendo este o resultado das interações entre a água e os grupos OH⁻ adsorvidos pelas partículas. Os coloides hidrofóbicos, como por exemplo metais finamente dividido, hidróxidos metálicos e sulfuretos metálicos, são termodinamicamente instáveis, contudo podem permanecer em suspensão devido a interações electrostáticas entre a superfície da partícula e a água (Brito, Oliveira, & Peixoto, 2010).

As partículas coloidais são constituídas por um núcleo central insolúvel e por uma dupla camada de iões. Nestas camadas as cargas electrostáticas superficiais, estabilizantes dos coloides, podem ser modificadas por variação da força iónica da água, o que leva a que possa ocorrer assim a coagulação (Brito, Oliveira, & Peixoto, 2010).

Esta desestabilização pode ser realizada de quatro formas, são elas:

- Compressão da camada dupla, em que as forças de repulsão electrostáticas diminuem devido à adição de eletrólitos que provocam a compressão da camada dupla, levando assim, ao favorecimento do choque entre as partículas. Desta forma mais iões em solução levam a que ocorra uma diminuição da camada difusa, necessária para manter a electroneutralidade. Esta opção não é praticável no tratamento de águas.
- Adsorção e neutralização da carga, ao adsorverem-se iões de cargas opostas, fortemente carregados, leva a que ocorra uma diminuição do potencial no limite da camada fixa, através das interações coagulante-coloide, coagulante-solvente e coloide-solvente por ligações químicas.
- Inclusão num precipitado em que os coloides são colocados numa rede onde há uma elevada concentração de coagulante e conseqüentemente ocorre uma rápida precipitação.
- Adsorção e formação de pontes entre partículas consiste na formação de complexos, partícula-polímero-partícula, como tal são utilizados polímeros sintéticos que possam atuar em pontos da superfície do coloide.

Assim, como é possível observar, a desestabilização dos coloides é feita através da adsorção das espécies coagulantes e neutralização das cargas (pela inclusão de precipitados hidróxidos ou carbonatos metálicos).

Na adição do coagulante é necessário ter em atenção não adicionar mais do que a quantidade necessária, caso contrário pode ocorrer uma restabilização do sistema com o conseqüente aumento da turvação da água (Brito, Oliveira, & Peixoto, 2010).

Após a adição de coagulante e passarmos à fase de coagulação, temos a adição de floculante, que vai aglomerar as partículas de modo a formar flocos de matéria orgânica.

Com o arejamento os flocos vão ser arrastados para cima de modo a que as lamas sejam separadas da água e assim se formem duas fases (Brito, Oliveira, & Peixoto, 2010).

A Carência Química de Oxigénio (CQO, ou COD em inglês), é uma medida de oxigénio equivalente à fração orgânica de amostra que é suscetível a ser oxidada por um oxidante químico enérgico (Duarte & Freire, 2008-2009).

Para garantir o melhor desempenho da EPTARI é necessário realizar um acerto de pH do efluente entre 5,5 e 8, proceder à adição de coagulante e à posterior adição de floculante. O equipamento principal da EPTARI consiste num flotador. Neste equipamento ocorre um arejamento a partir do fundo, para que as lamas formadas pelo efeito do coagulante e do floculante sejam impulsionadas para a superfície da fase líquida, onde são retiradas pelas pás do equipamento na sua parte superior. As lamas serão posteriormente submetidas a um processo de recuperação, para assim se aproveitar uma parte de gordura que estas possam ter, geralmente estas possuem cerca de 5% de gordura.

Neste ponto é ainda de salientar o facto de ser necessário controlar o CQO, os SST (sólidos suspensos totais) e ainda os ST (sólidos totais). As águas só podem ser descarregadas na rede municipal se tiverem um CQO inferior a 1000 mg/L (valor imposto pela empresa que recebe as águas a serem tratadas na ETAR municipal). Caso contrário, a água será colocada em recirculação, até esta possuir as características necessárias para poder ser libertada. Caso não chegue a este ponto, esta terá que ser recolhida por uma empresa especializada. O controlo feito às águas é anotado regularmente, para assim existir um registo das características dos efluentes libertados. Existe um maior controlo interno no pH e no CQO da água libertada, enquanto os outros parâmetros de qualidade da água são analisados de mês a mês por uma empresa especializada.

Na figura 7 está representado o diagrama de blocos do percurso das águas da fábrica.

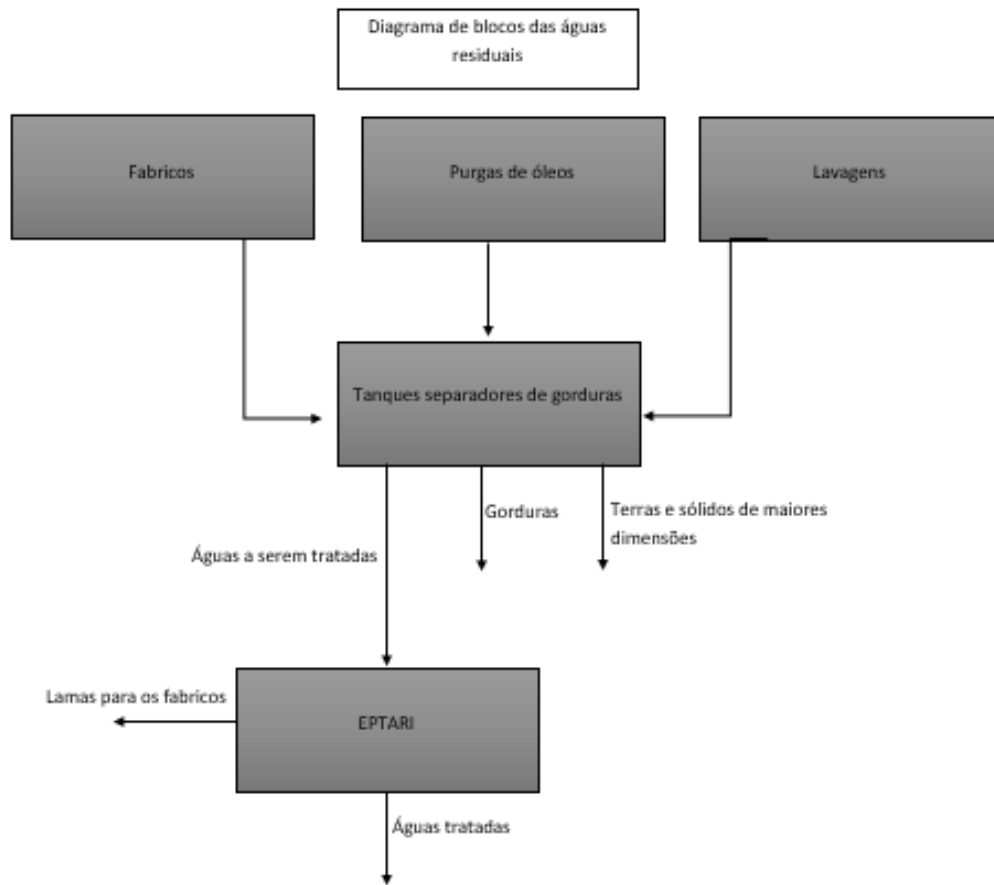


Figura 7: Esquema que representa a origem e os fluxos dos efluentes líquidos da fábrica.

Durante o estágio também se relevaram as operações de manutenção de equipamentos envolventes no processo. A manutenção é essencial para garantir o funcionamento eficiente do processo, pelo que é necessário garantir que todos os equipamentos estejam nas devidas condições, evitando-se problemas de operação, ou que os mesmos avariem e causem interrupções dos processos. Nessas situações originam-se perdas e demoras que causam o agravamento do nível de custos, ou que originam custos muito mais elevados da manutenção corretiva de equipamentos (reparação). Como tal, na Oleotorres existe uma política de qualidade que engloba esta área. Assim, existem vários documentos junto a cada equipamento, ou nas proximidades, para que haja um registo de manutenção periódica, ou passos a serem realizados, para evitar danos nos equipamentos. Aqui encontram-se ainda registados o espaço de tempo em que cada processo de manutenção/verificação deve ser

feito. Como tal é necessário que haja uma verificação de tais mapas, de modo a verificar se cada equipamento está a ser alvo da sua devida manutenção por parte do operador, ou ainda, se está a ser feito o devido registo pedido. Caso contrário é necessário reportar a situação, de forma a serem tomadas medidas com a finalidade da situação ser regularizada, de forma a salvaguardar o bom funcionamento de equipamentos e processos. A verificação destes mapas fez também parte das atividades desenvolvidas no estágio.

No laboratório são realizadas várias análises: às matérias-primas processadas na fábrica; aos produtos dos processos; às águas das geradoras; às águas afluentes e efluentes à EPTARI; e ainda aos produtos recebidos ou vendidos.

Estas análises são de elevada importância pois permitem efetuar o controlo sobre vários pontos no processo e ainda verificar o bom funcionamento dos vários equipamentos existentes na fábrica. É assim possível agir antes dos mesmos se danificarem. As análises efetuadas durante o processo facilitam a tomada de decisões sobre a gestão da produção. No caso de produtos recebidos ou enviados, as análises permitem garantir que se está a processar o produto de acordo com o pretendido pelos clientes da Oleotorres. Existem vários parâmetros a serem analisados e que têm uma elevada importância:

- Nos óleos determina-se a acidez, a pureza e ainda a humidade; No caso de se tratar de óleos refinados é também muito importante proceder-se à análise dos sabões (análise qualitativa); Nas gorduras é importante analisar-se a humidade, impurezas e, consoante as situações, a acidez e ponto de fusão das mesmas;
- Nas águas da geradora de vapor (produz vapor para os vários processos da fábrica), descalcificadora (trata as águas que entram para a geradora, de modo a estas não estarem tão “duras”) e ainda do depósito que alimenta a geradora, é necessário fazer um controlo de dureza para os três locais, e proceder ao controlo de condutividade e do teor de sulfitos no caso da geradora; Neste caso temos um tipo de análise preventivo, que leva a que haja um controlo na geradora de modo a que se possam evitar avarias na mesma;

- Nos afluentes e efluentes da EPTARI, em que nestas águas é necessário verificar se o funcionamento da EPTARI é o adequado, e se esta está a retirar a matéria orgânica e os sólidos com a eficiência pretendida; É também importante ter uma noção do que ocorre antes da EPTARI, pelo que se procede de forma regular à análise da água em vários pontos da fábrica, para assim haver um melhor conhecimento da proveniência da maior carga de poluente e evitar que as águas dessas zonas estejam o menos tempo possível estagnadas, para que não ocorra degradação biológica; Nas análises realizadas à água, procede-se à determinação do SST, ST e CQO, e ainda à medição do pH.

