



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**



DEGOMAGEM DE MISCELA DE ÓLEO BRUTO DE SOJA UTILIZANDO MEMBRANAS DE ULTRAFILTRAÇÃO SOB DIVERSAS CONDIÇÕES DE PRESSÃO E VELOCIDADE

CÉLIO CORDEIRO DE CARVALHO
Engenheiro de Alimentos

PROF. DR LUIZ ANTONIO VIOTTO
Orientador

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas pra obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Campinas – SP

Fevereiro de 2007

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

C253d Carvalho, Célio Cordeiro de
Degomagem de miscela de óleo bruto de soja utilizando membranas de ultrafiltração sob diversas condições de pressão e velocidade / Célio Cordeiro de Carvalho. -- Campinas, SP: [s.n], 2007.

Orientador: Luiz Antonio Viotto
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia de Alimentos

1. Ultrafiltração. 2. Membranas. 3. Degomagem. 4. Óleo bruto de soja. 5. Fosfolipídios. I. Viotto, Luiz Antonio. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Engenharia de Alimentos. III. Título.

(cars/fea)

Titulo em inglês: Soybeans crude oil miscella degumming utilizing ceramic membranes: transmembrane pressure and velocity effects

Palavras-chave em inglês (Keywords): Ultrafiltration, Membranes, Crude soybean oil, Degumming, Phospholipids

Titulação: Mestre em Tecnologia de Alimentos

Banca examinadora: Luiz Antonio Viotto

Leila Peres

Ranulfo Monte Alegre

Renato Grimaldi

Programa de Pós Graduação: Programa em Tecnologia de Alimentos

Membros da Banca Examinadora

Dr. Luiz Antonio Viotto
(Orientador)

Dra. Leila Peres
(Membro)

Dr. Ranulfo Monte Alegre
(Membro)

Dr. Renato Grimaldi
(Membro)

*“ Os homens viverão em paz, pois ele agora
estenderá o poder até os confins da terra
e ele mesmo será a paz ”*

(Mq 5, 1-4)

*À minha família,
Vera, Antonieta, Humberto (in memoriam),
Mercedes, Ana Paula e Célio Henrique,
por todo amor, pelas orações, pelo estímulo
e apoio nos momentos mais difíceis.*

AGRADECIMENTOS

A Deus por estar sempre presente em todos os momentos de minha vida.

A Vera, mãe, esposa e Mulher exemplar, batalhadora incansável e uma maravilhosa amiga que me acompanha há anos, pelos constantes incentivos, dedicação, carinho, amor e muita paciência.

À Universidade Estadual de Campinas e Faculdade de Engenharia de Alimentos por me acolher mais uma vez no ceio acadêmico.

CARGILL S.A. pela doação da matéria-prima necessária para realização dos experimentos, em especial ao Eng. Márcio Araki.

Ao prof. Dr. Luiz Antonio Viotto pela oportunidade, orientação e amizade durante todo o desenrolar deste trabalho.

À Profa. Dra. Lireny pelo apoio, observações, dicas e por ter disponibilizado toda a infra-estrutura do Laboratório de óleos e Gorduras.

Ao Prof. Dr. Renato pelo auxílio, dicas, sugestões e correções.

À Profa. Dra. Leila Peres por suas sugestões, comentários, correções e gentileza.

Ao Prof. Dr. Ranulfo Monte Alegre, pelas conversas descontraídas nos momentos difíceis.

Aos amigos Márcia e Rodrigo (Roque) pela solidariedade, companheirismo e amizade demonstrada inclusive nos momentos difíceis.

Ao Cosme e a Creusa pela presteza, orientação e paciência.

Aos técnicos e funcionários do laboratório de óleos e gorduras, em especial ao Alaíde, Daniel, Fabiana, Geovana, Marcela, Rosana e Thiago.

Aos companheiros de mestrado e doutorado, César, Ana Paula, Deyse, Cibele, Kelly e Bei.

A todos que de uma forma ou outra, contribuíram para a conclusão deste trabalho.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	OBJETIVOS	3
3	Revisão Bibliográfica.....	4
3.1	Soja.....	4
3.2	Óleo de soja.....	4
3.2.1	Preparação dos Grãos para Extração.....	6
3.2.2	Extração.....	8
3.3	REFINO CONVENCIONAL DE ÓLEO DE SOJA.....	8
3.3.1	Degomagem	8
3.3.2	Neutralização	9
3.3.3	Clarificação	10
3.3.4	Desodorização	10
3.4	MEMBRANAS	11
3.5	CLASSIFICAÇÃO DAS MEMBRANAS	13
3.6	SELEÇÃO DAS MEMBRANAS.....	14
3.7	CONFIGURAÇÕES	14
3.8	FLUXO DE PERMEADO.....	15
3.9	APLICAÇÃO DA TECNOLOGIA DE MEMBRANAS NO REFINO DE ÓLEOS VEGETAIS	17
4	MATERIAIS E MÉTODOS	21
4.1	Matéria- prima.....	21
4.2	EQUIPAMENTOS	21
4.2.1	Unidade Piloto de Ultrafiltração (UPU) e Membranas.....	21
4.2.2	Equipamentos para Determinações Analíticas	24

4.3	PREPARAÇÃO DAS MISCELAS.....	23
4.3.1	Degomagem da Miscela por UF.....	23
4.3.2	Procedimentos Gerais	25
4.4	LIMPEZA DA MEMBRANA	27
4.5	ANÁLISE DE FÓSFORO	27
4.6	PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO	27
4.6.1	Fator de Concentração (Fc).....	29
4.6.2	Coeficiente de Retenção.....	29
4.6.3	Curvas de Fluxo.....	29
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
5.1	Caracterização da Matéria-Prima.....	30
5.2	Caracterização da Membrana 0,05 μm	30
5.3	EFEITO DOS PARÂMETROS DE CONTROLE DA UPU	31
5.3.1	Membrana de 0,01 μm de 19 Canais.....	31
5.3.2	Membrana de 0,01 μm de 37 Canais.....	35
5.3.3	Efeito da Pressão Transmembrana Sobre o Teor de Fósforo do Permeado nas Membranas de 0,01 μm	39
5.3.4	Membrana de 0,05 μm de 19 Canais.....	40
6	Conclusões	45
7	Referências Bibliográficas.....	47

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Diferença entre a filtração convencional e a filtração tangencial. R_C é a resistência do bolo formado na membrana, R_M é a resistência da membrana, e J é o fluxo. Fonte: CHERYAN, (1998).....	12
Figura 2. Tipos de membranas de filtração. Fonte: BHATTACHARJEE, <i>et al.</i> ,1999.	13
Figura 3. Membrana em cerâmica. Fonte: PELLEGRINO e SIKDAR, 1997.....	15
Figura 4. Estágios do declínio do fluxo de permeado durante a UF. Fonte: MARSHALL & DAUFIN, (1995).....	16
Figura 5. Comparação do processamento de óleos vegetais pelo método tradicional e pelo de membranas. Fonte: Adaptado de CHERYAN, (1998).....	18
Figura 6. Esquema representativo da Unidade piloto de Ultrafiltração	23
Figura 7. Foto da Unidade de Ultrafiltração.....	24
Figura 8. Curvas dos fluxos de permeados para membrana 0,01 μm de 19 canais	34
Figura 9. Curvas dos fluxos de permeados para a membrana 0,01 μm de 37 canais.....	39
Figura10. Relação dos parâmetros dos quatro experimentos realizados com a membrana de 0,01 μm de 19 canais.....	40
Figura11 Curvas dos fluxos de permeados realizados com a membrana de 0,05 μm de 19 canais.....	43

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Participação relativa na quantidade exportada de óleo soja pelos principais países 1970 – 2003.....	5
Tabela 2. Composição média do óleo bruto e refinado de soja.....	6
Tabela 3. Composição de ácidos graxos do óleo de soja.	7
Tabela 4. Características das membranas cerâmicas utilizadas na UF de miscela de óleo de soja.	21
Tabela 5. Caracterização das membranas e seus parâmetros.	28
Tabela 6. Resultados da caracterização da membrana de 0,05 µm de 19 canais e seus respectivos parâmetros.....	30
Tabela 7. Resultados dos experimentos realizados com a membrana 0,01 µm de 19 canais.	31
Tabela 8. Resultados dos experimentos realizados com a membrana 0,01 µm de 37 canais.	36
Tabela 9. Resultados e respectivos parâmetros dos experimentos realizados com a membrana 0,05 µm de 19 canais.	41
Tabela10. Resumo dos dados de todos os experimentos realizados com as membranas 0,01 µm de 19 e 37 canais e 0,05 µm de 19 canais com miscela de 31,7% de óleo e temperatura a 40 °C.....	44

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1	52
Anexo 2	56
Anexo 3	59
Anexo 4	62
Anexo 5	66
Anexo 6	70
Anexo 7	73
Anexo 8	77
Anexo 9	80
Anexo 10	82

RESUMO

O processo tradicional de degomagem remove principalmente os fosfolipídios presentes no óleo bruto de soja por hidratação e precipitação, seguida de agitação e separação por centrifugação. A remoção de fosfolipídios utilizando a separação por membranas é um processo que tem recebido muita atenção por parte de vários pesquisadores, por resultar em óleos de melhor qualidade com economia de energia e redução nos custos com tratamento de efluentes. O objetivo deste trabalho foi estudar a degomagem de óleo bruto de soja em miscela (4,6 kg de óleo bruto e 9,9 kg de hexano) utilizando uma unidade piloto de ultrafiltração com membranas cerâmicas de alumina com diâmetro médio de poro de 0,01 μm de 19 e de 37 canais e de 0,05 μm de 19 canais. Analisou-se a influência da pressão transmembrana (0,6 a 3,3 bar) e da velocidade tangencial (1,7 a 5,6 m/s) sobre o fluxo de permeado e o coeficiente de retenção de fósforo no óleo degomado. Verificou-se que para membranas de 0,01 μm de 19 e 37 canais, pressões acima de 2,0 bar levaram a fluxos de até 70,9 $\text{kg/m}^2\text{h}$ e coeficiente de retenção de fósforo até 99,8% correspondente ao teor de fósforo no óleo degomado de 12,3 mg/kg dentro da especificação da indústria de refino. A degomagem com a membrana de 0,05 μm realizada a 0,6 bar apresentou alto fluxo de permeado (até 133,93 $\text{kg/m}^2\text{h}$), porém com óleo permeado com maior teor de fósforo para os padrões da indústria de refino. Também observou-se que as membranas com diâmetro médio de poro 0,01 μm operando a baixas pressões (< 1,0 bar), independentemente das velocidades utilizadas apresentaram fluxos de até 38,53 $\text{kg/m}^2\text{h}$ e coeficiente de retenção de 98,5 %. Notou-se que o teor de fósforo no permeado aumentou com a redução da pressão transmembrana devido a menor compactação da camada gel polarizada e menor retenção de fosfolipídios e que o efeito da velocidade tangencial foi maior para a faixa de pressões mais alta.

PALAVRAS CHAVE: Ultrafiltração, membranas, degomagem, óleo bruto de soja, fosfolipídios.

SUMMARY

The traditional degumming process removes mainly the phospholipids presents in the crude soybean oil by the precipitation and hydration, followed by agitation and separation by centrifugation. The removal of phospholipids using membranes separation is a process that has received much attention on the part from some researchers for presenting oils of better quality with energy economy and costs reduction with treatment of effluent. The objective of this work was to study the degumming of crude soybean oil micelle (4,6 kg of oil and 9,9 kg of hexane) using a unit pilot of ultrafiltration with alumina ceramic membranes of 0.01 μm pore diameter of 19 and 37 channels and 0.05 μm pore diameter of 19 channels. It was analyzed the transmembrane pressure influence (0,6 and 3,3 bar) and the tangential velocity on the flux and phosphorous retention in the degummed oil. It was verified that for 0.01 μm pore diameter membranes of 19 and 37 channels, pressures above 2.0 bar had taken the flux up to 70.9 $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$ and phosphorous retention up to 99,8% correspondent to the phosphorous content in the degummed oil of 12,3 mg/kg insides the specification of the refining industry. The degumming with the membrane of 0.05 μm pore diameter presented high permeated flux (up to 133,93 $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$), however with permeated oil with raised level of phosphorous for the standards of the refining industry. Also it was observed that the membranes with diameter of pore 0.01 μm operating in low pressures (< 1.0 bar), independently of the used velocity had presented flux up to 38.53 $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$ and retention of 98,5%. It noticed itself that the level of phosphorous in the permeated increase with the reduction of the transmembrane pressure due to of the lesser compacting of the polarization layer and the lesser retention of phospholipids, and that the effect of the tangential velocity was bigger in the higher pressures zone.

KEY WORDS : Ultrafiltration, membranes, crude soybean oil, degumming, phospholipids.

1 INTRODUÇÃO

Os óleos vegetais brutos são obtidos principalmente através da preparação de sementes oleaginosas seguido da extração por solvente (KOSEOGLU e ENGELGAU, 1990).

Os triacilgliceróis representam até 95% da sua composição enquanto que os componentes restantes são os fosfolipídios, ácidos graxos livres, pigmentos, esteróis, carboidratos, proteínas e seus produtos de degradação (HOFFMAN, 1989). Estas substâncias podem afetar o sabor, odor e cor, além de reduzir sua vida de prateleira. Diante disso este óleo bruto necessita passar por um processo de refino para atingir a qualidade desejada (LIN *et al.*, 1997).

A etapa que antecede o processo de refino de óleos vegetais é a degomagem (OCHOA *et al.*, 2001; PAGLIERO *et al.*, 2001; LIN *et al.*, 1997), onde os fosfolipídios e gomas mucilaginosas são removidos resultando em óleos de boa qualidade (SUBRAMANIAN *et al.*, 1999). Nessa etapa ocorre a redução dos níveis de fosfolipídios pela adição de água e ácido fosfórico (PIOCH *et al.*, 1996).