Os procedimentos de recolha de amostras, e a sua análise, foram efetuados de forma regular e frequente ao longo do estágio.

Na tabela 1 procede-se ao resumo das atividades realizadas durante o estágio, e que foram acima enumeradas.

Tabela 1: Tarefas realizadas durante o estágio.

Principais atividades realizadas
Controlo do processo.
Controlo analítico das matérias-primas a serem trabalhadas.
Verificação dos processos físicos e químicos a serem utilizados.
Controlo dos produtos finais após o processamento.
Armazenamento dos produtos refinados.
Acompanhamento da entrada e saída de produtos na fábrica, através da amostragem e controlo laboratorial dos mesmos.
Amostragem da entrada de produtos, por vasilhame, cisternas ou unicubos.
Amostragem da saída de produtos e análise anterior e posterior às cargas realizadas.
Controlo dos afluentes da EPTARI.
Controlo da EPTARI e seus efluentes.
Controlo da manutenção dos equipamentos.
Retirada de amostra das águas da+B3:B13 geradora.
Desenvolvimento do estudo das quebras e custos da refinaria.

2.4 Proposta do estudo a realizar durante o estágio

Além das tarefas regularmente desenvolvidas, descritas na secção anterior, foi proposto pela empresa a realização do estudo às quebras de óleo no processo de refinação, e a tentativa de apuramento dos custos consequentes dessas perdas. Nos capítulos seguintes vão ser apresentados os resultados dos valores analisados no processo da refinação do óleo, a discussão dos mesmos resultados e ainda propostas de possíveis melhorias a aplicar no processo.

3. Atividades práticas

3.1. Recolha de dados e amostragem

Como já foi dito anteriormente, durante o processo foi necessário retirar amostras em pontos-chave de modo a ser possível efetuar o adequado controlo do mesmo, e ainda para ser possível fazer um estudo detalhado no que toca às quebras na refinação do óleo.

É assim muito importante ter em conta os locais de retirada de amostras e os momentos em que têm que ser retiradas, pois amostragem indevida pode levar a erros que podem afetar a qualidade do produto final. Como tal, há que definir os pontos de amostragem no processo de refinação.

Assim, tendo em conta o processo de refinação, procede-se a uma amostragem antes da neutralização. Para tal é necessário obter-se uma amostra que seja representativa do óleo que está dentro do neutralizador. As análises realizadas incluíram a determinação da acidez do óleo, para se conhecer a percentagem que tem que ser reduzida, e ainda a determinação da humidade e do teor em impurezas, visto que aquela percentagem vai ser muito importante para apurar o valor da quebra, pois irá dar-nos um valor de quebra que não afeta os custos finais de refinação. Desta forma a amostra tem que ser retirada no topo do neutralizador (1), estando o mesmo em agitação.

Após a neutralização, e depois de deixar o óleo em repouso, procede-se a uma retirada de amostra na parte superior do reator e sem agitação (2), para se apurar a acidez com que este ficou, de modo a ser possível decidir se o processo pode prosseguir, sendo os outros parâmetros para já indiferentes. De seguida, procede-se à lavagem do óleo, sendo necessário verificar se o óleo possui sabões. Contudo, esta amostragem irá ser retirada à altura da torneira de carga (3) (local onde o óleo irá ser retirado para ser transferido para o secador). De salientar que somente vale a pena realizar esta análise após cerca de três lavagens ao óleo neutralizado, pois só nesta altura podemos garantir que uma grande parte dos sabões foi retirada. Neste ponto não é de grande relevância o óleo ter sabões, pois se estes ainda persistirem vão ser retirados posteriormente quando o óleo é tratado no secador com ácido fosfórico.

Ao ser transferido para o secador, o óleo neutralizado passa por um processo de secagem e após permanecer no secador em agitação durante o tempo de secagem definido, é retirada uma nova amostra (4). Nesta etapa avalia-se de novo a existência de sabões, e, caso existam, adiciona-se ácido fosfórico em quantidade adequada. Caso contrário, adicionam-se as terras, e procede-se a novo período de secagem. Terminado este novo período de secagem volta-se a retirar uma amostra (5), de modo a ser possível verificar a existência de humidade. No caso de não haver humidade, procede-se à filtragem do óleo. Inicialmente a filtragem é realizada em circuito fechado. Após o sistema estabilizar e o filtro estar a remover as terras, ao não deixar que ocorra a passagem das mesmas juntamente com o óleo, retira-se uma última amostra no filtro (6). Esta amostra serve para verificar todos os parâmetros anteriormente analisados, de modo se garantir a garantia a conformidade do produto final.

Nas figuras 8 a 9 representam-se os pontos de amostragem. Na tabela 2 indicam-se os pontos de amostragem, as análises a efetuadas e os valores de referência para os resultados das análises.

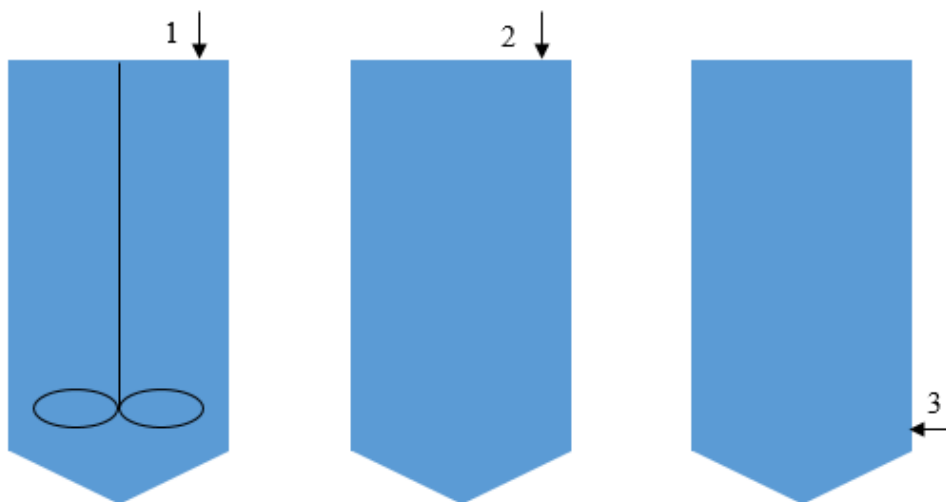


Figura 8:Esquema de retirada de amostras no neutralizador.

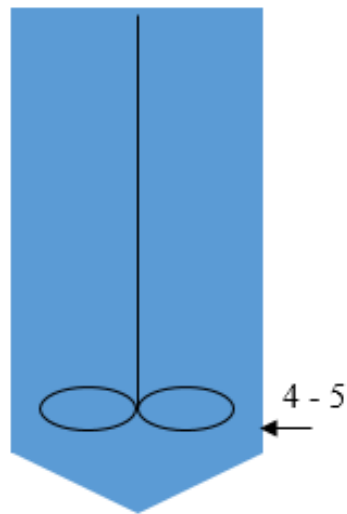


Figura 9:Esquema de retirada de amostras no Secador.

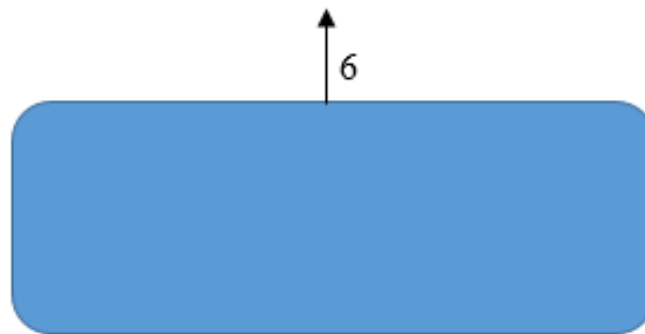


Figura 10: Esquema de retirada de amostra do filtro.

Tabela 2: Pontos de amostragem, valores a serem analisados e resultados aceitáveis em cada ponto.

Amostras	Acidez	Sabões	Humidade	Impurezas
1	>1,1	Não analisado	Indiferente	Indiferente
2	1,0	Não analisado	Não analisado	Não analisado
3	Não analisado	+/-	Não analisado	Não analisado
4	Não analisado	+/-	Não analisado	Não analisado
5	<1,0	-	<0,5	Não analisado
6	<1,0	-	<0,5	<0,5

3.2. Resultados Obtidos

É necessário ter em conta que existem valores que foram definidos como valores padrão, ou seja, são estimativas, como por exemplo do custo de vapor, visto que na maioria das vezes processam-se óleos com temperaturas iniciais que não variam muito de neutralização para neutralização, e que a temperatura final é sempre a mesma (pois existem electroválvulas nos neutralizadores que limitam a continuação do aquecimento do óleo). Temos ainda a matéria gorda das massas, em que estas foram analisadas inicialmente, de modo a obter-se um valor padrão (65%).

O tempo de funcionamento das bombas, que vai influenciar nos custos elétricos, também foi mantido, visto que na grande maioria dos casos o óleo é retirado do mesmo local, salvo algumas exceções, em que o óleo vem tanques diferentes. Desta forma, os dados de maior importância retirados do processo foram a acidez inicial e final, a quantidade de óleo no início e no final da refinação, o tempo de laboração, e os reagentes utilizados no processo. De salientar que as oleínas retiradas do fabrico das massas de refinação do OAU são aproveitadas e são uma atenuante no custo final do OAU refinado. Foi também efetuado a estimativa dos custos de secagem e de filtração, através da média dos custos de 3 secagens e filtrações, tendo em conta que geralmente se gasta um saco de terras de 3 em 3 filtrações. Usou-se este valor médio para cada neutralização. Podendo assim no final obter-se o custo total de refinação.

Para o estudo realizado é bastante importante analisar a acidez inicial de cada lote, visto esta ser um dos parâmetros de qualidade mais importantes no óleo refinado, tendo-se procedido ao estudo da sua variação ao longo do processo de refinação.

Para a obtenção dos resultados dos custos de produção e das quebras, foi necessário proceder ao estudo de vários parâmetros. Para o efeito utilizou-se uma folha de cálculo (Excel 2013), de modo a organizar os dados e facilitar a sua interpretação e discussão.

De seguida vão ser apresentadas as equações utilizadas no cálculo dos custos de refinação.

Os custos principais associados à etapa de neutralização consistem no valor da soda, dado pela equação 4, e no consumo de salmoura, dados pela equação 5.

$$\text{Custo de Soda (16,7\%)} = \frac{\text{Soda adicionada (L)} \times 0,32\text{€/L}}{\text{Porcentagem da soda antes de ser diluída a 16,7\%}} \quad (4)$$

$$\text{Custo do Salmoura(€)} = \text{Volume de Salmoura adicionado(L)} \times \text{\% Sal na água (em massa)} \times 0,96\text{€/Kg} \quad (5)$$

$$\text{Custo elétrico durante a neutralização(€)} = \frac{0,23\text{€}}{\text{Kwh}} \times \text{Tempo(h)} \times \text{Potência do agitador(Kw)} \times \sqrt{3} \times \cos \varphi \quad (6)$$

O $\cos \varphi$ considerado é 0,8, valor padrão para motores trifásicos (unknown, 2015)

$$\text{Custo de Laboração(€)} = \frac{12\text{€}}{h} \times \text{duração da neutralização(h)} \quad (7)$$

$$\text{Custo de vapor(€)} = \frac{0,64\text{€}}{\text{min}} \times \text{Tempo de aquecimento total(min)} \quad (8)$$

O custo devido à perda de matéria-prima está presente na equação 9.

$$\text{Perda de M.P. (€)} = \frac{450\text{€}}{\text{ton}} \times \left(\frac{(\text{óleo no início (Kg)} - \text{óleo no início(Kg)} * (\text{\%Hum.} + \text{Imp.})) - \text{Óleo no fim (Kg)}}{1000} \right) \quad (9)$$

O valor das oleínas está associado a uma atenuante no custo total de refinação, sendo esta equação a seguinte.

$$\text{Valor das oleínas} = \frac{200\text{€}}{\text{ton}} \times \text{Perda de massas (Ton)} \times \text{\%mat. gorda das massas} \quad (10)$$

$$\begin{aligned} \text{Custo total da neutralização}(\text{€}) = & \text{Custo de Soda}(\text{€}) + \text{Custo de Salmoura}(\text{€}) + \\ & \text{Custo elétrico}(\text{€}) + \text{Custo de laboração}(\text{€}) + \text{Custo de vapor}(\text{€}) - \\ & \text{Valor das oleínas}(\text{€}) \end{aligned} \quad (11)$$

$$\text{Custo unitário da Neutralização} \left(\frac{\text{€}}{\text{ton}} \right) = \frac{\text{Custo da neutralização}(\text{€})}{\text{Óleo no final da neutralização}(\text{Ton})} \quad (12)$$

$$\frac{\% \text{ de quebra}}{\text{grau de acidez}(\%) } = \frac{\text{Perda em massa}}{\text{Acidez inicial}(\%) - \text{Acidez final}(\%) } \quad (13)$$

Os custos associados à secagem e à filtração podem ser definidos através da soma equação 18 das equações do custo de vapor (14), custo de laboração (15), custo elétrico (16) e custo médio das terras por filtração (18). Sendo que para o custo de vapor foi considerado 0,64 € por minuto de utilização e no custo de laboração considerou-se 12 € por hora de trabalho do operador.

$$\begin{aligned} \text{Custo de vapor}(\text{€}) = & \text{Tempo de aquecimento}(\text{min}) \times 0,64\text{€/min} \\ (14) \end{aligned}$$

$$\text{Custo de Laboração}(\text{€}) = \text{Tempo de trabalho}(\text{h}) \times \frac{12\text{€}}{\text{h de trabalho}} \quad (15)$$

$$\begin{aligned} \text{Custo elétrico}(\text{€}) = & \text{Tempo de agitação e bomba de vácuo}(\text{h}) \times \\ & \text{Potência do agitador e bomba de vácuo}(\text{Kw}) \times \sqrt{3} \times \cos \varphi \times \frac{0,23\text{€}}{\text{Kwh}} \end{aligned} \quad (16)$$

No custo das terras (equação 16), o valor das terras é de 1,5 € por quilograma.

$$\text{Custo das terras}(\text{€}) = \text{Terras adicionadas}(\text{Kg}) \times \frac{1,5\text{€}}{\text{Kg de terras}} \quad (17)$$

$$\text{Custo médio das terras por Filtração}(\text{€}) = \frac{\text{Custo das terras}(\text{€})}{\text{número de passagens}} \quad (18)$$

$$\begin{aligned} \text{Custo total de secagem e filtração}(\text{€}) &= \text{Custo de vapor}(\text{€}) + \\ &\text{Custo de Laboração}(\text{€}) + \text{Custo elétrico}(\text{€}) + \\ &\text{Custo médio das terras por Filtração}(\text{€}) \end{aligned} \quad (19)$$

Valor total do custo de refinação vai ser obtido através da soma dos custos da neutralização (11) e do custo total de secagem e filtração (18).

$$\begin{aligned} \text{Custo total de refinação}(\text{€}) &= \text{Custo total da neutralização}(\text{€}) + \\ &\text{Custo total da secagem e filtração}(\text{€}) \end{aligned} \quad (20)$$

Quanto ao custo unitário da refinação (equação 21) será obtido através da divisão do custo total de refinação pela quantidade de óleo refinado obtido no final.

$$\text{Custo unitário de refinação} \left(\frac{\text{€}}{\text{ton}} \right) = \frac{\text{Custo total de refinação}(\text{€})}{\text{Óleo no final (Ton)}} \quad (21)$$

Dadas as equações anteriores, exemplificam-se de seguida os cálculos efetuados para um lote de refinação:

Óleo no início = 8050 Kg;

Óleo no final = 7515 Kg;

Acidez inicial = 2,1 %;

Acidez final = 0,6 %;

H+I = 1%;

Soda (16,7%) utilizada = 160 L;

Horas de trabalho = 3h40m;

Tempo de trasfegas = 40 min;

Tempo de vapor = 120 min;

Quantidade de salmoura utilizada = 100 L.

Assim, o custo da neutralização será definido pela soma dos valores das equações 22, 23, 24, 25, 26 e 27, sem esquecer de subtrair a atenuante do valor das oleínas (28)

$$\text{Custo da Soda (16,7\%)} = \frac{160L \times \frac{0,32\text{€}}{L} \times 0,167}{0,5} = 17,1 \text{ €} \quad (22)$$

$$\text{Custo do Salmoura} = 100L \times 0,265 \times \frac{0,96 \text{€}}{Kg} = 25,44\text{€} \quad (23)$$

$$\text{Custo elétrico durante a neutralização} = \frac{0,23 \text{€}}{Kwh} \times 3,66 \text{ h} \times \frac{9 \text{ A} \times 220 \text{ V}}{1000} \times \sqrt{3} \times 0,8 = 4,2\text{€} \quad (24)$$

$$\text{Custo de laboração} = \frac{12 \text{€}}{h} \times 3,66h = 43,92 \text{ €} \quad (25)$$

$$\text{Custo de Vapor} = \frac{0,64 \text{€}}{\text{min}} \times 120 \text{ min} = 76,80 \text{ €} \quad (26)$$

$$\text{Perda de M. P.} = \frac{450 \text{€}}{\text{ton}} \times \left(\frac{8050 - (8050 \times 0,01) - 7515}{1000} \right) = 204,53 \text{ €} \quad (27)$$

$$\text{Valor das oleínas} = \frac{200 \text{€}}{\text{ton}} \times 0,4545 \times 0,65 = 59,08 \text{ €} \quad (28)$$

$$\text{Custo total da neutralização} = 17,1 \text{ €} + 25,44 \text{ €} + 4,2 \text{ €} + 43,92 \text{ €} + 76,80\text{€} + 204,53\text{€} - 59,08\text{€} = 312,91 \text{ €} \quad (29)$$

$$\text{Custo unitário de neutralização} = \frac{312,91\text{€}}{7,515 \text{ ton}} = \frac{41,64\text{€}}{\text{ton}} \quad (30)$$

$$\frac{\% \text{ de quebra}}{\text{grau de acidez (\%)}} = \frac{\frac{8050 - (8050 \times 0,01) - 7515}{8050}}{2,1 - 0,6} = 3,76\% \quad (31)$$

O custo da secagem e filtração (equação 37) será calculado pela soma das equações 32, 33, 34 e 36.

$$\text{Custo de vapor} = 30 \times \frac{0,64\text{€}}{\text{min}} = 19,20 \text{ €} \quad (32)$$

$$\text{Custo de Laboração (€)} = 1 \times \frac{12\text{€}}{\text{h de trabalho}} = 12 \text{ €} \quad (33)$$

$$\text{Custo elétrico (€)} = 3 \times 9 \times \frac{0,23\text{€}}{\text{Kwh}} \times 0,8 \times \sqrt{3} = 8,6 \text{ €} \quad (34)$$

$$\text{Custo das terras (€)} = 25 \times \frac{1,5\text{€}}{\text{Kg de terras}} = 37,5 \text{ €} \quad (34)$$

$$\text{Custo médio das terras por Filtração (€)} = \frac{37,5}{3} = 12,5 \text{ €} \quad (35)$$

$$\text{Custo total de secagem e filtração(€)} = 19,20 + 12 + 8,6 + 12,5 = 52,3 \text{ €} \quad (36)$$

Por fim obtém-se o valor total do custo de refinação através da soma da equação 29 e da equação 37.

$$\text{Custo total de refinação(€)} = 312,91 + 52,3 = 365,21 \text{ €} \quad (37)$$

$$\text{Custo unitário de refinação} \left(\frac{\text{€}}{\text{ton}} \right) = \frac{365,21}{7,515} = 48,6 \text{ €} \quad (38)$$

Assim esta refinação teve um custo de 48,6 € por tonelada de óleo alimentar usado, processado na refinaria. Este custo vai variar de refinação para refinação, visto que as condições de trabalho também não são sempre as mesmas.