Nos últimos anos, as pesquisas têm se concentrado no estudo do processamento de óleos vegetais visando uma melhor qualidade do produto e, conseqüentemente, maior competitividade das refinarias (KOSEOGLU, 1991).

A tecnologia de membranas tem sido utilizada com sucesso em diversos setores da indústria de alimentos conseguindo reduzir o consumo de energia e a poluição causada pelos processos tradicionais. Esta tecnologia é usada em processos com líquidos tais como leite e sucos de frutas, mas raramente utilizada no campo de óleos e gorduras. Entretanto, algumas aplicações foram investigadas: remoção de solvente (KOSEOGLU *et al.*, 1990a); degomagem de óleo bruto (KOSEOGLU *et al.*, 1990b); neutralização e recuperação de ácidos graxos livres (KRISHNA KUMAR e BHOWMICK, 1996); remoção de cera (DE *et al.*, 1998); neutralização e degomagem simultânea (PIOCH *et al.*, 1996); separação de fosfolipídios de óleo bruto por membranas (KIM *et al.*, 2002); degomagem de óleo vegetal por membrana inorgânica (MARENCHINO *et al.*, 2006);

Soares (2004) utilizou membranas cerâmicas em alumina com diâmetro médio de poro de 0,01 μm e obteve retenções de fosfolipídios acima de 98% na etapa de degomagem do óleo de soja. Vários permeados apresentaram teores de fósforo abaixo de 10 mg/kg.

Souza (2004) também utilizou membranas cerâmicas em alumina, porém com diâmetro médio de poro de 0,05 μm , no entanto o óleo utilizado foi o de milho resultando numa retenção de fósforo que variou de 65 a 93,5 %.

Bei (2005) utilizou uma membrana cerâmica em alumina com diâmetro médio de poro de 0,01 μm e obteve retenção de fosfolipídios de até 99,7%, com teor absoluto de fósforo de 2,2 mg/kg.

Os experimentos realizados por Soares (2004), Souza (2004) e Bei (2005), juntamente com o presente trabalho foram realizados pelo mesmo grupo de pesquisa da Faculdade de Engenharia de Alimentos da UNICAMP.

Apesar da boa retenção de fósforo e fluxo de permeado razoável encontrado por Soares (2004) e Bei (2005), torna-se interessante estudar membranas do mesmo material, porém que apresentem diâmetro médio de poro maior, como 0,05 μm , e trabalhar em faixas de pressão e velocidade tangencial, mais amplas que as utilizadas por Soares (2004) e Bei (2005) visando maior fluxo de permeado com alto índice de retenção de fósforo.

2 OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo estudar a degomagem de óleo bruto de soja utilizando uma Unidade Piloto de Ultrafiltração – UPU com membranas cerâmicas de alumina com diâmetro médio de poro 0,01 μm de 19 e de 37 canais e de 0,05 μm de 19 canais.

Os objetivos específicos foram :

Estudar a influência da pressão transmembrana e da velocidade tangencial para membranas cerâmicas de alumina com diâmetros médios de poro de 0,01 e 0,05 μm sobre o fluxo de permeado e o coeficiente de retenção de fosfolipídios na degomagem de óleo bruto de soja.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SOJA

A soja (*Glicine Max*) teve sua origem na China e foi introduzida no Brasil no início do século 20, porém somente no final dos anos 60 começou a ser produzida em escala comercial, encontrando disposição dos produtores em substituir o cultivo do café por uma cultura alternativa. De 1970 a 2003 a produção anual brasileira aumentou consideravelmente passando respectivamente de 1,5 para 51,4 milhões de toneladas (Da SILVA, 2005).

Considerando a safra mundial de 2004 / 2005, o complexo agroindustrial da soja movimentou aproximadamente US\$ 215 bilhões / ano, com uma produção de 216,3 milhões de toneladas. Os Estados Unidos foram o maior produtor mundial do grão com uma produção de 85,5 milhões de toneladas, vindo logo em seguida o Brasil com 50,2 milhões de toneladas. O complexo agroindustrial brasileiro da soja movimentou US\$ 30 bilhões, tendo o Estado de Mato Grosso, o maior produtor nacional, uma produtividade semelhante à dos americanos (2,8 t / ha) e o Estado do Paraná, vindo em segundo, com produtividade menor que 2,3 t / ha (CONAB, 2005).

O complexo soja continua liderando as exportações do agronegócio nacional. Os produtores investem cada vez mais em índices de produtividade e na eficiência geral dos seus sistemas produtivos. Com isso, a atividade ingressa num perfil definitivamente empresarial, que a consolida como um dos mais importantes pilares do agronegócio nacional. A produção de soja congrega mais de 240 mil produtores em 17 dos 27 estados brasileiros. A safra 2005/06 fechou com 53 milhões de toneladas colhidas, em 22,2 milhões de hectares de cultivo (SEAGRI, 2006).

3.2 ÓLEO DE SOJA

A produção mundial de óleo de soja apresentou crescimento, totalizando 30,3 milhões de toneladas em 2003, contra 13,1 milhões de toneladas em 1980 (Tabela 1), um acréscimo de 131,3 %. Argentina, Brasil, China e Estados Unidos concentraram 74,5 % da produção mundial em 2003 (Da SILVA, 2005).

Tabela 1. Produção mundial de óleo de soja segundo os principais países produtores – 1980 – 2003 (em 1000 t).

Ano	Argentina	Brasil	China	EUA	Outros	Mundo
1980	132	2303	610	5490	4570	13105
1985	615	2573	840	5202	4751	13981
1990	1143	2674	920	5899	5019	15655
1995	1599	3875	1338	7082	5879	19773
2000	3130	4030	2480	8090	7010	24740
2003	4380	5110	4730	8360	7730	30310

Fonte: FAO (2003) – Adaptação

A área colhida da soja está concentrada em quatro países (Estados Unidos, Brasil, Argentina e China), dentre esses o Brasil continua o processo de expansão de sua área, ocorrendo estabilização na Argentina e queda na China e nos Estados Unidos. O Brasil ainda dispõe de terras que podem ser incorporadas a esse processo produtivo (Da SILVA, 2005).

O óleo de soja é o mais importante óleo vegetal produzido no mundo, por apresentar alta qualidade e baixo custo (HUI, 1996). Sua composição média quando bruto e depois de refinado é mostrada na Tabela 2.

A composição média dos seus ácidos graxos é bem abrangente especialmente em insaturados, contendo altos teores em ácido oléico e linoléico e em menor teor o ácido linolênico, (Tabela 3).

Tabela 2. Composição média do óleo bruto e refinado de soja.

Componentes	Óleo Bruto	Óleo Refinado
Triacilgliceróis (%)	95-97	> 99
Fosfolipídios (%)	1,5-2,5	0,003-0,045
Matérias insaponificáveis (%)	1,6	0,3
Ácidos graxos livres em ácido oléico (%)	0,3-0,7	< 0,05
Traços de metais		
Ferro (mg/kg)	1,3	0,1-0,3
Cobre (mg/kg)	0,03-0,05	0,02-0,06

Fonte. Adaptado de Hui, 1996

3.2.1 Preparação dos grãos para extração

A primeira etapa do processo de obtenção de óleo é a limpeza e separação de materiais estranhos por peneiras vibratórias com câmaras de aspiração pneumáticas, que removem partículas mais leves agregadas à superfície dos grãos. Normalmente, as cascas dos grãos de soja devem ser removidas. No processo de descascamento, os grãos devem primeiro passar por secadores até atingir 10% de umidade e preferencialmente permanecerem acondicionados em silos por até 10 dias, para então os grãos passarem pelos quebradores e separadores de cascas (HUI, 1996).

Tabela 3. Composição em massa em ácidos graxos no óleo de soja.

Componentes	Composição em massa de ácidos graxos (%)	
	Variação	média
Saturados		
Láurico	-	0,1
Mirístico	< 0,5	0,2
Palmítico	7 – 12	10,7
Esteárico	2 – 5,5	3,9
Araquídico	< 1,0	0,2
Behênico	< 0,5	-
Total		15,0
Insaturados		
Palmitoléico	< 0,5	0,3
Oléico	20 – 50	22,8
Linoléico	35 – 60	50,8
Linolênico	2 – 13	6,8
Gadoléico	< 1,0	-
Total		80,7

Fonte: Adaptado de Hui, 1996

3.2.2 Extração

Após a preparação das sementes de soja, o óleo pode ser extraído pelos três processos mais comuns: prensagem hidráulica, prensagem por *expeller* e extração por solvente (HUI, 1996).

O processo mais utilizado consiste na transformação da semente em flocos e posterior extração do óleo por solvente, usualmente hexano, que posteriormente é destilado e reutilizado no processo (LANDERS e RATHMANN, 1981).

3.3 REFINO CONVENCIONAL DE ÓLEO DE SOJA

O óleo bruto de soja é constituído de até 95% de triacilgliceróis além de outros componentes tais como os fosfolípidios, ácidos graxos livres, pigmentos, esteróis, carboidratos, proteínas e seus produtos de degradação. Essas substâncias podem provocar odor, sabor e cor indesejáveis e reduzir a vida de prateleira do óleo (ALICIEO *et al.*, 2002).

O refino deve remover ou reduzir, tanto quanto possível, todas as substâncias que podem afetar a qualidade do produto final e a eficiência do processo. (GUNSTONE *et al.*, 1994).

Essas impurezas são removidas nas várias etapas do refino químico convencional que são a degomagem, neutralização, lavagem, secagem, clarificação, filtração e desodorização (SUBRAMANIAN *et al.*, 1998).

3.3.1 Degomagem

A degomagem ou remoção dos fosfolípidios prepara o óleo de soja para o refino químico (cáustico) ou físico, evitando a formação de precipitado durante o armazenamento ou transporte além de produzir lecitina comercial. Essa degomagem ocorre pela adição de água numa proporção adequada à de fosfolípidios presente no óleo bruto.

A quantidade de água é calculada com base em 75% da quantidade de fosfolípidios. Num processo tradicional contínuo, o óleo aquecido a 70–80 °C entra juntamente com a água num misturador, e a mistura segue a um reator, onde permanece por 15 – 30 minutos sendo então a mistura centrifugada (HERNANDES, 2003)

Esse método às vezes é preferido devido ao menor tempo de processo requerido, no entanto ele não consegue remover completamente os fosfolipídios não hidratáveis. (SESSA *et al.*, 1977).

O método de degomagem “long mix” é recomendado para assegurar a completa remoção dos fosfolipídios hidratáveis e não hidratáveis. A remoção dos não hidratáveis pode ser realizada pela adição de ácido fosfórico ou cítrico à temperatura ambiente, em dosagens de 0,05 e 0,1% (m/m óleo bruto). O tempo de contato depende da eficiência do misturador (HERNANDES, 2003).

Nessa degomagem ácida, em que a hidratação dos sais do ácido fosfatídico é aumentada pela adição do ácido fosfórico ou cítrico, o teor de fósforo se torna menor, chegando ao redor de 50 mg/kg (DIOSADY *et al.*, 1982).

Já o processo patenteado de super-degomagem largamente utilizado pela indústria, produz óleo com teor de fósforo no máximo de 30 mg/kg (SEGERS, 1982).

3.3.2 Neutralização

O primeiro passo de uma indústria de refino de óleos comestíveis é neutralizar os ácidos graxos livres, presentes no óleo bruto. (LAWSON, 1994).

Essa etapa representa o estágio mais delicado e difícil do ciclo do refino. Os métodos, de desacidificação química, física e de miscela têm sido utilizados pela indústria (MANJULA e SUBRAMANIAN, 2006).

O mais importante e também o mais praticado método de refino é o tratamento alcalino do óleo (HUI, 1996). Durante esse processo químico de desacidificação, existem sempre perdas consideráveis de óleo neutro, esteróis, tocoferóis e vitaminas, além de parte do óleo ficar retido nos resíduos de sabão gerando problemas de poluição ambiental (MANJULA e SUBRAMANIAN, 2006).

A adição de solução cáustica concentrada com 10 – 20 Bé ao óleo degomado deve ocorrer inicialmente sob agitação vigorosa, sendo então a mistura mantida por 10-15 minutos sob agitação reduzida. O óleo deve ser aquecido até a temperatura de 65 °C num trocador a placas para somente então passar pela centrífuga.

O óleo já neutralizado sofre uma lavagem num tanque com adição de 5-10 % de água (deionizada) a 90°C sendo então centrifugado novamente. Essa operação é realizada imediatamente para evitar a emulsificação da água com o óleo. O óleo lavado é pulverizado dentro de um tanque sob vácuo (25-29 polegadas de Hg) a 82 °C. Essa operação remove instantaneamente a água residual presente no óleo (HERNANDES, 2003).

3.3.3 Clarificação

O processo de clarificação térmica de óleos e gorduras é na verdade um processo de adsorção que remove cor e muitas outras pequenas impurezas. O tratamento de óleo refinado com adsorvedores clarificantes remove pigmentos, compostos metálicos, sabão residual e pequenas quantidades de compostos oxidantes que não foram removidos pela etapa de neutralização (HUI,1996).

Nos últimos anos as terras e argilas naturais tem sido substituídas, ou por argilas ativadas com ácidos ou por terras que têm um poder clarificante muito maior. O carvão ativado também é utilizado, porém em escala menor (LAWSON, 1994).