A média total dos valores da acidez é próxima de 2,2%. Contudo, existem alguns picos de acidez em algumas neutralizações. Estes picos são prejudiciais para os rendimentos da neutralização, pois quanto mais graus de acidez é necessário reduzir, maior será a quebra da neutralização e maiores os custos associados. Na figura 11 indicam-se os valores da acidez inicial por refinação para os lotes estudados.

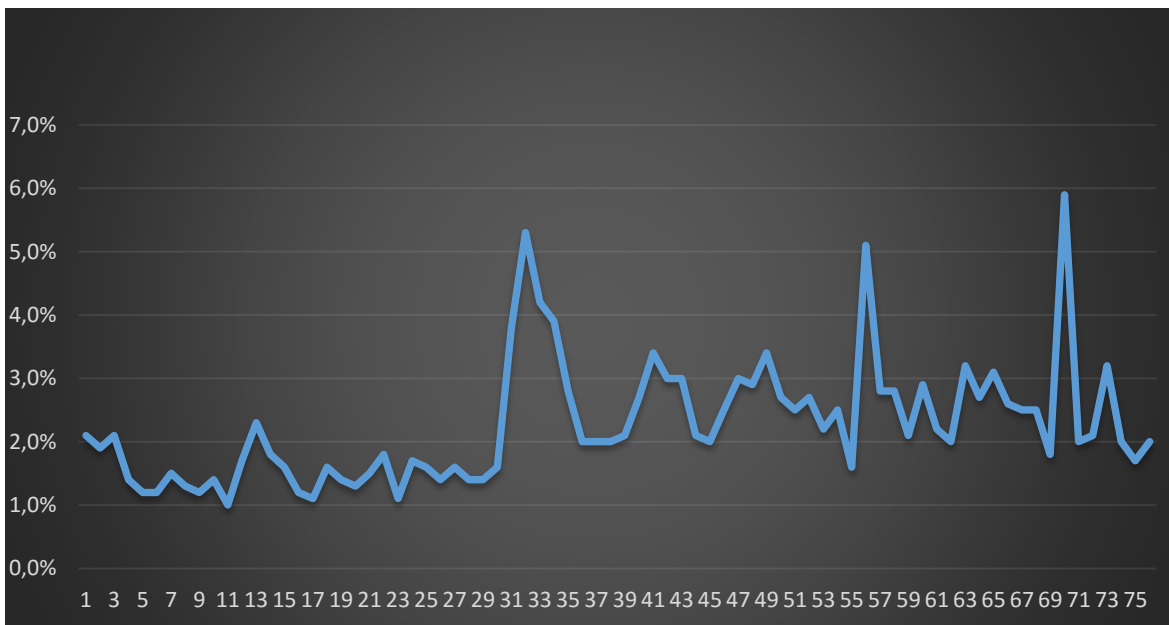


Figura 21: Acidez do óleo por cada neutralização realizada.

Há que salientar ainda a humidade (+) impureza inicial em percentagem, pois estas são indesejáveis no óleo alimentar usado refinado. Contudo apesar de serem removidos nas massas de neutralização, não podem ser contados como quebra de óleo, pois não é matéria gorda. Logo não representam agravamento dos custos. Pode ser bastante vantajoso utilizar óleos com maior percentagem de impurezas pois este processo facilita bastante a limpeza

destes óleos. Assim, na figura 12 estão presentes os valores da humidade e impurezas antes da neutralização.

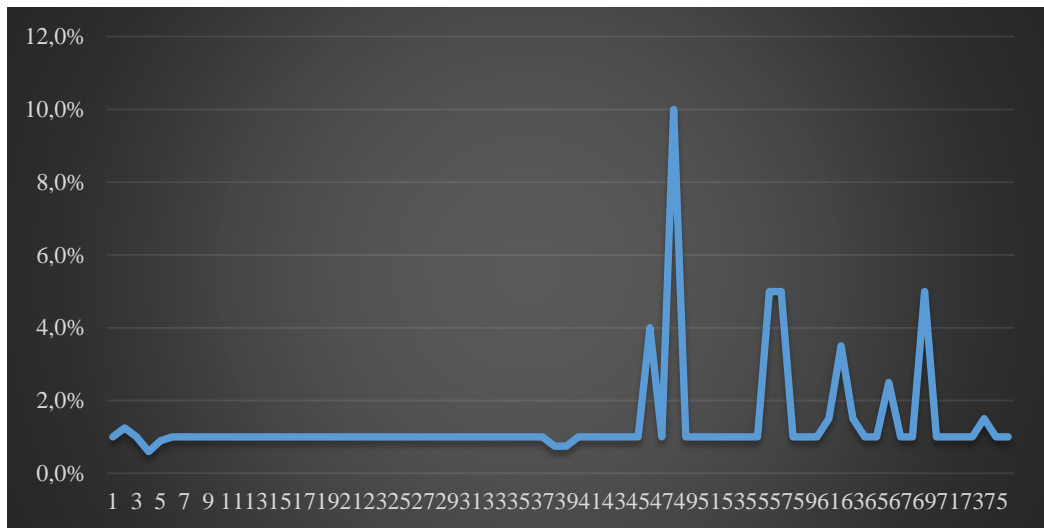


Figura 12: Humidade mais impurezas (%) de cada neutralização estudada.

Na análise às quebras de cada neutralização, verifica-se maior irregularidade (Figura 13), com a observação de diversos picos, o que se pode dever às poucas lavagens realizadas, o que leva a que a interface de óleo/massas seja maior no global e que por fim se acabe por arrastar uma maior quantidade de óleo aproveitável com as mesmas. Ao realizar-se uma quantidade maior de lavagens esta separação passou a ser feita mais gradualmente o que leva a que comecem somente a ser retirados os sabões e melhorem os rendimentos da neutralização.

Por fim na refinação é de salientar que não foi realizado o estudo do rendimento, visto que esse valor é inversamente proporcional ao valor das quebras – e não há grande interesse em estudá-lo, tendo em conta que, já foram estudadas as quebras de óleo.

Considerando todos os lotes estudados, o valor médio das quebras é de cerca de 3,3%.

Por fim, pretende-se analisar os custos de refinação, que são definidos pelo custo de todos os químicos adicionados, custos elétricos de todo o processo, custos de mão-de-obra e pelos valores atenuantes das oleínas aproveitadas a partir das massas de refinação. De

seguida está apresentado na figura 14 os custos de cada Neutralização. Verificou-se que o custo médio na operação de neutralização é de cerca de 43,51 €/ton.

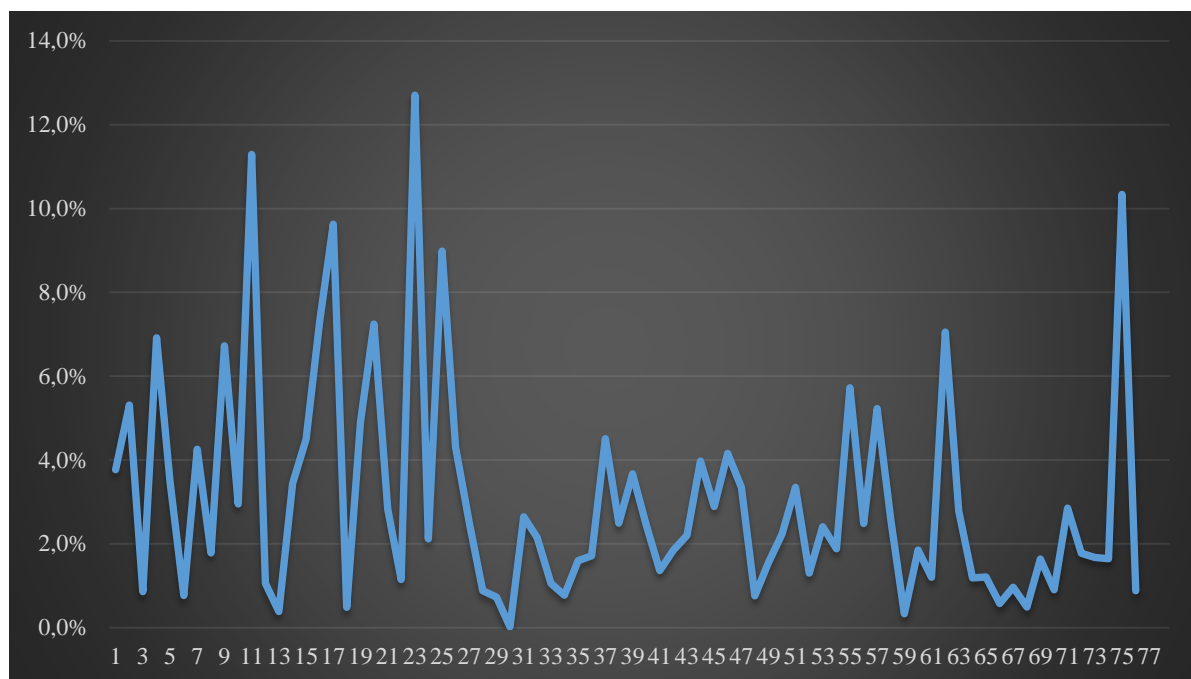


Figura 13: Quebra em percentagem de cada neutralização realizada.

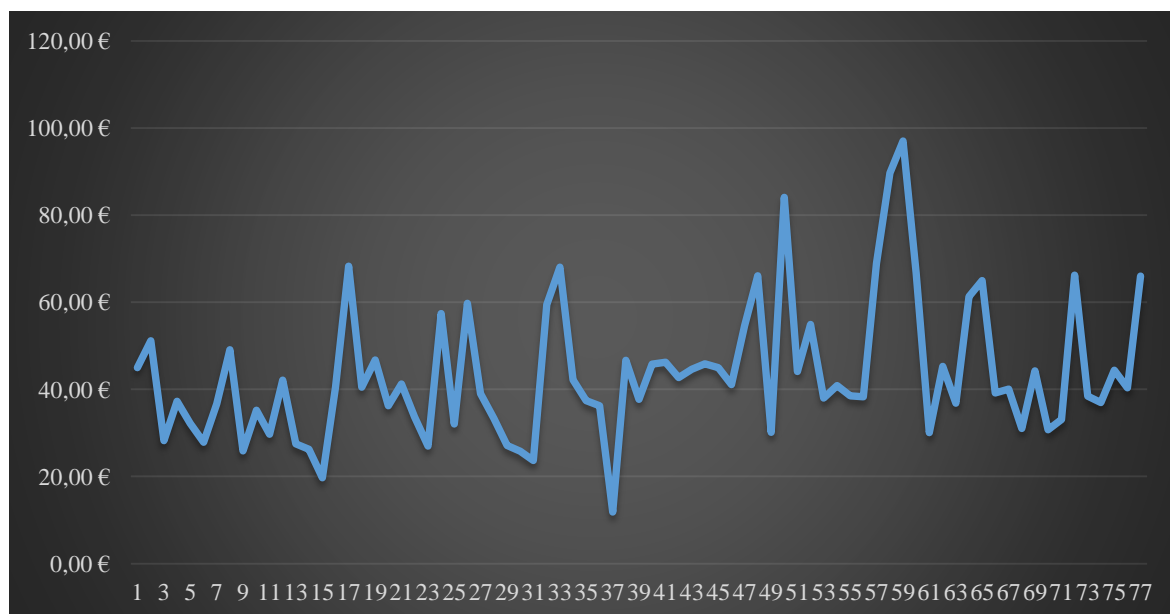


Figura 14: Custos de cada neutralização realizada.

Assim temos como custo final de refinação o valor médio de 48,74 €/ton.

3.3. Discussão de resultados

Pode verificar-se, pelos resultados expressos nos gráficos da secção anterior, que em algumas situações é possível referir uma relação significativa entre os parâmetros analisados, nomeadamente acidez vs custos de neutralização e ainda quebra vs custo. Conclui-se, ainda, que em certos pontos existe uma relação entre os valores, apesar de se verificarem pequenos picos em alguns casos.

Caso se considere, por exemplo, as neutralizações em que houve custos superiores, verifica-se também um pico de outros fatores. Por exemplo, no caso da refinação 32, existe um pico na acidez inicial do óleo, porque tendo como objeto de estudo um óleo com maior acidez, tem-se uma maior quantidade de óleo a ser convertido em massas, o que aumenta bastante o valor da matéria-prima desperdiçada. Veja-se ainda outro exemplo, no caso da refinação com um valor maior também na quebra de neutralização, a refinação número 75. Ao se verificar uma quebra maior, também vai ocorrer um aumento no custo da refinação. De salguardar que, no caso da humidade e impureza, estes fatores não se mostraram relevantes nos custos, uma vez que esta circunstância não afeta nem as quebras, nem os custos.

Podemos ainda considerar o fato de que ao reduzirmos ao máximo a perda de matéria-prima, podemos ter um custo de neutralização bastante inferior e conseqüentemente de refinação também, assim por exemplo, se a quebra fosse de 0% teríamos um custo médio de neutralização de 23,7 €.

4. Propostas de melhoria dos processos na refinaria

Para melhorar o processo de refinação do óleo, é possível atuar de vários modos, para que seja eventualmente possível baixar as quebras de óleos, que por sua vez aumentam os custos. Como tal, seria bastante vantajoso poder fazer-se o máximo possível de lavagens em cada neutralização de óleos, pois assim consegue-se por um lado aumentar a remoção de sabões do óleo, o que leva ainda a que não seja necessária uma posterior adição de ácido fosfórico. Isto permitiria igualmente reduzir o risco de aumentar a acidez mais do que é desejado, e por outro lado também é possível fazer deste modo uma separação melhor das massas do óleo neutralizado.

Como tal, poder-se-ia deste modo criar uma rotina de trabalho, que consistiria em manter todos os neutralizadores da refinaria em funcionamento simultâneo, pelo que aumentaria o tempo de repouso para lavagens de cada um dos neutralizadores. Como por exemplo, no caso de os 3 neutralizadores estarem a funcionar em simultâneo, poder-se-ia organizar períodos de funcionamento rotativo de 3 dias. Em que no primeiro dia se faria a neutralização no neutralizador 1, no segundo dia proceder-se-ia à neutralização do neutralizador 2, removiam-se as massas do neutralizador 1 e far-se-iam duas lavagens no mesmo. No terceiro dia neutralizava-se no neutralizador 3, retiravam-se as massas do neutralizador 2, fazendo de seguida duas lavagens ao mesmo e mais duas lavagens ao neutralizador 1. Por fim, no quarto dia retirava-se o óleo neutralizado do neutralizador 1 para secar e voltava-se a neutralizar no mesmo. E assim sucessivamente, podendo garantir deste modo pelo menos quatro lavagens em cada neutralização, sendo estas o número de lavagens aceitáveis para se garantir a mínima passagem de sabões ao processo seguinte, e ainda ter o mínimo de quebra possível por perda de óleo devido ao arrastamento com as massas.

No caso da adição do ácido fosfórico, para a retirada de sabões do óleo, seria bastante benéfico poder quantificar a quantidade de ácido fosfórico necessário. No caso de se usar óleo alimentar usado neutralizado com uma acidez igual ou superior a 0,8% corre-se o risco de que a acidez suba demasiado, e os valores máximos admitidos são 1,0% de acidez. Assim, a criação de um protocolo interno de medição da quantidade de ácido fosfórico para neutralizar os sabões em solução seria uma forma de resolver este problema.

A implementação de um processo contínuo também poderia tornar-se vantajosa, apesar de implicar investimento, certamente de montante significativo. Esta opção aparenta permitir um retorno rápido do investimento, pois os processos contínuos poupam em muito o tempo de trabalho e, como se verificou em cima, o custo do tempo de laboração é um dos processos que mais pesa no agravamento do custo do processo. Também este processo em contínuo iria evitar os problemas de sabões, pois este facilita a separação das massas do óleo e, em muitos casos, do processo o ácido fosfórico é adicionado por um doseador, o que leva a um maior controlo do ácido adicionado, levando a que não ocorra um aumento significativo da acidez do óleo neutralizado.

5. Elaboração do manual do filtro

Durante o estágio constatou-se que o filtro é um equipamento de elevado custo e requer um manuseamento bastante cuidado, não existindo um manual completo de operação do mesmo.

Decidiu-se proceder à elaboração de um manual, tendo como objetivo facilitar o manuseamento do filtro de refinação. A necessidade da elaboração deste manual deve-se ao facto de não estar provido de um manual de instruções e é de salientar ainda que este requer alguns passos chave que podem não ser perceptíveis a quem nunca tenha trabalhado ou não trabalhe regularmente com o mesmo.

O manual refere os passos necessários para uma correta manutenção deste equipamento e demonstra passo-a-passo todas as tarefas necessárias antes, durante e após a filtração do produto com que se está a trabalhar. São ainda salvaguardados os limites de pressão e a necessidade de manter temperaturas dentro de certos limites (evitar o maior desgaste do equipamento). Este manual é ilustrado, facilitando a compreensão da linguagem utilizada para a descrição de cada passo do seu funcionamento.

Assim é necessário um acompanhamento do mesmo no início, altura em que está a ser enchido com óleo/gordura (para funcionar corretamente tem que estar cheio), após estar cheio tem que ser colocado em recirculação até que o produto que esteja a sair da filtração esteja com as características pedidas. De seguida abre-se a canalização para o tanque de armazenamento de modo a que o óleo/gordura sejam devidamente armazenados.

Para o correto funcionamento do filtro, este não deve ter uma pressão no seu interior superior a 4 bares, caso contrário este corre o risco de que as placas de filtração sejam danificadas. Também à que ter em conta que o produto não deve entrar no filtro a uma temperatura inferior a 70-80 °C, caso contrário haverá uma maior dificuldade na passagem do óleo nas placas, o que pode aumentar o tempo de passagem ou até mesmo obstrução do mesmo. Temperaturas elevadas demais (> 110 °C), podem danificar a bomba que bombeia o produto para o filtro, que apesar de não estar incorporada no filtro também deve ser tida em conta, visto que o filtro não funciona sem possuir um equipamento de bombeamento.

Após se concluir a filtração, o filtro deve ser esvaziado, pelo que é utilizado ar pressurizado, de modo a que este retire o máximo óleo possível do seu interior. De seguida os restos de óleo serão escorridos do seu interior. O filtro deve fazer o número de filtrações suficientes até que a pressão no seu interior não supere os 4 bar. Quando a pressão no seu interior superar este valor durante uma filtração, a bomba que bombeia o óleo deve ser regulada. No final desta filtração deve-se abrir o filtro e limpar as placas com uma espátula, passando ao de leve, visto que estas são muito frágeis. Caso esta limpeza não seja suficiente é necessário proceder a uma lavagem das placas, que consiste na retirada das mesmas do seu interior e colocar as placas numa solução de lavagem quente, para que possam assim ser removidos os resíduos de terras, impurezas e sabões que estejam a obstruir as mesmas.

É muito importante ter em conta que não se devem colocar mais de dois sacos de terra (25 Kg cada um) por processo de filtração, caso contrário corremos o risco das terras ficarem em excesso no interior do equipamento e levar à danificação das placas de filtração.