O óleo neutralizado e lavado sempre contém umidade, mesmo tendo sido submetido à centrifugação. O óleo é seco no clarificador a uma temperatura de 80-90 °C, sob vácuo (30 mm Hg) por 30 minutos. Adiciona-se então uma quantidade apropriada de terra clarificante ao óleo com temperatura de 80-95 °C sob agitação contínua por 20-30 minutos, sendo o óleo resfriado a 60-78 °C e filtrado em filtro prensa. As altas temperaturas facilitam a clarificação térmica reduzindo a quantidade de terras clarificantes de 2-3% para 0,1-0,5% (MORETO e FETT, 1998).

3.3.4 Desodorização

A desodorização de óleos e gorduras é realizada principalmente por meio da destilação sob vácuo. O princípio é remover o teor residual de ácidos graxos livres, aldeídos e cetonas que constituem os componentes voláteis de sabor e odor. Contaminantes como os hidrocarbonetos aromáticos de baixo peso molecular também são removidos (CEJPEK *et.al.*,1998).

O desodorizador mais utilizado nas indústrias de médio e grande porte é semi-contínuo do tipo “Girdler”. O equipamento possui bandejas internas, onde nas primeiras o óleo é pré-aquecido, nas intermediárias, aquecido à temperatura de 230-240 °C com insuflação de vapor direto e na última resfriado a 40-50 °C. O óleo permanece em cada bandeja por cerca de meia hora, passando de uma para outra bandeja por controle automático (MORETO e FETT, 1998).

A desodorização é a etapa do refino que aumenta os níveis de ácidos graxos trans devido à temperatura e o tempo de aquecimento (GARCÍA *et.al.*, 2006).

3.4 MEMBRANAS

Os métodos de filtração utilizados nos processos de separação por membranas são: a filtração convencional (dead end) e a filtração tangencial. Em quase todos os processos com membranas é utilizado o princípio da filtração tangencial, o fluxo paralelo à superfície da membrana. Comparando-se os dois métodos (Figura 1), verifica-se que na filtração tangencial também há uma diminuição de fluxo com o tempo, porém, mais branda, tornando este sistema mais eficiente, além de permitir o processamento de grandes volumes de fluído (CUPERUS e NIJHUIS, 1993).

Membranas são filmes poliméricos ou inorgânicos semi-permeáveis, que servem como barreiras para filtração em escala molecular, cuja seletividade à passagem de solutos em soluções homogêneas está relacionada com as dimensões da molécula, com o tamanho do poro da membrana, bem como à difusividade do soluto na matriz (material que constitui a membrana) e às cargas elétricas associadas (FRIELDLANDER e RICKES, 1966).

O processo de filtração por membranas consiste da separação de componentes de um líquido pressurizado através de uma membrana. Para se entender o princípio do processo, considera-se que a membrana, quando colocada entre as duas fases, permite a permeação de solvente e/ou soluto, desde que haja uma força motriz que provoque este fluxo. Esta força motriz pode existir devido a diferenças de concentração, pressão, potencial elétrico e temperatura. Nas operações dirigidas por diferenciais de pressão tais como filtração clássica (FC), microfiltração (MF) e ultrafiltração (UF), a separação das partículas e macromoléculas ocorre em função de suas dimensões ou massas moleculares médias.

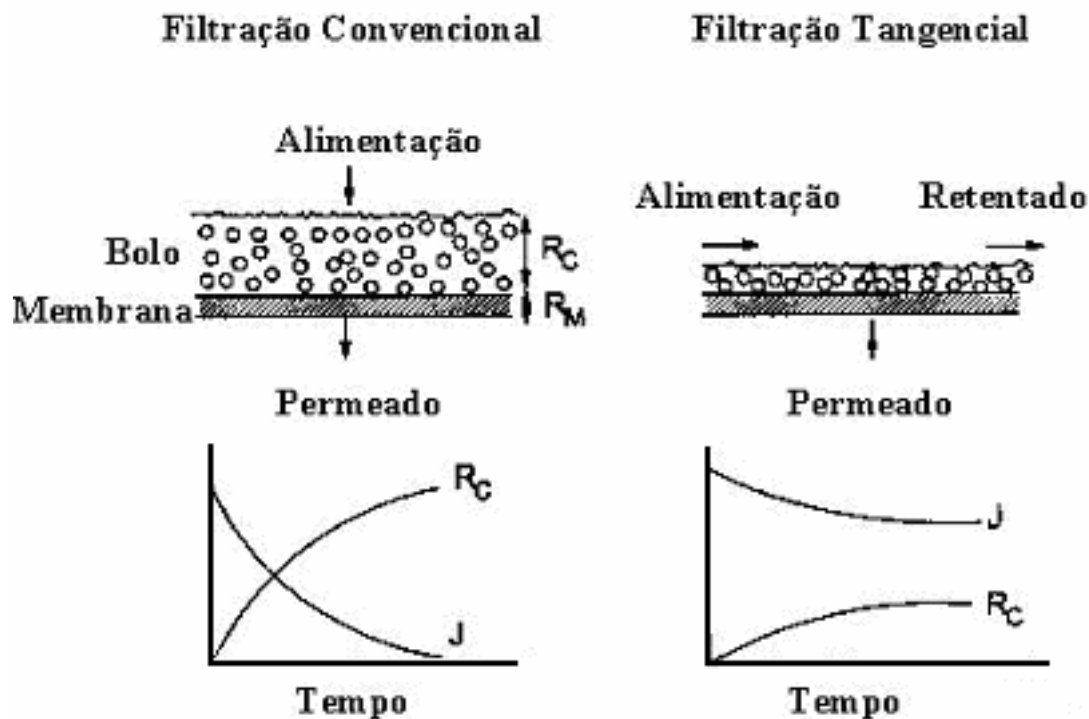


Figura 1 – Diferença entre a filtração convencional e a filtração tangencial. R_C é a resistência do bolo formado na membrana, R_M é a resistência da membrana e J é o fluxo de filtrado ou permeado. Fonte: CHERYAN, (1998).

Já na nanofiltração (NF) e Osmose Reversa (OR), pequenas moléculas são separadas também em função de um mecanismo de solução-difusão no material da membrana (figura 2). Entretanto, em todos os casos ocorrem sempre interações entre o material da membrana e o soluto (FRIEDLANDER e RICKES, 1966; STRATHMANN, 1990).

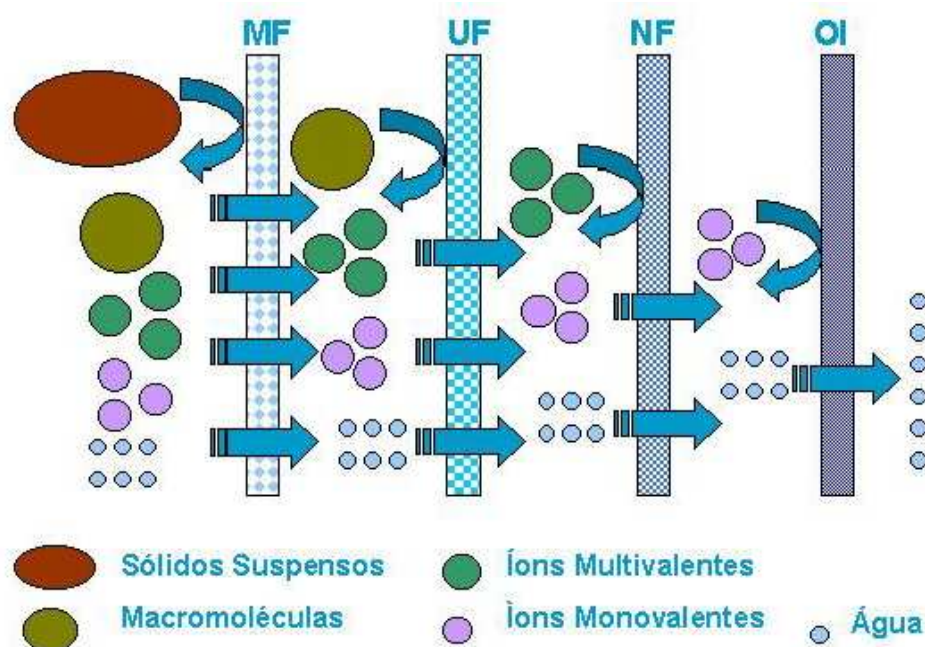


Figura 2 - Tipos de membranas de filtração. Fonte: BHATTACHARJEE, *et al.*, 1999.

3.5 CLASSIFICAÇÃO DAS MEMBRANAS

Morfologicamente, as membranas podem ser classificadas em anisotrópicas e isotrópicas. Membranas isotrópicas ou simétricas apresentam poros de tamanho uniforme ao longo de todo o perfil da membrana. Membranas assimétricas ou anisotrópicas possuem uma camada fina de 0,1 a 0,2 μm de espessura, que realiza a separação e determina o fluxo, com tamanho de poro variável (CHERYAN, 1998; DZIEZAK, 1990).

Outra importante diferença entre membranas assimétricas e simétricas está na definição e caracterização dos limites de retenção. A retenção das membranas simétricas é dada em função do seu diâmetro equivalente ao poro de máximo tamanho, enquanto que para as membranas assimétricas essa retenção é expressa como razão nominal que se refere a um tamanho molecular ou massa molecular de corte acima da qual haverá uma determinada percentagem de retenção do soluto na solução de alimentação sob condições controladas (CHERYAN, 1986).

3.6 SELEÇÃO DAS MEMBRANAS

Alguns fatores devem ser considerados na seleção de membranas, tais como serem aprovadas para o uso em alimentos, terem durabilidade, disponibilidade e baixo custo. Membranas poliméricas tem uma vida útil de menos de 1 ano e as membranas cerâmicas de 5 a 7 anos sob uso contínuo (FEUERPEIL,1993). Devem ser consideradas também a configuração, material e a massa molecular de corte (MAIER *et al.*, 1994).

O desenvolvimento das chamadas membranas de terceira geração, conhecidas como membranas minerais ou inorgânicas, veio atender às necessidades de processos que utilizam pressões elevadas ou filtração de soluções quimicamente agressivas ou ainda que necessitam no processamento, de altas temperaturas. Estas membranas são preparadas a partir da síntese de pós extremamente finos, geralmente zircônia ou alumina (PETRUS, 1997).

3.7 CONFIGURAÇÕES

Segundo Cheryan (1998), os usuários da tecnologia de membranas podem escolher seis configurações básicas de equipamentos de filtração: 1) unidade de placas; 2) módulos em espiral; 3) cartucho de folhas plissadas; 4) tubular, com diâmetro de tubo maior que 4mm; 5) fibras ocas, com diâmetro do capilar de 0,2 – 3mm e 6) módulos rotativos.

Existe um número muito grande de materiais de membrana que podem ser utilizados na construção de membranas tubulares. A Figura 3 é um exemplo de membrana cerâmica multicanais. As membranas tubulares possuem diâmetro maior e são montadas em estruturas de formas variadas, similares às membranas capilares ou de fibra oca, isto é, com canais cilíndricos paralelos com transferência de massa pelas paredes dos cilindros. Devido ao seu maior tamanho, há mais opções para prendê-los ao redor do espelho (PELLEGRINO e SIKDAR, 1997).

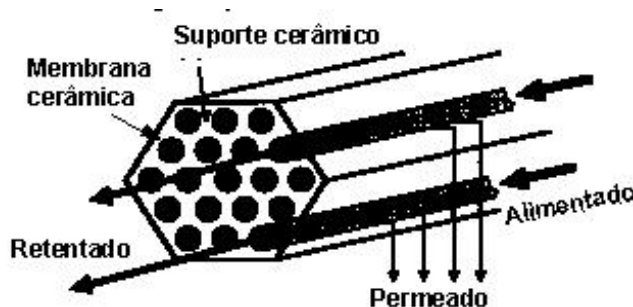


Figura 3 - Membrana em cerâmica. Fonte: PELLEGRINO e SIKDAR (1997).

3.8 FLUXO DE PERMEADO

Segundo CHERYAN (1998), existem 4 fatores principais que afetam o fluxo de uma membrana: pressão de operação, concentração da alimentação, temperatura e velocidade de escoamento do fluido. Tanto para MF como para UF, a pressão transmembrana proporciona aumento no valor do fluxo de permeado, até que se atinja um valor limite, no qual qualquer aumento na pressão acarretará apenas aumento da camada gel polarizada e do *fouling*, mantendo o fluxo constante em função da pressão. O aumento da temperatura diminui a viscosidade do fluido e aumenta a difusividade, portanto melhora o fluxo de permeado, porém em temperaturas muito altas pode haver precipitação de sais na superfície da membrana, intensificando o *fouling* e conseqüentemente diminuindo o fluxo.

A utilização de maior velocidade tangencial tende a desorganizar os solutos depositados sobre a superfície da membrana. A utilização de baixas pressões evita a compactação da camada de gel, reduzindo assim o bloqueio dos poros (PORTER, 1990).

De acordo com MARSHALL & DAUFIN (1995), o declínio no fluxo de permeado durante o processo de UF ocorre em três etapas, como indicado na Figura 4. Nos primeiros minutos ocorre uma rápida diminuição no fluxo devido à polarização da concentração (período 1). Em seguida, ocorre uma etapa intermediária (período 2) conhecida como *fouling* e posteriormente tem-se uma terceira etapa (período 3), denominada consolidação do *fouling*, que apresenta uma lenta diminuição do fluxo.