O manual do filtro encontra-se no Anexo I

6. Conclusões

A recolha de óleos alimentares usados é uma mais-valia tanto a nível ambiental como económico, mas é ainda uma área em expansão em Portugal. A perceção, ao se desenvolver o estágio nesta área, é de que ainda existe um enorme caminho a percorrer, na consciencialização da sociedade para a necessidade de reciclagem deste tipo de resíduos, que apesar de não serem considerados resíduos perigosos, causam danos ambientais consideráveis. Ao reciclar os OAU está-se a contribuir tanto para a melhoria em aspetos ambientais, como a nível económico, pois permite obter um produto de relativo baixo custo e com diversas aplicações.

Todo o processo de limpeza de óleo é um processo relativamente de simples. Contudo, é bastante importante que este seja realizado de forma correta, pois o tratamento indevido dos óleos alimentares usados pode causar problemas nos processos posteriores de produção de produtos, ou ainda prejuízos nas suas vendas. Ao implementar processos de refinação é possível obter óleos de elevada qualidade e valor. Neste processo, verificou-se durante o trabalho que a etapa de neutralização é muito relevante. Os custos associados à neutralização dos óleos são uma parcela significativa dos custos totais com a refinação. O cálculo destes custos foi muito importante para compreender a vertente económica do processo, contribuindo para identificar em que etapas existe melhor desempenho, e principalmente, identificar aquelas em que se está a trabalhar menos bem, de modo a poderem ser aplicadas normas e procedimentos de melhoria das práticas de trabalho, ou ainda na melhoria dos equipamentos utilizados ou do seu uso.

A correta amostragem dos produtos tem que ser levada bastante em conta, pois ao ser mal realizada pode levar a falhas no processo. Falhas estas que podem implicar grandes prejuízos, na realização indevida de lotes para venda e ainda devido ao fato de se poder estar a contabilizar, por exemplo, matéria-prima no lugar de águas e impurezas.

A EPTARI apesar de ter sido pouco falada neste documento, é um ponto-chave do funcionamento da empresa, pois esta controla os efluentes libertados pela fábrica para o coletor da ETAR municipal. Sem um controlo devido neste equipamento corre-se o risco de estar a não cumprir as normas impostas, o que leva a problemas futuros com a entidade que

realiza o último tratamento destes efluentes, e podendo por em causa o licenciamento de funcionamento da empresa.

7. Bibliografia

- Allen, R. R., Formo, M. W., Krishnamurthy, R. G., McDermott, G., Norris, F. A., & Sonntag, N. O. (1982). Bailey's Industrial Oil and Fat products. Em R. R. Allen, M. W. Formo, R. G. Krishnamurthy, G. McDermott, F. A. Norris, & N. O. Sonntag, *Bailey's Industrial Oil and Fat products - Vol.2 Fourth Edition* (pp. 268-290). A Wiley-Interscience.
- APA. (27 de Outubro de 2015). *Óleos Alimentares Usados*. Obtido de web site da Agência Portuguesa do Ambiente: <http://www.apambiente.pt/index.php?ref=16&subref=84&sub2ref=197&sub3ref=282>
- Brito, A. G., Oliveira, J. M., & Peixoto, J. M. (2010). Tratamento de Água para Consumo Humano e Uso Industrial. Em A. G. Brito, J. M. Oliveira, & J. M. Peixoto, *Tratamento de Água para Consumo Humano e Uso Industrial* (pp. 20-24). Engenho e Média, Lda | Grupo Publindústria.
- Chumsantea, S., Aryusuk, K., Lilitchan, S., Jeyashoke, N., & Krisnangkura, K. (2012). Reducing Oil Losses in Alkali Refining. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1913-1919.
- da Silva, T. A., & Neto, W. B. (2013). Estudo da Redução da Acidez do Óleo Residual para a Produção de Biodiesel Utilizando Planejamento Fatorial Fracionado . *Revista Virtual da Química*, 828-839.
- Duarte, S., & Freire, T. (2008-2009). *Caderno de laboratório Bioquímica* . Tomar: Instituto Politécnico de Tomar.
- Fré, N. C. (2009). Obtenção de ácidos graxos a partir da acidulação a partir de borra de neutralização de óleo de Soja. Porto Alegre, Brasil.
- Hanna instruments. (s.d.). HI 3822 Sulfite Test kit.
- John. (2015). *água*. tomar: Porto editora.
- Nunes, M. F. (2011). *Valorização de Óleos Alimentares Usados - Design do produto*. Coimbra: Instituto Superior de Engenharia de Coimbra.
- Nunes, V. M. (2009). Sebenta de Química das Soluções. *Emulsões*. Tomar, Santarém, Portugal.
- Oleotorres. (21 de Março de 2015). *Oleotorres*. Obtido de Oleotorres: <http://www.oleotorres.pt/index.php/empresa/historia.html>

Oleotorres. (21 de Março de 2015). *Oleotorres*. Obtido de Oleotorres:
<http://www.oleotorres.pt/index.php/empresa/missao.html>

Rocha, N. C., & Almeida, F. D. (2014). Efeitos da temperatura e da luminosidade nas características físico-químicas dos óleos de soja e de girassol durante o armazenamento. *Nutrivisa – Revista de Nutrição e Vigilância em Saúde, Vol 1, Núm 1*, 6-12.

Sociedade Astória, Lda. (1972). *Gorduras e óleos comestíveis*. Norma Portuguesa Definitiva.

unknown. (14 de 11 de 2015). Obtido de Centro de Energias Alternativas e Renováveis:
<http://www.cear.ufpb.br/~asergio/Eletrot%C3%A9cnica/Trif%C3%A1sico/POT%C3%80ANCIA%20EM%20CIRCUITOS%20TRIF%C3%A1SICOS.pdf>.

Anexo I

Manual de instruções do filtro de refinação de gordura e óleo

Para o correto funcionamento do filtro de refinação de óleos e gorduras é necessário recorrer e obedecer a certos procedimentos, para não ocorrer a danificação do mesmo. Assim para funcionar com o filtro, temos que seguir os seguintes passos:

- Fechar o filtro. Para tal é necessário recorrer ao comando elétrico, que se encontra no quadro elétrico do filtro, carregando no botão verde (F);



Quadro elétrico do filtro e comando da abertura e fecho do mesmo.

- Apertar o filtro, através do parafuso lateral do mesmo que para tal é preciso dar 16 voltas de aperto (32 meias voltas);



Abertura do filtro e parafuso de aperto e desaperto do filtro.

-Fechar as torneiras de escorrimento do filtro;



Torneira de fundo da entrada do filtro.



Torneira de fundo do meio do filtro.

- Fechar a torneira de fundo do filtro;



Torneira do fundo de saída do filtro.

- Abrir todas as torneiras de entrada, saída do filtro e saída do secador, de modo a termos um circuito fechado entre o filtro e o secador;



Torneiras de saída do Secador.



Torneira de saída de recirculação entre o filtro e secador.



Primeira saída entre a saída do filtro.



Torneiras de saída do filtro.

- Abrir as duas torneiras superiores do filtro, para que seja possível a saída do ar de dentro do mesmo durante o seu enchimento, a partir do meio do enchimento do filtro fechar a torneira de cima;



Torneiras superiores de saída de ar do filtro.

- Abrir a torneira de vácuo do secador;



Torneira de vácuo do secador.

- Ligar a bomba de bombeamento de gordura, abrindo o ar para a bomba ar e ao mesmo tempo abrindo a torneira de saída da bomba, para começar a encher o filtro. Verificar a tubagem entre a bomba e o filtro, tocando a mesma com cuidado, pois esta irá aquecer a temperaturas superiores a 80°C.



Torneira de saída da bomba, torneira de ar da bomba e bomba ar.

- Acompanhar o enchimento do filtro, pois ao ficar cheio e o ar sair todo do seu interior é necessário fechar a torneira superior do filtro, pois ao encher, o óleo começará a sair por aqui;

- A pressão dentro do filtro não deve superar os 4 bares (ver pressão do filtro no barômetro);



Barômetro do filtro.

- Após a retirada de amostra e a análise do óleo;



Visor e local de retirada de amostra.

-No caso de estar conforme, pode-se abrir a torneira de saída e fechar a torneira de recirculação;



Torneiras de saída do filtro.

- Após a passagem de todo o óleo que se encontra no secador, a bomba ar irá começar a acelerar, a pressão dentro do filtro irá baixar e começará posteriormente a passar ar pelo visor

- Para-se a bomba ar e fecha-se a torneira de saída da bomba;

- Soprar o filtro, com ar pressurizado de modo a que o filtro fique vazio e verifica-se a passagem do óleo no visor;
- Voltar a fechar o circuito do filtro com o secador;
- Fechar a torneira de saída do filtro para o secador;



Torneira de saída do filtro para a recirculação.

- Deixar a pressão dentro do filtro subir até cerca dos 2 bares;
- Fechar uma das torneiras de circulação, abrir a torneira de fundo e abrir a outra torneira de recirculação, de modo a retirar o máximo de óleo e resíduos de terras possíveis de dentro do filtro para o secador (repetir este procedimento cerca de 2 a 3 vezes);
- No caso de o óleo não sair pelo fundo, colocar o ar pressurizado no fundo e abrir o mesmo de modo a desentupir a tubagem tanto para o secador como para o filtro;
- Abrir torneiras de fundo para que o óleo possa correr deixando o filtro vazio;
- Abrir o filtro (somente quando houver dificuldade em filtrar, ou ocorrer a troca de produtos a passar no filtro), desapertar o parafuso de aperto do filtro (32 meias voltas);
- Carregar no botão vermelho do quadro elétrico para abrir o filtro;
- Após este estar aberto, limpar as placas de filtragem;



Placas de filtração após filtração.

- Após estarem limpas as placas devem ficar da seguinte forma:



Placas de filtração após serem limpas

- De ter em conta que ao fim de algumas passagens, limpar as placas de filtração não é suficiente, pelo que as placas têm que ser lavadas, de modo a que possam ser feitas novas filtrações.