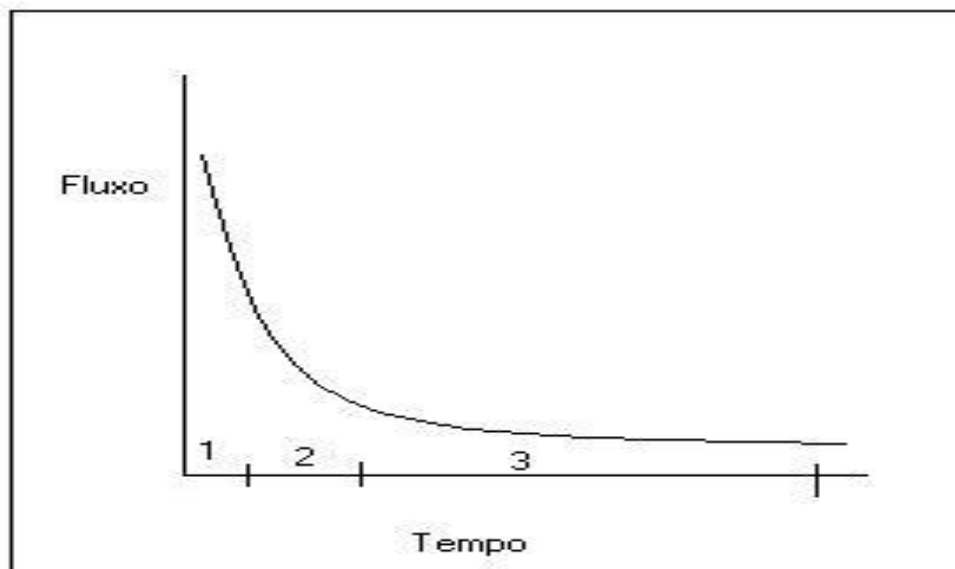


Figura 4 - Estágios do declínio do fluxo de permeado durante a UF. Fonte: MARSHALL & DAUFIN (1995)

A porosidade da membrana está relacionada não com o tamanho de poros mas com a relação entre a quantidade de vazios em sua estrutura. Quanto maior a porosidade da subcamada, menor será a resistência ao fluxo de solvente através da membrana. A determinação do diâmetro médio dos poros de uma membrana, característico da superfície filtrante de membrana é de grande importância para sua caracterização (PETRUS, 1997).

O fluxo de permeado é diretamente proporcional à pressão aplicada e inversamente proporcional à viscosidade. A viscosidade pode ser controlada por dois fatores: concentração de sólidos na alimentação e temperatura. Sob determinadas condições restritas, o aumento da pressão ou da temperatura ocasiona aumento de fluxo de permeado. Entretanto, a utilização de elevadas pressões pode ocasionar a compactação da camada de gel aumentando a incrustação (*fouling*) da membrana (CHERYAN, 1986).

3.9 APLICAÇÃO DA TECNOLOGIA DE MEMBRANAS NO REFINO DE ÓLEOS VEGETAIS

O processo de purificação de óleos comestíveis por membranas é uma área de grande potencial devido à redução do consumo de energia. Entretanto barreiras relativas ao custo fixo e operacional têm impedido a aplicação com sucesso da separação por membranas em processos alimentícios em geral (SUBRAMANIAN e NAKAJIMA, 1997).

Através da utilização de membranas, em substituição ou complementação ao processo convencional de degomagem, neutralização e clarificação, poder-se-ia gerar uma economia de 15 a 21 trilhões de Btu/ano em consumo de energia. A utilização de membranas apresenta também outras vantagens em relação ao processo convencional de refino, como a redução da perda de óleo neutro e da utilização de terras branqueadoras (KOSEOGLU & ENGELGAU, 1990). A Figura 5 mostra os processos de obtenção de óleos refinados pelo processo convencional e pelo processo com a utilização de membranas em várias etapas.

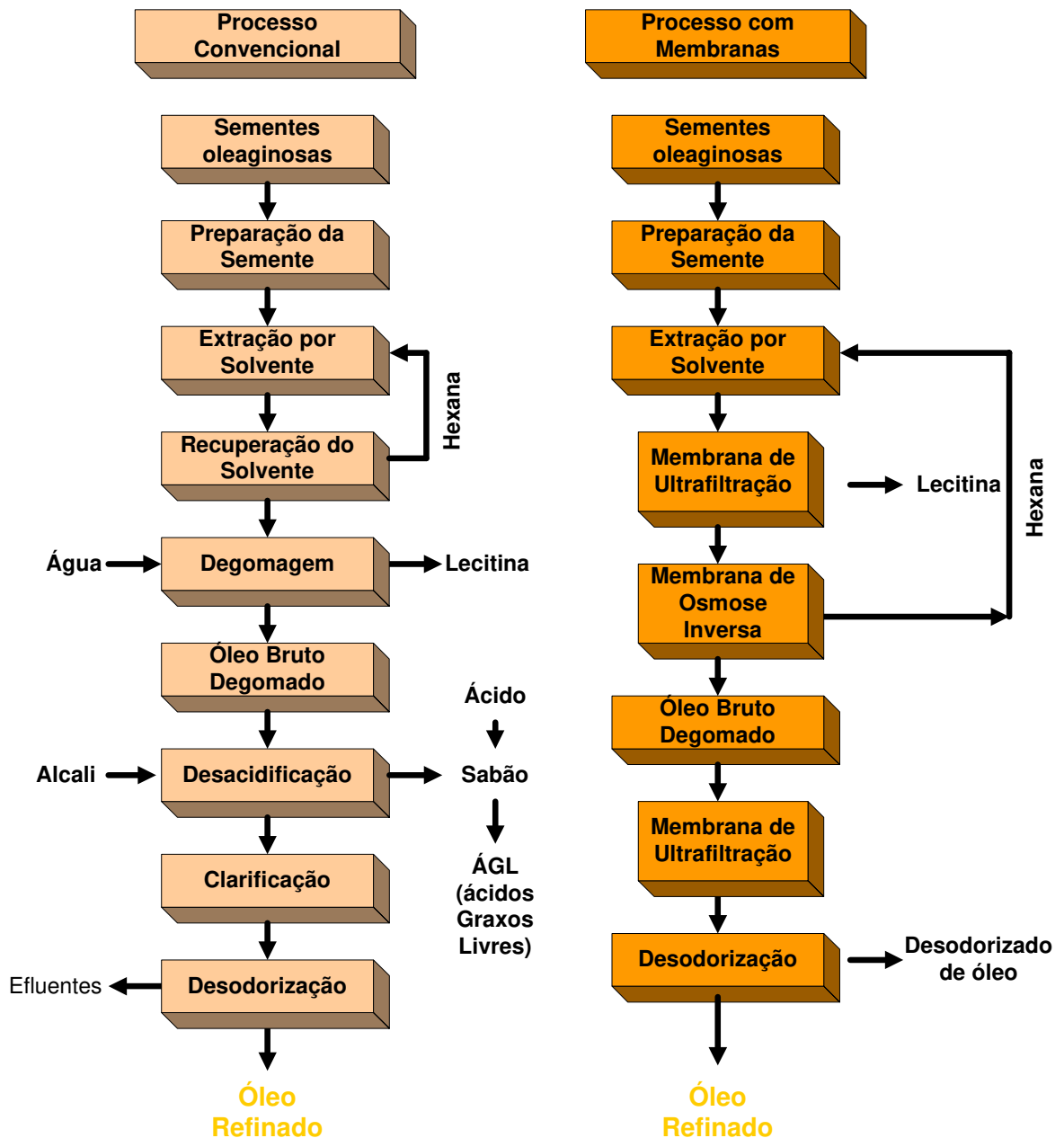


Figura 5 – Comparação do processamento de óleos vegetais pelo método tradicional e pelo de membranas. Fonte: Adaptado de CHERYAN (1998).

Estudos foram realizados com óleos de soja e de canola com membranas de polisulfona e poliimida. As membranas retiveram fosfolipídios, gerando um permeado com menos de 240 mg/kg sem qualquer pré-tratamento ou diluição do óleo em solvente orgânico. Estudos com óleo de soja mostraram que a retenção dos fosfolipídios foi acima de 96% (SUBRAMANIAN e NAKAJIMA, 1997).

Lin *et al.* (1997), avaliaram o fluxo de permeado e as propriedades de retenção de duas membranas (DS-7 e ANO3). Os parâmetros de processo incluindo pressão, temperatura, vazão e fator de concentração foram examinados. Retenção de 99,6% de fosfolipídios e fluxo de $26,81 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ foram encontrados à pressão de 300 psi, temperatura de 40 °C e vazão de 220 L/h usando a membrana DS-7. Também foi observada uma redução significativa no teor de pigmentos.

Num outro estudo, PAGLIERO *et al.* (2001) testaram duas membranas poliméricas de ultrafiltração na degomagem de óleo bruto de soja. Os resultados mostraram que as membranas testadas foram adequadas para remover fosfolipídios da miscela de óleo-hexano nos intervalos de temperatura e pressão transmembrana estabelecidas. Ambas membranas apresentaram alta seletividade na remoção dos fosfolipídios com redução moderada de pigmentos no permeado.

Soares (2004) estudou o processo de degomagem de óleo de soja bruto por ultrafiltração, utilizando duas membranas cerâmicas em alumina com diâmetro de poro de 0,01 μm de 19 e 37 canais. Os resultados mostraram que o teor de fósforo na alimentação não exerceu efeito considerável no percentual de retenção dos fosfolipídios, entretanto apresentou efeito negativo sobre o fluxo de permeado nas duas membranas. Valores maiores de pressão trans-membrana (1,4 e 2,0) favoreceram o aumento de fluxo de permeado e de retenção de fosfolipídios para a membrana de 19 canais, enquanto que na de 37 canais ocorreu efeito positivo somente na retenção.

Souza (2004) verificou o efeito da temperatura e a influência da pressão transmembrana, da velocidade tangencial e da porcentagem do óleo na miscela sobre o fluxo de permeado e sobre a retenção de fósforo no processo de ultrafiltração de miscela de óleo bruto de milho por membrana cerâmica em alumina com diâmetro médio de poro de 0,05 μm de 19 canais. Os resultados mostraram que a velocidade tangencial e a pressão transmembrana não tiveram influência sobre a concentração de óleo nos permeados, que temperaturas mais altas proporcionaram um permeado mais concentrado em óleo e aumento no fluxo, porém com redução da retenção de fósforo.

Bei (2005) utilizou uma membrana cerâmica em alumina de procedência chinesa com diâmetro de poro de 0,01 μm de 19 canais na degomagem de óleo de soja. A velocidade tangencial variou de 2,9 a 3,9 m/s e a pressão transmembrana entre 1 e 2 bar. O fluxo de permeado variou de 21,5 a 40,5 L/m²h com fator de concentração de 3,2. Os resultados mostraram que a pressão transmembrana foi a única variável a afetar o fluxo de permeado.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATÉRIA-PRIMA

O óleo bruto de soja utilizado, pertencente a um mesmo lote, foi fornecido gentilmente pela Cargill Agrícola S.A. - Unidade Mairinque – SP em 5 embalagens metálicas de 16 kg cada uma,.

O hexano utilizado tanto para formação da miscela como para uso na limpeza das membranas e da Unidade Piloto de Ultrafiltração (UPU) eram das marcas Alkimia e Synth.

4.2 EQUIPAMENTOS

4.2.1 Unidade Piloto de Ultrafiltração (UPU) e Membranas

Os experimentos foram realizados na UPU (Figuras 6 e 7) do Laboratório de Óleos e Gorduras (LOG) do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) da Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA).

Todas as membranas cerâmicas utilizadas são assimétricas, multicamadas e constituídas de alumina (Al_2O_3). Suas especificações estão apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4. Características das membranas cerâmicas, fornecidas pela Netzsch, utilizadas na UF de miscela de óleo bruto de soja.

Diâmetro médio de poro (μm)	Quantidade de canais	Diâmetro de canais (mm)	Comprimento (mm)	Diâmetro da membrana (mm)	Área de permeação (m^2)
0,01	19	3,3	1000	25,5	0,20
0,01	37	2,0	1000	25,5	0,23
0,05	19	3,3	1000	25,5	0,20

As membranas foram montadas, individualmente, em uma UPU fabricada pela empresa NETZSCH, modelo 027.06-1C1/33-0200/Al (Figura 6), constituída de:

- Bomba de deslocamento positivo, com lóbulos em aço inoxidável AISI 316 com controlador de velocidade marca NETZSCH, modelo R47 AM 100, com pressão máxima de trabalho de 4 bar;
- Rotâmetro (400 a 5000 L/h) marca GEMÜ com escala calibrada para miscela de óleo de soja e hexano a 30 °C, 0,8 g/cm³ e 2 cP;
- Manômetros ZURICH com escala de 0 a 10 bar;
- Termômetro ZURICH com escala de 0 a 120 °C;
- Conjunto de válvulas borboletas sanitárias CASTINOX de 1”;
- Válvula diafragma de 1”;
- Tanque de alimentação encamisado em aço inox com capacidade máxima de 40 litros, com tampa;

Para a realização da UF foram utilizados os seguintes itens:

- Banho termostático (-30 a 199,9 °C) com variação de $\pm 0,1$ °C marca MGW Lauda, modelo C20;
- Balança digital com capacidade para 20 kg e precisão de 0,001 kg, marca MARTE, modelo LC20;
- Cronômetro marca Fisher Scientific;

A UPU foi montada sob uma coifa com sistema de exaustão, para minimizar totalmente os voláteis de hexano no ambiente, permitindo maior segurança durante a realização dos experimentos.

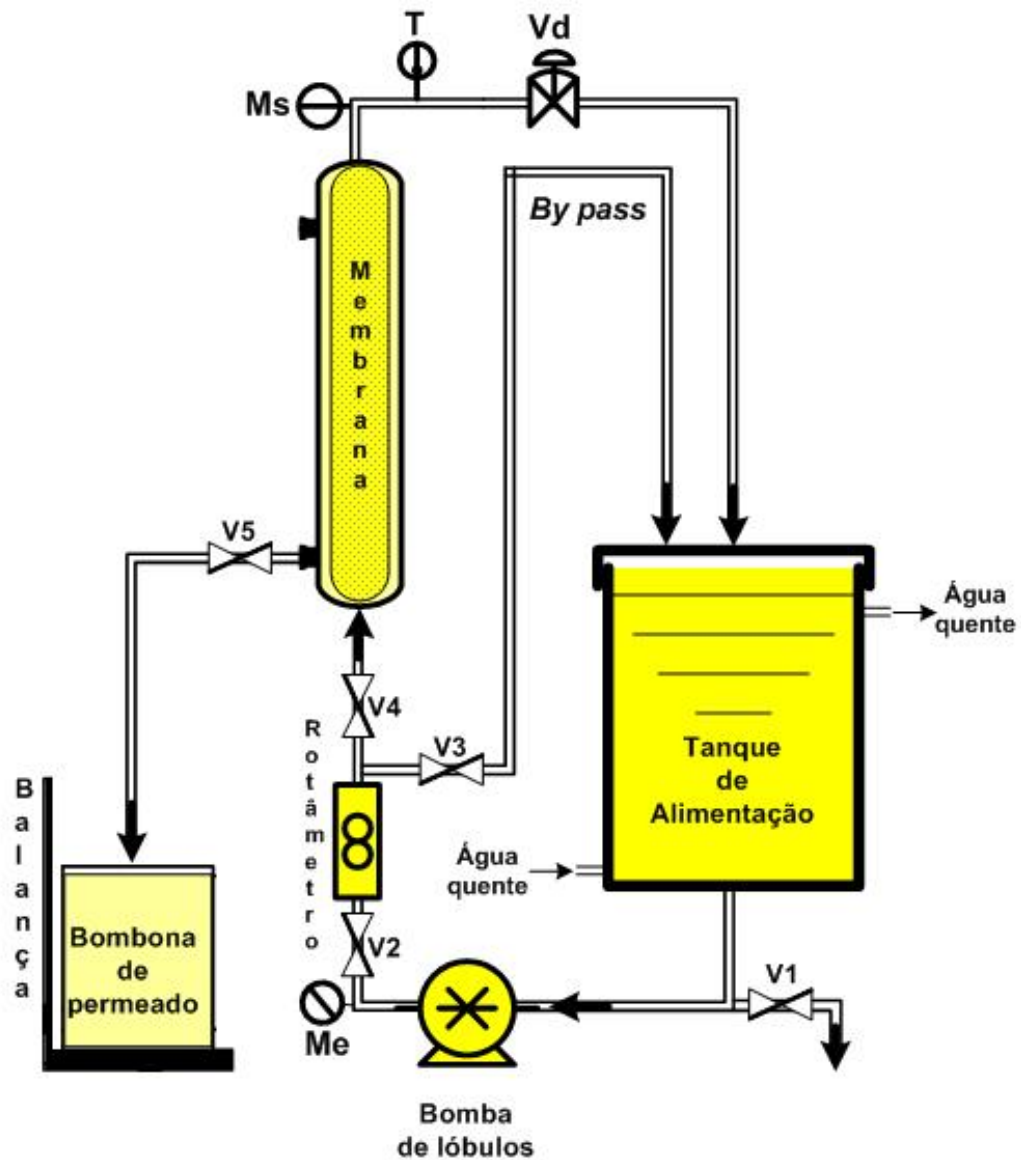


Figura 6 – Esquema representativo da Unidade piloto de Ultrafiltração .



Figura 7 - Foto da Unidade de Ultrafiltração

4.2.2 Equipamentos para Determinações Analíticas

Para determinação das análises das misturas de alimentação, permeados e retentados foram utilizadas vidrarias e os seguintes equipamentos:

- Balança analítica com capacidade para 210 g e precisão de 0,0001 g, marca Ohaus, modelo Adventurer;
- Espectrofotômetro UV/Visível, marca Perkin Elmer, modelo Lambda 20;
- Mufla, temperatura até 1300 °C, marca Heraeus, modelo Eletronic.
- Rotoevaporador marca Fisatom, modelo 802.

4.3 PREPARAÇÃO DAS MISCELAS

A fim de proporcionar maior uniformidade dos fosfolipídios presentes no óleo, todo experimento foi antecedido de aquecimento do óleo bruto a 65 °C sob agitação constante até sua total dissolução. Em seguida era resfriado ao redor de 40 °C e misturado ao hexano na própria UPU.

A preparação da miscela foi baseada na mesma proporcionalidade dos experimentos de Soares (2004) e Bei (2005), isto é, 4,6 kg correspondente a 31,7 % de Óleo bruto de soja e 9,9 kg de hexano puro. Esta proporção, foi utilizada em todos os experimentos realizados neste trabalho.

Soares (2004) concluiu que os percentuais de cada constituinte da miscela (óleo bruto de soja e hexano) no permeado e no retentado permaneceram próximos ao teor inicial da alimentação, indicando que praticamente não houve retenção de óleo.

4.3.1 Degomagem da Miscela por UF

O procedimento descrito a seguir, com base na Figura 6, foi utilizado para todos os experimentos realizados neste trabalho:

- Fechar todas as válvulas da UPU;
- Ligar banho termostático com *set point* ajustado para 40 °C;
- Abastecer tanque de alimentação com 9,9 kg de hexano;
- Abrir válvulas V2, V4 e Vd;
- Acionar bomba de lóbulos;
- Recircular hexano até chegar a 40 °C (evitar choque térmico a membrana);
- Ajustar parâmetros pré-definidos de pressão de entrada e de saída da membrana através da válvula Vd e vazão através do variador de frequência da bomba de lóbulos, orientando-se pelos manômetros M1, M2 e rotâmetro e a temperatura através do termômetro analógico T;

- Desligar bomba de lóbulos quase que simultaneamente com o fechamento da válvula V4 (evitar esvaziamento da membrana);
- Adicionar 4,6 kg de óleo de soja previamente aquecido a 40 °C.
- Abrir a válvula V3 (by pass);
- Recircular por um minuto para formação da miscela óleo/hexano.
- Desligar a bomba de lóbulos
- Fechar a válvula V3 e abrir as válvulas V4 e V5;
- Ligar a bomba de lóbulos
- Acionar o cronômetro assim que a miscela começar a entrar na bombona de permeado instalada sobre balança eletrônica.
- Ajustar imediatamente os parâmetros pré-definidos de pressão transmembrana e vazão (velocidade tangencial).
- Iniciar marcação de dados de fluxo de permeado a cada intervalo de tempo, previamente estabelecido, conferindo sempre a vazão, a temperatura e a pressão transmembrana.
- Desligar a bomba de lóbulos tão logo a balança eletrônica registre 9,670 kg, valor correspondente ao Fator de Concentração de 3,0 (ver definição no item 4.6.1).
- Fechar a válvula V5 imediatamente;
- Drenar todo retentado pela válvula V1;
- Coletar as amostras do retentado e do permeado para as análises de fosfolípidios.
- Iniciar imediatamente o procedimento de limpeza até atingir o fluxo de permeado característico da membrana em operação.

4.3.2 Procedimentos Gerais

Em todas as corridas alguns procedimentos se repetiram de forma semelhante, tais como:

- Antes do início das corridas com as membranas foi determinado o fluxo de hexano puro para comparação com o fluxo padrão de cada uma das membranas.
- Ao término das corridas, o retentado era recolhido em uma bombona plástica, e imediatamente dava-se o início ao enxágüe com hexano utilizado e limpeza da membrana com hexano puro, até alcançar o fluxo de permeado padrão.
- Entre um experimento e outro as membranas eram mantidas imersas em hexano puro.
- Ao esvaziar a UPU, coletavam-se amostras de permeado e retentado.

4.4 LIMPEZA DA MEMBRANA

Após o término de cada experimento as membranas foram imediatamente enxaguadas (passagem de hexano, da primeira limpeza, para retirar a maior parte das impurezas acumulada na membrana) e limpas com o mesmo solvente utilizado na formação da miscela (hexano). Esta limpeza foi realizada, até que o valor do fluxo de permeado padrão, medido com hexano puro em uma condição padrão, fosse alcançado; vide Tabela 5.

No caso de ter sido verificado que a limpeza ocorreu de forma incompleta, a membrana foi deixada imersa em hexano puro até recircular hexano novamente antes da realização do próximo experimento de ultrafiltração com a membrana.

Antes das medições de fluxo, procurou-se aguardar 15 segundos com a válvula de saída do permeado aberta, a fim de proporcionar estabilidade no fluxo. Ao atingir o regime iniciou-se a medição do fluxo.

Tabela 5. Caracterização das membranas e seus parâmetros em condições padrão, utilizando hexano puro.

Diâmetro médio de poro (μm)	Canais	PTM* (bar)	Vazão** (L/h)	Velocidade tangencial (m/s)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Fluxo de hexano ($\text{kg/m}^2\text{h}$)
0,01	19	1,0	2100	3,5	40	210,0
0,01	37	1,0	1.500	3,5	40	365,0
0,05	19	0,5	1.000	1,7	40	2.268

* PTM – Pressão transmembrana

** Vazão de alimentação

A operação de limpeza envolveu a adição de 12 L de hexano no tanque. Ao ser iniciado o processo de limpeza os 2 L iniciais de enxágüe da unidade foram descartados. Este procedimento teve como finalidade retirar a maior parte do material depositado na superfície da membrana e tubulação. Iniciou-se então, a recirculação do hexano a 40 $^{\circ}\text{C}$ por no máximo 40 minutos com a velocidade máxima e a pressão mínima permitidos pelo sistema, com a válvula de permeado fechada.

Quando a condição padrão não era alcançada repetia-se a operação de limpeza com hexano novo até que fosse atingido o fluxo de permeado padrão.

4.5 ANÁLISE DE FÓSFORO

O óleo bruto de soja da alimentação, retentados e permeados foram analisados segundo a metodologia da AOCS (1993), quanto ao teor de fósforo, Método AOCS Ca 19-86 e adaptado por ANTONIASSI & ESTEVES (1995). A conversão de fósforo para fosfolipídios é dada pela expressão:

$$\text{Teor de fosfolipídios} = 30 \times \text{Teor de fósforo.}$$

Antes de cada análise a amostra era submetida a aquecimento a 65 °C sob agitação constante, para que todo fosfolipídio se dissolvesse no óleo por completo.

4.6 PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO

4.6.1 Fator de Concentração (Fc)

O Fc é a razão entre a massa da miscela de alimentação (P_i) e a massa final de retentado (P_f) e é calculado pela equação 1.1, segundo Renner & Abd El-Salan (1991).

$$F_c = P_i / P_f \quad (\text{eq. 1.1})$$

O valor do Fc foi de 3,0, para uma massa inicial de miscela de 14,5 kg, devido à formação de vórtice no tanque de alimentação que impediu reduzir mais o volume de retentado, uma vez que poderia ocorrer a entrada de ar no sistema.

4.6.2 Coeficiente de Retenção

Indica a capacidade de retenção dos aglomerados de fosfolipídios pela membrana, sob determinadas condições operacionais. O coeficiente de Retenção (R), em porcentagem, é obtido segundo a equação 1.2.

$$R = [(C_{al} - C_{per}) \times 100] / C_{al} \quad (\text{eq. 1.2})$$

onde C_{al} e C_{per} são as concentrações de fósforo na alimentação e no permeado a FC 3,0, respectivamente.

4.6.3 Fluxo de permeado

O fluxo de permeado (J em $\text{kg m}^{-2} \text{h}^{-1}$) é calculado pela equação 1.3.

$$J = M_{ac} / A \cdot t \quad (\text{eq. 1.3})$$

Onde: M_{ac} é a massa de permeado acumulado (kg) no tempo “t” (h) e A é a área de permeação da membrana (m^2).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

O teor de fósforo encontrado no óleo bruto de soja utilizado na formação das mistelas foi de 950 ± 5 mg/kg e considerando o fator de transformação, já citado no item 4.5, representa um teor de fosfolípidios de 28.500 mg/kg. Todas as análises de fósforo foram realizadas em triplicata.

Estes valores são considerados elevados em relação aos obtidos normalmente pela indústria.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DA MEMBRANA 0,05 μm COM HEXANO PURO

Conforme pode ser visto pela Tabela 6 para $T = 40^\circ\text{C}$ e $\text{PTM} = 0,5$ bar não houve grande alteração no fluxo de permeado com a variação da velocidade tangencial de escoamento de 1,0 até 3,4 m/s, apresentando um desvio padrão de apenas 50. Por outro lado ao se trabalhar com uma PTM de 0,35 bar, uma diferença de apenas 0,15 bar de pressão com velocidade tangencial ainda maior de 5,5 m/s, o fluxo passou para 1323 $\text{kg/m}^2\text{h}$, um valor muito inferior à média dos fluxos à pressão de 0,5 bar que foi de 2300 ± 50 $\text{kg/m}^2\text{h}$.

Tabela 6. Resultados da caracterização da membrana de 0,05 μm de 19 canais com hexano puro e seus respectivos parâmetros.

Corridas para caracterização	Temperatura ($^\circ\text{C}$)	Vazão (L/h)	Velocidade tangencial (m/s)	Pressão Entrada (bar)	Pressão Saída (bar)	PTM (bar)	Fluxo de hexano ($\text{kg/m}^2\text{h}$)
Ac 1	40	3200	5,5	0,70	0	0,35	1323
Ac 2	40	2000	3,4	0,65	0,40	0,50	2358
Ac 3	40	1600	2,7	0,50	0,50	0,50	2250
Ac 4	40	1000	1,7	0,55	0,45	0,50	2268
Ac 5	40	600	1,0	0,50	0,45	0,50	2322

5.3 EFEITO DOS PARÂMETROS DE CONTROLE DA UPU

5.3.1 Membrana de 0,01 µm de 19 canais

O início de cada experimento realizado com esta membrana foi antecedido por uma confirmação de fluxo de permeado padrão com hexano puro (Tabela 5), isso devido a esta membrana já ter sido caracterizada quando da realização do trabalho de Soares, 2004.