Anexo II

Anexo II.A.....	61
Anexo II.B.....	63
Anexo II.C.....	65
Anexo II.D.....	67
Anexo II.E.....	79
Anexo II.F.....	71
Anexo II.G.....	73
Anexo II.H.....	77
Anexo II.I.....	79

Anexo II.A

Determinação do índice de acidez (NP-903 1972):

1 - Objetivo:

Determinação do índice de acidez e a acidez de gorduras e dos óleos.

2 - Definições:

- Índice de acidez – Massa de hidróxido de potássio, expressa em miligramas, necessária para neutralizar os ácidos gordos livres contidos em um grama de gordura, ou óleo.

- Acidez – percentagem de ácidos gordos livres de uma gordura, ou de um óleo. Exprime-se em ácido láurico nos óleos de palmiste e de copra, em ácido palmítico no óleo de palma e em ácido oleico em todas as gorduras e outros óleos.

Em virtude da decisão tomada, em 1911, pela «Convenção Internacional para unificação da apresentação dos resultados de análise das matérias destinadas à alimentação do homem e dos animais», entender-se-á, também por acidez o volume de solução alcalina normal, expresso em centímetros cúbicos, necessário para neutralizar os ácidos gordos livres contidos em 100g a gordura, ou óleo.

3 - Resumo do processo:

Neutralização, por intermédio de solução alcalina titulada, dos ácidos gordos livres de uma toma da gordura ou do óleo dissolvida num dissolvente indiferente.

4 - Reagentes:

- Mistura dissolvente, constituída por volumes iguais de éter etílico e álcool etílico a 95% em volume, a 20°C, neutralizada com solução aquosa, ou alcoólica, 0,1N de hidróxido de sódio ou de potássio, utilizando a fenolftaleína como indicador.

- Solução alcoólica de fenolftaleína – dissolvem-se 2g de fenolftaleína em álcool etílico a 95% em volume a 20°C, com a qual se completa o volume a 100 cm³.

- Solução aquosa, ou alcoólica, 0,1N de hidróxido de sódio, ou de potássio.

5 - Aparelhos e utensílios:

- Balança de precisão sensível ao décimo de miligrama.

- Frasco de Erlenmeyer de 250 Cm³.
- Pipeta graduada em décimos de centímetro cúbico, de precisão.
- Proveta de 200 cm³, graduada em centímetros cúbicos.

6- Preparação da amostra:

Procede-se à eliminação da água e filtração do óleo.

7- Técnica:

Num frasco de Erlenmeyer de 250cm³ pesam-se, com aproximação ao miligrama, 5g a 10g da amostra da gordura, ou do óleo, homogeneizada, isenta de água e filtrada.

Dissolve-se esta toma num volume da ordem de 50 cm³a 150 cm³ da mistura dissolvente.

Agita-se, adiciona-se algumas gotas de solução de fenolftaleína e titula-se até aparecimento de cor rosada persistente, com solução 0,1N de hidróxido de sódio, ou de hidróxido de potássio, contida na galleta de precisão.

8- Resultados:

- Cálculo:

Sendo:

m a massa, expressa em gramas, da toma da gordura, ou do óleo,

V o volume, expresso em centímetros cúbicos, da solução alcalina 0,1N, gasto na titulação,

O índice de acidez da gordura, ou do óleo, é:

$$\frac{2,82.V}{m} = \textit{acidez}$$

Anexo II.B**Determinação da humidade:**

Método 1:

Determinação da perda de massa diretamente por secagem, em estufa, à temperatura de 102°C +/- 2°C de uma toma de óleo ou gordura.

1 - Material e equipamento:

- Balança de precisão sensível ao décimo de miligrama;
- Cápsula de porcelana, com diâmetro de 7 cm +/- 1 cm e altura da ordem de 2 cm;
- Estufa de secagem com aquecimento regulável;
- Exsicador

2 – Descrição:

- Seca-se na estufa a 102°C +/- 2°C, durante uma hora, uma cápsula de porcelana.

Arrefece-se em exsicador e pesa-se;

- Coloca-se na cápsula uma toma de gordura de 5g a 10g;
- Seca-se na estufa a 102°C +/- 2°C, durante quatro horas, arrefece-se em exsicador e

pesa-se;

- Efetuam-se depois sucessivas secagens, durante 30 minutos cada, até a massa não diminuir mais de 6mg.

3 - Apresentação de resultados:

O teor de água da gordura, é expresso em percentagem, sendo calculado pela equação:

$$\text{Teor de humidade (\%)} = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

Onde,

m 1 – Massa da amostra (g)

m 2 – Massa da amostra seca (g)

O resultado é apresentado arredondado às décimas.

Método 2:

1 - Material e equipamento:

Refinação de Óleos Alimentares Usados

- Balança de humidade.

2 - Método:

- Óleos e gorduras: colocar na balança uma amostra de 10g a 14g;

- Outros produtos: colocar na balança uma amostra de 2g a 4g;

- Fechar a tampa da balança e ligar. Após o sinal sonoro observar e registar o valor que se encontra no monitor.

Anexo II.C**Determinação de Impurezas (NP-860 1971):****1 - Objetivo:**

Determinar o teor de impurezas insolúveis no éter de petróleo, das gorduras vegetais.

2 – Definições:

Para os fins da presente norma, entende-se por impurezas insolúveis no éter do petróleo o conjunto das substâncias insolúveis neste solvente, tais como as impurezas mecânicas (Terra, areia), os hidratos de carbono, as matérias azotadas e os oxiácidos, nas condições que a seguir se indicam.

3 – Resumo do processo:

Trata-se o produto por um excesso de éter do petróleo, filtra-se e lava-se com o mesmo solvente. O resíduo seca-se a $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e pesa-se.

4 - Aparelhos e utensílios:

- Estufa de aquecimento elétrico munida de termorregulador;
- Balança para pesagens com erro inferior a 1 mg;
- Pesa-filtro com tampa esmerilada;
- Frasco de Erlenmeyer de 500 cm^3 com rolha de vidro esmerilado;
- Exsicador contendo um desidratante apropriado, tal como anidrido fosfórico, sílica-gel ou alumina ativada;
- Cadinho filtrante de porosidade compreendida entre $15\mu\text{m}$ e $40\mu\text{m}$.
- Filtro de papel isento de cinza, com 12 cm de diâmetro, de porosidade compreendida entre $15\mu\text{m}$ e $40\mu\text{m}$.

5 – Reagentes:

Éter do petróleo destilado entre 40°C e 60°C , sem resíduo e com índice de bromo inferior a 1.

6 – Técnica do Ensaio:

Pesam-se, rigorosamente, cerca de 20g da amostra para análise, num frasco de Erlenmeyer;

Juntam-se 200cm³ de éter do petróleo no frasco de Erlenmeyer referido e agita-se;

No caso do óleo de rícino, a quantidade de éter do petróleo poderá ser superior;

Deixa-se em repouso a uma temperatura próxima de 20⁰C durante meia hora;

Filtra-se e lava-se o filtro com éter do petróleo até que o filtrado esteja isento de gordura;

Coloca-se o filtro com o resíduo no pesa-filtro, deixa-se evaporar ao ar livre e, em seguida, seca-se na estufa a 103⁰C +/- 2⁰C;

Retira-se da estufa, deixa-se arrefecer no exsiccador e pesa-se;

O ensaio deve ser feito em duplicado.

7 – Resultados:

- Cálculo

Sendo:

m₁ a massa da toma para análise, expressa em gramas,

m₂ a massa do pesa-filtro com o filtro e o resíduo seco, expressa em gramas,

m₃ a massa do pesa-filtro com o filtro, expressa em gramas,

O teor em impurezas insolúveis no éter do petróleo, expresso em percentagem, é:

$$\frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100$$

- Apresentação dos resultados:

Os resultados apresentam-se arredondados às décimas.

- Tolerâncias:

A diferença entre os dois resultados não deve exceder 0,05% em valor absoluto, caso contrário, repete-se o ensaio sobre nova toma.

Anexo II.D**Determinação da matéria gorda:**

Descrição do método

1 - Reagentes e soluções:

- Ácido sulfúrico concentrado H₂SO₄.

2 - Material e equipamento:

- Copo de 1L;

- Vareta;

- Ampola de decantação;

- Balança.

3 - Técnica do ensaio:

- Pesar 500g de amostra num copo;

- Aquecer a amostra;

- Adicionar ácido sulfúrico até a amostra ficar líquida;

- Agitar com uma vareta;

- Colocar numa ampola a repousar até formação de fases;

- Separar a fase inferior;

- Colocar a fase superior num copo limpo;

- Pesar.

4 - Apresentação dos resultados:

O teor de óleo é expresso em percentagem, sendo calculado pela equação:

$$\text{Teor de óleo (\%)} = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

Onde,

m₁ – massa da fase superior da ampola de decantação (g);

m₂ – massa da amostra (g).

O resultado é apresentado arredondado às décimas.

Anexo II.E

Verificar existência de sabões em óleos ou gorduras (NP-973 1988):

1 – Objetivo:

Pesquisa de resíduos de sabões em óleos refinados com neutralização álcalis.

2 – Resumo do processo:

Reconhecimento, em acetona húmida, por intermédio do azul de bromofenol, como indicador interno, dos álcalis de sabão, porventura presentes no óleo.

3 - Reagentes:

Acetona recentemente destilada e com 20% em volume de água destilada adicionando ainda algumas gotas da solução de azul de bromofenol, deve dar coloração amarela, ou amarelo-esverdeado.

Solução alcoólica de azul de bromofenol – dissolve-se 0,1 g de azul de bromofenol em álcool etílico a 95% em volume a 20⁰C, com o qual se completa o volume de 100cm³

4 – Utensílios:

Tubo de ensaio ou proveta de 150 mm de altura e 15 mm de diâmetro, munido de rolha de vidro esmerilada.

5 - Preparação da amostra:

Procede-se à homogeneização do produto bem como a eliminação da água e filtração.