A tabela 7 mostra a influência da variação da PTM e da velocidade tangencial no fluxo, no teor de fósforo do permeado e no coeficiente de retenção.

Nota-se que o fator de concentração do experimento C1 difere dos demais experimentos. Isso foi devido à formação acentuada de vórtice causado pela alta vazão da miscela no retorno ao tanque de alimentação, provocando a formação de bolhas de ar dentro do sistema e conseqüentemente causando cavitação, levando à interrupção prematura da corrida.

Apesar do menor fator de concentração do experimento C1, o fluxo de permeado foi inferior ao obtido pelo experimento C3 com fator de concentração de 3,0, uma diferença de aproximadamente 23 %, devido à baixa pressão.

Tabela 7. Resultados dos experimentos realizados com a membrana 0,01 µm de 19 canais e temperatura = 40 °C.

Experimentos	FC	Velocidade (m/s)	PTM (bar)	Fluxo de permeado* (kg/m ² h)	Teor de fósforo no permeado (mg/kg)	Coeficiente de retenção (%)
C1	2,3	5,6	0,6	31,3	82,7	91,4
C2	3,0	1,7	3,3	52,5	5,3	99,4
C3	3,0	3,4	2,0	70,9	12,3	98,7
C4	3,0	1,7	1,0	38,5	30,6	96,8

* Fluxo acumulado

Os dados das corridas dos experimentos C1, C2, C3 e C4 realizados com a membrana 0,01 µm de 19 canais podem ser visualizados nos anexos 1, 2, 3 e 4.

Verificou-se que o experimento C2 foi o único a atender as especificações da indústria que utiliza o refino físico, quanto ao teor de fósforo presente no óleo que deve ser menor que 10 mg/kg (SNAPE e NAKAJIMA, 1996). O coeficiente de retenção foi de 99,4%, com um fluxo de aproximadamente 52 kg/m²h sob efeito da pressão de 3,3 bar e velocidade tangencial de 1,7 m/s.

Os experimentos C3 e C4 atenderam à indústria que utiliza o refino químico, que exige teor de fósforo entre 30 e 45 mg/kg (HUI, 1996). Como o experimento C3 apresentou maior fluxo com menor pressão, mas maior velocidade que o C2, pode ser considerado o experimento que apresentou melhor performance (custo x benefício).

Analisando-se os experimentos C2 e C4 (Tabela 7), observou-se que para uma mesma velocidade (1,7 m/s) o aumento da pressão de 1,0 para 3,3 bar provocou um aumento no fluxo de permeado em aproximadamente 36%, além disso, o teor de fósforo no permeado reduziu-se de 30,6 para apenas 5,3 mg/kg, uma diferença de 25,3 mg/kg ou 6 vezes menor que o citado por SEGERS (1982), comumente obtido nas indústrias. Essa redução pode ser consequência de uma camada de polarização mais compacta, com maior retenção de fosfolipídio, pelo aumento da pressão.

Ao avaliar os experimentos C4 e C1 percebeu-se que ao aumentar em 3 vezes a velocidade, de 1,7 para 5,6 m/s, e diminuindo-se a PTM de 1,0 para 0,6 bar o fluxo de permeado reduziu em 23%, de 38,5 para 31,3 kg/m²h, já o teor de fósforo no permeado teve um acréscimo de 30,6 para 82,7 mg/kg, uma diferença de 52,1 mg/kg. Estes resultados mostram que a influência da velocidade é muito menor do que a da PTM, tanto no fluxo como na retenção de fósforo (efeito da pressão na camada de polarização depositada sobre a membrana).

Observou-se uma tendência de que para pressões transmembrana menores do que 1,0 bar, mesmo triplicando a velocidade, os fluxos de permeado permaneceram praticamente inalterados, pois a turbulência causada pelo aumento da velocidade tangencial sob baixas pressões não conseguiu superar o efeito positivo da pressão sobre o fluxo de permeado. Isso não ocorreu quando essas pressões estiveram acima de 2,0 bar, onde um aumento da velocidade tangencial influenciou significativamente o fluxo de permeado. Cheryan (1986) afirmou que uma maior velocidade tangencial promove uma maior turbulência, revolvendo parte das partículas concentradas na camada de gel polarizada reduzindo sua espessura e conseqüentemente, aumentando o fluxo de permeado através da membrana.

Por outro lado, enquanto uma maior pressão transmembrana favoreceu o aumento no fluxo de permeado, ao atingir 2,0 bar, passou a promover uma maior compactação da camada gel polarizada, o que reduziu o fluxo de permeado através da membrana, mas aumentou o coeficiente de retenção de fósforo.

Comparando-se os parâmetros do experimento C3, com um dos experimentos de Soares (2004), também realizado na membrana 0,01 μm de 19 canais, onde a velocidade tangencial (3,4 m/s), a pressão (2,0 bar) foram semelhantes, observou-se que o fluxo foi praticamente o mesmo (69,91 e 70,9 $\text{kg/m}^2\text{h}$), no entanto o teor de fósforo reduziu -se para 3,2 mg/kg, isto é foi 3,8 vezes menor que os 12,3 mg/kg obtidos para o experimento C3. Essa diferença ocorreu provavelmente, devido à diferença no teor de fósforo do óleo bruto de soja utilizado para realização do experimento C3 (955 mg/kg) e de Soares (2004) (735 mg/kg).

Tomando-se o mesmo experimento C3, porém agora comparando com um dos experimentos de Bei (2005), onde a velocidade e a pressão foram idênticas para a mesma membrana, observou-se uma diminuição no fluxo de 70,9 (C3) para 40,5 $\text{kg/m}^2\text{h}$ BEI (2005) e uma diminuição também no teor fósforo no permeado de 12,3 para 2,2 mg/kg, respectivamente.

Observando-se a Figura 8, nota-se que as curvas correspondentes aos experimentos C1, C2, C3 e C4 apresentaram-se como típicas de queda de fluxo em relação ao tempo, segundo MARSHALL & DAUFIN (1995), i.é., logo após o início dos experimentos ocorreu um declínio abrupto devido à polarização da concentração na superfície da membrana, em seguida o declínio se tornou mais suave, etapa essa onde ocorreu a formação do *fouling* no interior dos poros da membrana e finalmente a tendência de estabilização, ou queda suave do fluxo de permeado até o término da corrida.

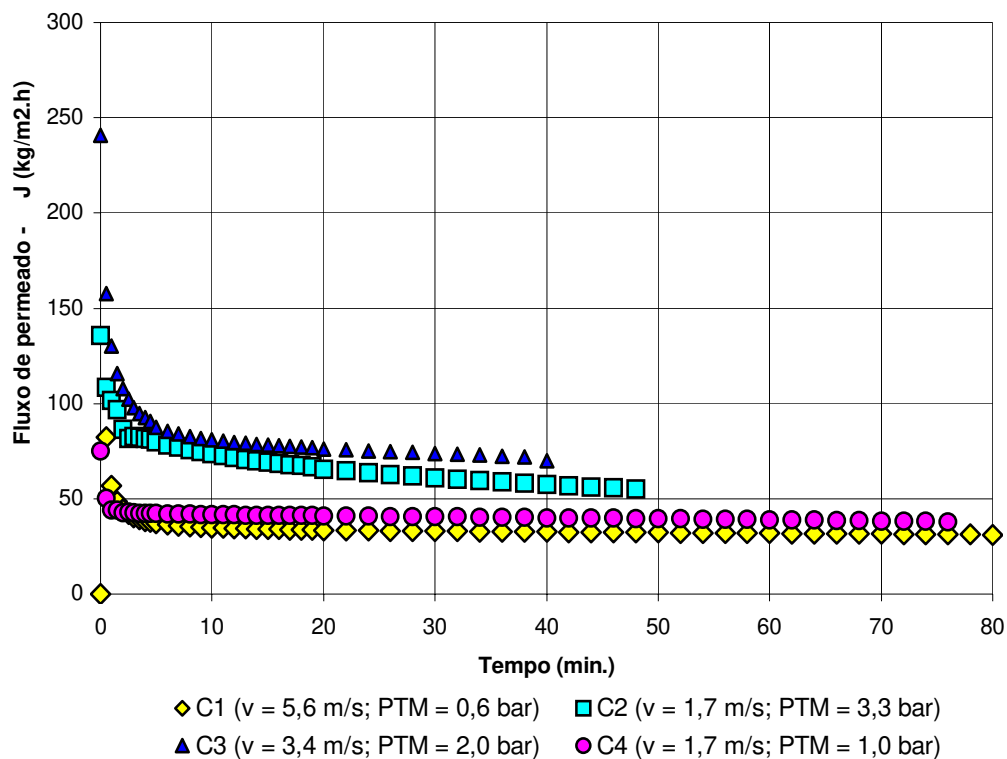


Figura 8 - Curvas dos fluxos de permeado acumulado, obtidas nos experimentos C1, C2, C3 e C4 para membrana 0,01 μ m de 19 canais e temperatura = 40 °C.

As curvas dos experimentos C2 e C3 mostram maior fluxo de permeado em relação às curvas dos experimentos C1 e C4 influenciados pela maior pressão transmembrana. O tempo de corrida do experimento C3 foi de apenas 41 minutos comparado com o C2 que obteve 48 minutos; uma diferença de aproximadamente 17 % no tempo de corrida. Essa diferença corrobora com a tendência afirmada anteriormente, de que para maiores pressões transmembrana o aumento da velocidade tangencial influencia mais significativamente o fluxo de permeado, do que quando a membrana está exposta a pressões menores, pelo seu efeito na camada de polarização.

Na comparação dos experimentos C2 e C4, sob velocidade tangencial constante de 1,7 m/s, o experimento que apresentou maior pressão teve um melhor fluxo de permeado (52,48 kg/m²h) e melhor coeficiente de retenção.

Verificou-se que os experimentos C1 e C4 possuem menores fluxos de permeados e menores percentuais de retenção de fósforo devido suas pressões serem inferiores aos experimentos C2 e C3, no entanto apresentaram uma estabilidade de fluxo até o término das corridas, performance desejada pelas indústrias de óleos comestíveis.

O experimento que mostrou ter o maior fluxo de permeado foi o C3 por utilizar pressão (2,0 bar) e velocidade altas (3,4 m/s). Já os demais experimentos ou apresentaram pressão ou velocidade mais elevada ou ainda os dois com valores menores, porém o único a ter os dois valores médios (C3) apresentou o maior fluxo de permeado (70,90 kg/m²h). Assim o experimento C3 demonstrou possuir o melhor fluxo com um índice de retenção muito bom de 99,4% e um teor de fósforo no permeado de 12,3 mg/kg; valor situado dentro da faixa de aceitação na indústria de refino.

No experimento C2 foi utilizado o maior valor de pressão de todas as corridas realizadas, alcançando a melhor performance da membrana quanto a retenção de fósforo, (5,3 mg/kg), tendo ocorrido pela utilização da maior pressão uma compactação da camada depositada que diminuiu o fluxo porém aumentou o coeficiente de retenção dos fosfolipídios.

5.3.2 Membrana de 0,01 µm de 37 canais

Para os 4 experimentos realizados com essa membrana a etapa inicial de confirmação do fluxo de permeado padrão de hexano puro indicou o valor esperado de 365,0 kg/m²h (Tabela 5).

A Tabela 8 mostra a influência da variação da PTM e da velocidade tangencial no fluxo e no teor de fósforo do permeado, para FC igual a 3,0.

Analisando a Tabela 8, observa-se que mantida a pressão praticamente constante (experimentos C6 e C7), o aumento da velocidade de 3,4 para 5,1 m/s, praticamente não alterou o fluxo de permeado (31,3 e 33,5 kg/m²h), o mesmo ocorrendo para os teores de fósforo (36,4 e 40,5 mg/kg).

Tabela 8. Resultados dos experimentos realizados com a membrana 0,01 μm de 37 canais e temperatura = 40 $^{\circ}\text{C}$.

Experimentos	FC	Velocidade tangencial (m/s)	PTM (bar)	Fluxo de permeado* (kg/m ² h)	Teor de fósforo (mg/kg)	Coeficiente de retenção (%)
C5	3,0	3,4	2,0	53,0	7,5	99,4
C6	3,0	5,1	1,1	33,5	40,5	98,0
C7	3,0	3,4	1,0	31,3	36,4	98,1
C8	3,0	2,4	3,1	58,1	7,5	99,4

* Fluxo acumulado

Porém quando se compara o experimento C7 com o C5, onde a pressão transmembrana passou de 1,0 para 2,0 bar, mantendo-se a velocidade tangencial constante em 3,4 m/s, o fluxo aumentou de 31,3 para 53,0 kg/m²h (68,9%) e o teor de fósforo no óleo do permeado caiu de 36,4 para 7,5 mg/kg, dentro da faixa aceitável industrialmente. Estes resultados mostram nitidamente que o aumento da pressão transmembrana eleva o fluxo de permeado e também a retenção de fosfolipídio possivelmente pelo efeito da pressão na camada depositada.

Os dados das corridas dos experimentos C5, C6, C7 e C8 realizados com a membrana 0,01 μm de 37 canais podem ser visualizados nos anexos 5, 6, 7 e 8.

É interessante observar que a mesma tendência ocorrida com os experimentos realizados com a membrana de 19 canais, foi comprovada com a de 37 canais, i.é., a baixas pressões transmembrana (experimentos C6 e C7) e mesmo aumentando consideravelmente a velocidade (de 3,4 para 5,1 m/s) o fluxo de permeado praticamente não se alterou (31,3 e 33,5), o mesmo ocorrendo com a retenção de fósforo (98,1 e 98,0%).

Nos experimentos C5 e C8 observou-se que um aumento de pressão de 2,0 para 3,1 bar e uma diminuição da velocidade tangencial de 3,4 para 2,4 m/s provocou aumento de 10% no fluxo do permeado, no entanto o índice de retenção e o teor de fósforo permaneceram inalterados, 99,4% e 7,5 mg/kg, respectivamente, provavelmente o efeito da pressão se mostrou preponderante para o fluxo de permeado, porém aparentemente não alterou a camada depositada na superfície da membrana.

Aumentando-se a pressão transmembrana em aproximadamente 0,9 bar e diminuindo-se a velocidade tangencial em 1,7 m/s (experimentos C5 e C6), o fluxo de permeado aumentou em aproximadamente 58 % e o teor de fósforo no permeado diminuiu de 40,5 para 7,5 mg/kg. O efeito da pressão é muito importante no fluxo e na formação da camada depositada. Acaba ocorrendo simultaneamente melhoria do fluxo e retenção de fósforo o que não é comum com membranas. Nesse caso a velocidade tangencial não teve influência na camada depositada ao contrario da pressão transmembrana.

Ao se triplicar a pressão transmembrana (experimentos C6 e C8), tendo a velocidade tangencial diminuído simultaneamente em 2,7 m/s, obteve-se em aumento aproximado de fluxo de 74 % com redução de 40,5 para 7,5 mg/kg no teor de fósforo do permeado. Assim pode-se observar que o aumento da pressão, nesta faixa, levou a maior fluxo de permeado. Essas condições utilizadas resultaram num índice de retenção da ordem de 99,4%.

A comparação dos resultados dos experimentos C7 e C8, onde a pressão foi triplicada e a velocidade tangencial diminuída apenas em 1,0 m/s resultou num aumento do fluxo de aproximadamente 86% com redução de 36,4 para 7,5 mg/kg no teor de fósforo do permeado.

Verificou-se que o experimento que apresentou o melhor fluxo de permeado (58,10 kg/m²h) foi o C8, com pressão de 3,1 bar e velocidade de 2,4 m/s, indicando que a pressão influenciou muito mais no fluxo do que a velocidade tangencial de escoamento.

Observou-se que o experimento C5 da membrana de 37 canais comparado com o C3 da membrana de 19 canais, onde tanto a pressão como a velocidade são exatamente iguais, o melhor fluxo (70,90 kg/m²h) foi obtido pela membrana de 19 canais. De onde conclui-se que a membrana de 19 canais teve melhor performance com relação ao fluxo de permeado. Poderia ser influência de uma maior área de sub-camada (material onde escoar o permeado) na membrana de 37 canais.

Soares (2004) realizou três experimentos com a mesma membrana 0,01 μm de 37 canais, mesma miscela (óleo, 4,6 kg e hexano 9,9 kg) e teor de fósforo no óleo bruto variando de 652 até 676 mg/kg. Mantendo a pressão e a velocidade constantes em 1,0 bar e 3,5 m/s, respectivamente, observou-se que o fluxo de permeado variou de 53,66 até 57,08 $\text{kg/m}^2\text{h}$ e o teor de fósforo no permeado de 50,40 até 52,50 mg/kg. Comparando-se o experimento C7, com pressão de 1,0 bar e velocidade de 3,4 m/s e teor de fósforo no óleo bruto aproximado de 950 mg/kg, com os experimentos citados acima, verificou-se que o fluxo de 31,34 $\text{kg/m}^2\text{h}$ foi em média 80 % inferior. Por sua vez o teor de fósforo do experimento C7 (36,4 mg/kg) foi 41% menor em relação à média dos experimentos já mencionados.

Apesar do experimento C8 ter sido realizado a pressão de 3,1 bar, muito superior a máxima pressão que Soares (2004) trabalhou, 1,4 bar, os fluxos obtidos foram semelhantes. Isso indica que a partir de um determinado valor de pressão transmembrana, o aumento no fluxo de permeado não segue de maneira direta o aumento na pressão transmembrana.

As curvas de fluxo de permeado, para os experimentos com a membrana de 37 canais, apresentadas pela Figura 9, seguem o padrão típico das curvas de fluxo em função do tempo, segundo Marshall & Daufin (1995). Semelhante às curvas da membrana de 19 canais os experimentos realizados com maior pressão transmembrana tiveram tempo menor de duração pelo maior fluxo de permeado obtido, o que proporciona capacidade de produção maior.

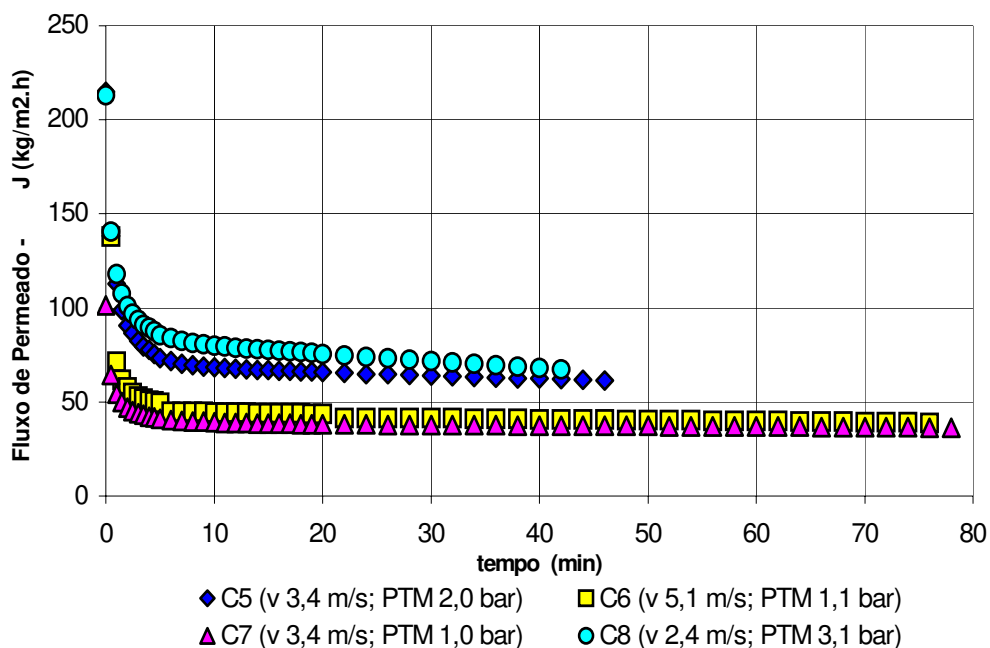


Figura 9 - Curvas dos fluxos de permeados para a membrana 0,01 μm de 37 canais e temperatura = 40 $^{\circ}\text{C}$.

Tanto os experimentos C1 como o C4 da membrana de 19 canais como os experimentos C6 e C7 da membrana de 37 canais, realizados sob baixas pressões, apresentaram logo após a consolidação do *fouling*, uma estabilidade do fluxo até o término da corrida, características desejadas pelas indústrias de óleos, em patamares relativamente elevados.

5.3.3 Efeito da Pressão Transmembrana Sobre o Teor de Fósforo do Permeado nas Membranas de 0,01 μm

A Figura 10 mostra um resumo dos parâmetros dos 8 experimentos realizados com a membrana de 0,01 μm de 19 canais (C1 a C4) e de 37 canais (C5 a C8).

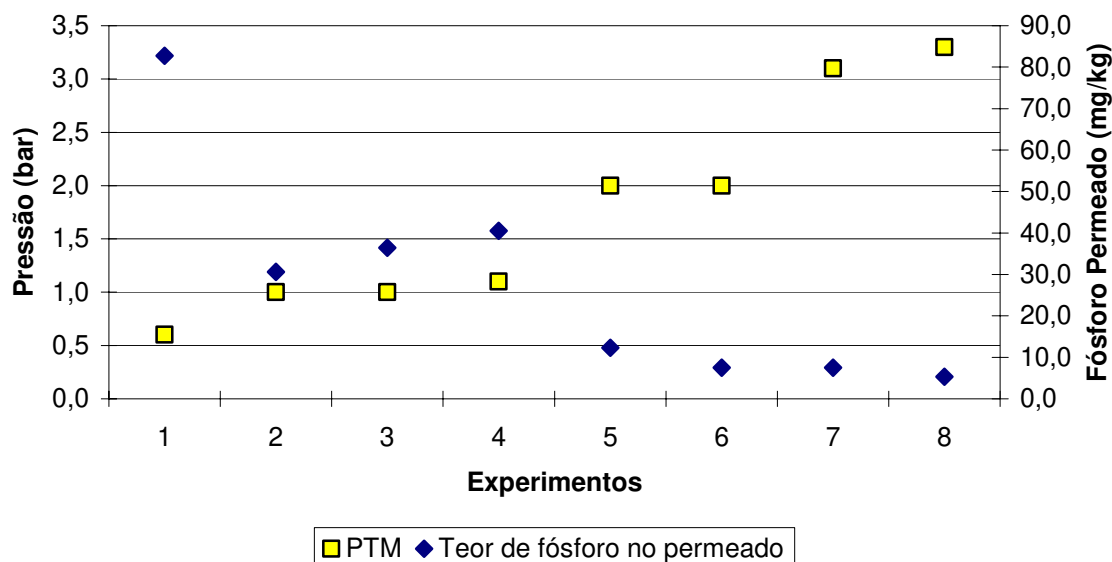


Figura 10 - Relação dos parâmetros dos oito experimentos realizados com as membranas de 0,01 μm de 19 canais (C1 a C4) e de 37 canais (C5 a C8) e temperatura = 40 $^{\circ}\text{C}$.

Conforme é mostrado na Figura 10, o teor de fósforo no permeado resultante das ultrafiltrações realizadas nas membranas de diâmetro de poro de 0,01 μm aumentou com a redução da pressão transmembrana, independentemente das velocidades utilizadas para as membranas de 19 ou de 37 canais. Esse fato indica que maiores pressões tendem a formar uma camada gel polarizada mais compactada, o que auxilia na maior retenção dos fosfolipídios.

5.3.4 Membrana de 0,05 μm de 19 canais

A tabela 9 mostra a influência da variação da pressão transmembrana e da velocidade tangencial no fluxo e no teor de fósforo do permeado, para um fator de concentração igual a 3,0. Foram realizados 2 experimentos a pressão de 0,6 bar com temperatura da miscela controlada a 40 $^{\circ}\text{C}$.

Verifica-se que aumentando-se a velocidade tangencial sob pressão transmembrana constante (experimentos C9 e C10), o fluxo aumentou quase 2,3 vezes, o teor de fósforo no permeado aumentou em 118 mg/kg, consequência da diminuição da retenção de fósforo no retentado de 82,6 para 70,3 %.

Esses resultados mostram que a velocidade tangencial de escoamento, mesmo no nível de pressão utilizada de 0,6 bar, teve influência sobre o fluxo de permeado e a retenção de fósforo, o que não foi observado nos experimentos realizados com as membranas de diâmetro de poro igual a 0,01 μm de 19 e de 37 canais. Provavelmente isso ocorreu devido ao poro da membrana de 0,05 μm , permitir naturalmente um fluxo de permeado maior, mesmo sob baixas pressões, tendo o efeito da velocidade provocado uma maior turbulência, reduzindo a espessura da camada gel polarizada, reduzindo *fouling* e conseqüentemente aumentando o fluxo de permeado. Devido ao maior diâmetro do poro há uma redução na retenção de fosfolipídios.

Tabela 9. Resultados e respectivos parâmetros dos experimentos realizados com a membrana 0,05 μm de 19 canais e temperatura = 40 °C.

Experimentos	FC	Velocidade tangencial (m/s)	PTM (bar)	Fluxo de permeado* (kg/m ² h)	Teor de fósforo (mg/kg)	Coeficiente de retenção (%)
C9	3,0	5,1	0,6	133,9	283,8	70,3
C10	3,0	1,7	0,6	58,8	165,8	82,6

- Fluxo acumulado

Os dados das corridas dos experimentos C9 e C10 realizados com a membrana 0,05 μm de 19 canais podem ser visualizados nos anexos 9 e 10.

O experimento C9, com pressão igual a 0,6 bar e velocidade tangencial igual a 5,1 m/s apresentou um fluxo de permeado 4,3 vezes maior e um teor de fósforo no permeado 3,4 vezes maior do que o experimento C1. Esses resultados mostraram que embora a membrana dos experimentos C9 e C10 seja vantajosa por apresentar um alto fluxo de permeado, a sua baixa capacidade de retenção de fósforo torna-a inapropriada para o uso industrial, pelo menos a este nível de pressão.

Utilizando uma mesma velocidade tangencial de 1,7 m/s e pressões de 0,6 e 1,0 bar (C10 e C4 respectivamente), foi encontrado fluxo aproximadamente 50% maior na membrana de 0,05 μm em relação à membrana de 0,01 μm , porém esta apresentou maior seletividade ao proporcionar 99,4 % de retenção contra apenas 82,6 % da membrana 0,05 μm . Esse resultado confirma a influência do tamanho do poro com relação ao fluxo de permeado e a retenção de fosfolípidios.

O experimento C6 com a membrana 0,01 μm de 37 canais foi feito mantendo-se a mesma velocidade tangencial do experimento C9. Percebe-se que apesar das pressões transmembranas apresentarem valores próximos, o fluxo de permeado com a membrana de tamanho de poro maior apresentou fluxos de permeado 4 vezes maior, enquanto o teor de fósforo no permeado foi cerca de 7 vezes maior.