6 - Técnica:

Num tubo de ensaio com cerca de 10ml de acetona adiciona-se uma gota de solução alcoólica de azul bromofenol. Se o líquido não ficar amarelo, lava-se o tubo e a rolha tantas vezes quantas necessárias, para que na presença de azul de bromofenol o líquido fique amarelo. Adiciona-se aproximadamente 10ml de óleo, agita-se o tubo e aguarda-se a separação das duas camadas.

7 - Resultados:

O resultado da pesquisa de sabão no óleo diz-se positivo quando a camada acetónica superior apresenta coloração azul e diz-se negativo quando apresenta cor amarela ou amarelo-esverdeado.

Anexo II.F**Análise dos Sulfitos é realizada através de um kit (ver protocolo do Kit);**

- Começa-se por adicionar a solução a analisar num copo de 5 mL (se a gama de valores dos sulfitos for 0-200mg/L) ou 50 mL (0-20 mg/L);
- Adiciona-se 4 gotas de ácido sulfúrico, mais 4 gotas de EDTA e agita-se tudo;
- Volta-se a adicionar 2 gotas de ácido sulfúrico e agita-se de novo;
- Por fim adiciona-se uma gota da solução de indicador e agita-se a solução;
- Com a seringa do kit adiciona-se o reagente HI 3822-0 e mede-se o volume adicionado deste reagente até a solução mudar de tonalidade;
- Consoante a gama de valores escolhida no final faz-se o cálculo dos sulfitos:

$$\text{Se } 0\text{-}20 \text{ mg/L temos } V_{\text{adicionado}} \times 20 = x \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Na}_2\text{SO}_3$$

No caso de 0-200 mg/L temos $V_{\text{adicionado}} \times 200 = x \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Na}_2\text{SO}_3$ (Hanna instruments)

Anexo II.G**Análise da dureza (NP-424 1966):**

1 - Objetivo:

- Determinar a dureza total, permanente e temporária da água.

2 - Resumo dos processos:

- Dureza Total: - Formação de complexos estáveis e incolores com os catiões cálcio e magnésio, pela adição de sal disódico do ácido etileno-diamina-tetraacético (E.D.T.A.) em presença dum indicador (negro de eriocromo T).

- Dureza permanente: - Precipitação e filtração dos bicarbonatos de água correspondentes à dureza temporária. Formação do complexo corado do sal disódico do E.D.T.A. com os catiões cálcio e magnésio ligados a outros radicais aniônicos.

- Dureza temporária: - É a diferença entre a dureza total e permanente.

3 - Reagentes:

- Água bidestilada em aparelho de vidro, recentemente obtida;

- Solução de negro de eriocromo T – Dissolvem-se 0,25g de negro de eriocromo T e 4,5g de cloridrato de hidroxilamina em 100 cm³ de álcool etílico a 94%. O prazo de validade desta solução é de cerca de um mês. Além deste tempo surgem dificuldades na observação da viragem;

- Solução tampão – Dissolvem-se 6,75g de cloreto de amónio em 57 cm³ de amónio a 22% de NH₃, e diluem-se a 100cm³ com água bidestilada. Guarda-se num frasco de material plástico, bem rolhado a fim de impedir quer a libertação de amoníaco, quer a fixação de anidrido carbónico do ar. O prazo de validade da solução é, aproximadamente de um mês para o frasco em uso;

- Solução de ácido clorídrico aproximadamente N – Diluem-se 31 cm³ de ácido clorídrico concentrado (d=1,19), em água destilada e perfaz-se o volume de 1000cm³;

- Solução titulante – Dissolvem-se 4g do sal disódico do E.D.T.A. e 0,1g de cloreto de magnésio em 750cm³ a 800cm³ de água bidestilada;

- Determinação do título da solução titulante – Medem-se 25 cm³ com a pipeta da solução padrão e introduzem-se num frasco de Erlenmeyer. Adicionam-se 25cm³ de água

bidestilada, 1 cm³ da solução tampão e 6 gotas da solução indicadora. Titula-se com a solução titulante até à viragem da coloração vermelho-vinosa a azul. A titulação deve fazer-se dentro de cinco minutos após a adição da solução tampão.

- Sendo V o volume, em centímetros cúbicos, da solução do titulante gasto na titulação, medem-se 40 X (25-V) cm³ de água bidestilada para o balão de 1000cm³ e perfaz-se o volume com a solução titulante.

- Faz-se nova determinação do título, para confirmação, devendo neste caso 1 cm³ da solução titulante corresponder a 1 mg de carbonato de cálcio.

- Solução padrão de cálcio – Seca-se a 110⁰C carbonato de cálcio quimicamente puro e dissolve-se 1,0 g deste produto em 25 cm³ de ácido clorídrico N. Perfazem-se 1000 cm³ com água destilada, em balão aferido, devendo a cada 1 cm³ desta solução corresponder 1 mg de carbonato de cálcio.

4 - Utensílios:

- Balões graduados de 100 cm³, 200 cm³, 250cm³ e 500cm³;
- Balões graduados de 1000 cm³ e aferidos;
- Frascos de Erlenmeyer de 250 cm³, 500 cm³ e 750cm³;
- Galhetas graduadas em décimos de centímetro cúbico e aferidas;
- Pipetas de 1 cm³, 10 cm³, 25 cm³, 50 cm³ e 100 cm³ aferidas.

5 – Técnica:

5.1. – Determinação da dureza total:

5.1.1. – Preparação da amostra:

- Se a água não estiver límpida, deve filtrar-se rapidamente a fim de evitar a ação prejudicial do anidrido carbónico do ar.

5.1.2. – Determinação:

- Medem-se 50 cm³ da água para um frasco de Erlenmeyer de 250 cm³, adicionam-se 1 cm³ da solução tampão e 6 gotas da solução indicadora. Dentro de cinco minutos após a junção da solução tampão titula-se com a solução titulante até viragem da cor vermelho-vinosa a azul. Deve fazer-se o retorno com 10 cm³ da água, para confirmação.

- Se na titulação se gastar um volume superior a 5 cm³ da solução titulante, repete-se o ensaio com uma gota de água conveniente e diluída a 50 cm³ com água destilada.

- Se na titulação se gastar um volume inferior a 1 cm³ da mesma solução titulante, repete-se o ensaio com uma toma de água conveniente cujo volume pode atingir 500 cm³, devendo variar proporcionalmente os volumes da solução tampão e da solução indicadora a adicionar.

5.2. – Determinação da dureza permanente:

5.2.1. – Preparação da amostra:

- Mede-se 100 cm³ da água em estudo para um frasco de Erlenmeyer de 250 cm³. Ferve-se durante 20 e 30 min, a fim de precipitar completamente os bicarbonatos correspondentes à dureza temporária. Arrefece-se rapidamente e transfere-se a água quantitativamente para um balão graduado de 100 cm³, completando-se o volume com água destilada recentemente fervida e fria. Filtra-se.

5.2.2. – Determinação:

- Esta determinação realiza-se do modo indicado na secção 5.1.2. deixando, porém, de ter significado quando no ensaio da dureza total se gastar um volume da solução titulante inferior a 1cm³.

6 – Resultados:

6.1 – Cálculo:

Sendo:

V o volume da toma de água, expresso em centímetros cúbicos,

V₁ o volume da solução titulante gasto na titulação, expresso em centímetros cúbicos,

- a) A dureza da água, expressa em graus franceses, correspondendo um grau francês a 10 mg/dm³ de carbonato de cálcio, é: $\frac{100V_1}{V}$

- b) A dureza da água, expressa em miliequivalentes por decímetro cúbico, é: $\frac{20V_1}{V}$
- c) A dureza da água, expressa em miligramas de carbonato de cálcio por decímetro cúbico, é: $\frac{1000V_1}{V}$

6.2 – Apresentação:

- O resultado apresenta-se arredondando às décimas nos casos das alíneas a) e c) e às centésimas no caso da alínea b).

Anexo II.H

Análise dos SST's:

- Mede-se cerca de 100 mL de água;
- Pesa-se um papel de filtro;
- Proceda-se à filtração da água no filtro;
- Coloca-se o filtro na estufa a 100 °C e deixa-se ficar até secar;
- Pesa-se o mesmo, e retira-se o peso de sólidos em suspensão;
- $SST = \text{massa de sólidos (g)} / \text{volume de água (L)}$

Análise dos ST's:

- Pesa-se um copo de 100mL de volume;
- Neste mesmo copo coloca-se a água a analisar 100 mL;
- Coloca-se o copo na estufa a 100 °C;
- Quando o copo estiver sem água, retira-se da estufa;
- Deixa-se arrefecer e de seguida pesa-se;
- $ST = \text{Peso das Impurezas no copo no fim de seco (g)} / \text{volume de água (L)}$

Anexo II.I

Análise de CQO's é feita através de um kit de medição

1 - Objetivo:

- Medir a Carência Química de Oxigênio de uma água.

2 - Resumo:

- Medição do CQO de uma água, fazendo com que esta reage com reagente Lovibond 2420722, aquecendo de seguida no equipamento Lovibond RD 125, e medindo no final com o medidor Lovibond MD 100.

3 - Reagentes:

- Amostra de água;
- Reagente Lovibond 2420722.

4 - Utensílios:

- Seringa com graduação 0,1mL;
- Equipamento Lovibond RD 125;
- Equipamento Lovibond MD100.

5 - Preparação da amostra:

- Adicionar 0,2 mL de água ao reagente;

6 - Técnica:

- Adicionar 0,2 mL de água ao reagente e agitar bem;
- Colocar esta solução no equipamento e aquecer a 150⁰C durante cerca de 120 minutos;
- Retirar e deixar arrefecer até aos 60⁰C e agitar;
- Deixar arrefecer;
- Após arrefecer à temperatura ambiente, realizar a medição da mesma no equipamento Lovibond MD150, que nos dará o valor do CQO no seu monitor.

7 - Resultados:

- O resultado é fornecidos pelo equipamento de medição.



Equipamento Lovibond rd 125



Equipamento Lovibond MD100