A membrana 0,05 μm apresentou um alto fluxo comparado aos observados para a membrana 0,01 μm e também pelos outros trabalhos, no entanto os índices de fósforo no permeado a inviabilizam para degomagem de óleos de soja, visto que os teores de fósforo ultrapassaram mais de 7 vezes o índice desejado pelas indústrias de refino, para a velocidade de 5,1 m/s e em mais de 4 vezes à velocidade de 1,7 m/s.

A Figura 11 mostra as curvas de fluxo de permeado referente aos experimentos realizados com a membrana 0,05 μm de 19 canais.

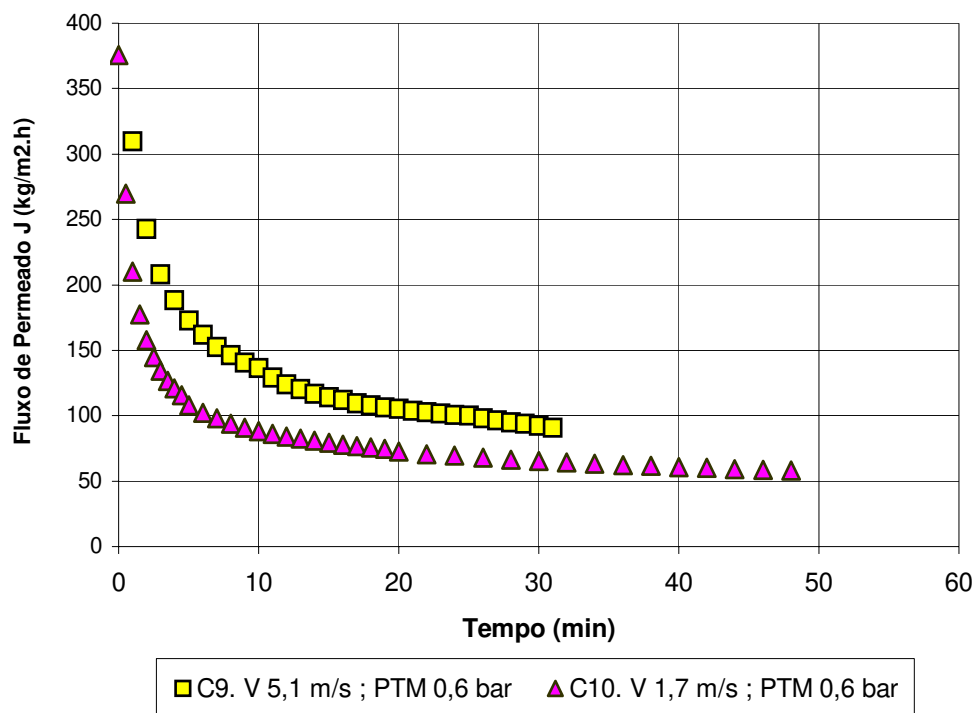


Figura 11 - Curvas dos fluxos de permeados realizados com a membrana de $0,05 \mu\text{m}$ de 19 canais e temperatura = 40°C .

Observou-se que a queda mais abrupta do fluxo de permeado, para ambos experimentos, tornou-se mais suave por volta dos 20 minutos de corrida, provavelmente devido ao alto fluxo de permeado, que provoca maior turbulência interna na sub-camada e maior tempo para a consolidação do *fouling* provocado pelo maior diâmetro do poro da membrana.

As curvas de fluxo de permeado, apresentadas pela Figura 11, apresentaram nos primeiros 5 minutos de corrida uma queda acentuada no fluxo, onde a polarização da concentração ocorre, logo em seguida entrou na fase intermediária (*fouling*) até os 20 minutos onde iniciou uma lenta diminuição no fluxo, consolidação do *fouling*, de acordo com Marshall & Daufin (1995).

Através da Tabela 10, observam-se as informações e parâmetros de todos os experimentos realizados com as membranas 0,01 μm de 19 e de 37 canais e a membrana 0,05 μm de 19 canais, realizadas com a mesma miscela, com 31,7% de óleo bruto de soja e com temperatura controlada de 40 °C.

Tabela 10 - Resumo dos dados de todos os experimentos realizados com as membranas 0,01 μm de 19 e 37 canais e 0,05 μm de 19 canais com miscela de 31,7% de óleo e temperatura a 40 °C.

Experimentos	Tipos de membranas	Velocidade tangencial (m/s)	PTM (bar)	Fluxo de permeado* (kg/m ² h)	Teor de Fósforo** (mg/kg)	Coeficiente de Retenção (%)
C 1	0,01/19	5,6	0,6	31,34	82,7	95,9
C 2	0,01/19	1,7	3,3	52,48	5,3	99,8
C 3	0,01/19	3,4	2,0	70,90	12,3	99,4
C 4	0,01/19	1,7	1,0	38,53	30,6	98,5
C 5	0,01/37	3,4	2,0	52,95	7,5	99,4
C 6	0,01/37	5,1	1,1	33,46	40,5	98,0
C 7	0,01/37	3,4	1,0	31,34	36,4	98,1
C 8	0,01/37	2,4	3,1	58,10	7,5	99,4
C 9	0,05/19	5,1	0,6	133,93	283,8	70,3
C 10	0,05/19	1,7	0,6	58,75	165,8	82,6

* Fluxo acumulado

** Teor de fósforo no permeado

6 CONCLUSÕES

A ultrafiltração para degomagem de óleo bruto de soja apresentou para todos os experimentos, curvas de permeação típicas de queda de fluxo devido a formação da camada gel polarizada, formação do *fouling* e consolidação do mesmo.

As membranas com diâmetro de poro 0,01 μm operando a baixas pressões ($< 1,0$ bar), independentemente das velocidades utilizadas, apresentaram fluxos entre 31,34 e 38,53 $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$.

Para as membranas 0,01 μm de 19 e 37 canais verificou-se que pressões acima de 2,0 bar levaram a fluxos de 70,9 e 58,1 $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$, respectivamente. Utilizando-se as mesmas membranas na ultrafiltração de óleo bruto de soja o teor de fósforo no permeado aumentou com a redução da pressão transmembrana.

A ultrafiltração para degomagem de óleo bruto de soja para membranas 0,01 μm apresentou maior influência da pressão no aumento do fluxo de permeado do que a velocidade.

A degomagem de óleo bruto de soja com a membrana de 0,05 μm , para a pressão de 0,6 bar utilizada, apresentou alto fluxo de permeado, porém com permeado de elevado teor de fósforo para os padrões da indústria de refino, mostrando que a formação da camada gel polarizada é insuficiente a esta pressão para se atingir valores de teor de fósforo próximos aos exigidos, quando se usam membranas de elevado diâmetro de poro (0,05 μm) para a degomagem do óleo de soja.

7 SUGESTÕES

Utilizar pressões mais altas para membrana 0,05 μm para melhorar a retenção, mantendo fluxos mais altos que para a membrana 0,01 μm .

Verificar o efeito em outros componentes do óleo, como pigmentos, ácidos graxos livres, etc.

Estudar o comportamento de membrana com diâmetro médio de poro intermediário como a 0,02 μm de 19 canais

Sugere-se ainda fazer um planejamento experimental e modelagem matemática.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANTONIASSI, R.; ESTEVES, W. Otimização da metodologia da AOCS (**Official Method Ca 12 55**) para determinação de conteúdo de fósforo em óleos. In: Latina America Congress and exhibit on fats processing, VI, 1995. Campinas, SP. Brasil. Proceedings, p. 211-215.

ALICIEO, T.V.R.; MENDES, E.S.; PEREIRA, N.C. e MOTTA LIMA, O.C. Membrane ultrafiltration of crude soybean oil, **Desalination**, 148, 99-102, 2002.

AOCS (AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY) **Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemist's Society**. 3 ed., Washington, 1993.

BEI, N. **Otimização do processo de degomagem de óleo de soja por membrana cerâmica**. Tese de Mestrado em Tecnologia de Alimentos – Universidade Estadual de Campinas. Campinas / SP, 2005.

BHATTACHARJEE, S.; KIM, A. S. e ELIMELECH, M. Concentration Polarization of Interacting Solute particles in Crossflow membrane Filtration, **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 212, p.81-99, 1999.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration Handbook**. Lancaster: Technomic Publishing Company, p.375, 1986.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration and Microfiltration Handbook**. Lancaster: Technomic Publishing Company Inc. p.527, 1998.

CEJPEK, K.; HAJŠLOVA, J.; KOCOUREK, V.; TOMAMOVA, M.; CMOLIK, J., Changes in PAH levels during production of rapeseed oil. Food Additives and Contaminants. V.15 (5), p 563-570, 1998.

CONAB - COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO, Disponível em, <http://www.conab.gov.br/download/cas/semanais/Semana20a24092004/Conjuntura%20soja_atual.pdf> Acesso em: 20 de novembro de 2005.

CUPERUS, F.P. e NIJHUIS, H. H. Applications of membrane technology to food processing. **Trends in Food Science & Technology**, V.4, sep, p.277-282, 1993.

- Da SILVA, O. C. **Análise da Competitividade do Complexo Soja Brasileiro Perante o Comércio Internacional**. Dissertação de Tese de Mestrado em Desenvolvimento Econômico Profissionalizante, Área de Concentração Políticas de Desenvolvimento da Universidade Federal do Paraná. Curitiba / PR, 2005.
- DE, B.K.; DAS, R.; DUTTA, B.K. e BHATTACHARYYA, D.K. Membrane degumming and dewaxing of rice bran and its refining. **Fatt/ Lipid** v. 100, p. 416-421, 1998.
- DIOSADY, L.L.; SLEGGS, P e KAJI, T. Chemical Degumming of Canola Oils. **Journal of the American Oil Chemist' Societ.** v. 59, p. 313-316, 1982.
- DZIEZAK, J. D. Membrane Separation Technology offers processors unlimited potential. **Food Technology**. v.44, p.108-113, 1990.
- FAO – Food and Agriculture Organization of the United Nations. Out 2006. <http://fao.org/faostal> ; <http://fao.org/countryprofiles>.
- FEUERPEIL, H.P. Superior ceramic membrane technology in food industry, **Fruit Process**. v.3, p.366, 1993.
- FRIEDLANDER, H. Z. e RICKES, R. N. Membrane separation processes. **Chemical Engineering**, v.73, p. 111-116, 1966.
- GARCÍA, J.O.; MEZA, N.G.; RODRIGUEZ, J.A.N.; QUIÑONEX, O.D.; GALINDO, H.S.G.; GUERRERO, J.O.A.; JUÁREZ, L.A.M. Refining of high oleic safflower oil: Effects on the sterols and tocopherols content. **Eur. Food Res. Technol**, 223, p. 775-779, 2006.
- GUNSTONE, F.D.; HARWOOD, J. L. e PADLEY, F.B. **The Lipid Handbook**, 2^a. Ed. Chapman and Hall, London. P 258-276, 1994.
- HERNANDES, E. Benchmarking on the Production of High Quality Soybean Oil, In: **behalf of the American Soybean Association**, Guadalajara, Mexico, 17-20, set 2003.
- HOFFMAN, G. **The Chemistry and Technology of Edible Oils and Fats**, Academic Press, San Diego, CA, 1989.
- HUI, Y.H. Bailey's Industrial Oil and Fat Products. Edible Oil and Fat Products: Oils and Oilseeds. 5^a edição, Nova York, John Wiley & Sons, Inc., 1996, v. 2 e 4.
- KIM, I.; KIM, J.; LEE, K.; TAK, T. Phospholipids separation (degumming) from crude vegetable oil by polyimide ultrafiltration membrane. **Journal of Membrane science**, 205, p 113-123, 2002.

KOSEOGLU, S.S.; LAWHON, J.T. e LUSAS, E.W. Membrane processing of crude vegetable oils: Pilot Plant Scale Removal of solvent from Oil Miscellas. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 67, p 315-322, 1990a.

KOSEOGLU, S.S.; RHEE, K.C. e LUSAS, E.W. Membrane processing of crude vegetable oils: laboratory scale membrane degumming, refining and bleaching. In: Processing of the world Conference on Edible fats and oil processing: Basic Principles and Modern Practices. Ed. D. Erickson, **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Champaign, IL (USA). p 182-185, 1990b.

KOSEOGLU, S.S e ENGELGAU, D.E. Membrane applications and research in the edible oil industry: An assessment. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v (67), p 239 – 249, 1990.

KOSEOGLU, S.S. Membrane technology for edible oil refining. **Oils & fats international**. V. 5, p. 16-21, 1991.

KRISHNA KUMAR, N. S. e BHOWMICK, D.N. Separation of fatty acids / triacylglycerol by membranes, **Journal of the American Oil Chemists' Society**. V. 73, p. 399-401, 1996.

LANDERS, R.E. e RATHMANN, D.M. Vegetable oils: Effects of processing, storage and use on nutritional values. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Champaign, v.(3), p 255-259, 1981.

LAWSON, H. **Aceites y Grasas Alimentarios – Tecnología, Utilización y Nutrición**, Zaragoza: Editorial Acribia S.A., p 52, 1994.

LIN, L.; RHEE, K.C. e KOSEOGLU, S.S. Bench-scale membrane degumming of crude vegetable oil: Process optimization. **Journal of Membrane Science** ,Texas , V. 134, pg. 101 – 108, 1997.

MAIER, G.; FREI, M.; WUCHERPFENNIG, K.; DIETRICH, H. e RITTER, G. Innovative processes for production of ultrafiltered apple juices and concentrates. **Fruit Process**, v.5, p.134, 1994.

MANJULA, S.; SUBRAMANIAN, R. Membrane Technology in Degumming, Dewaxing, Deacidifying, and Decolorizing Edible Oils. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v 46, p 569-592, 2006.

MARENCHINO, R.; PAGLIERO, C.; MATTEA, M. Vegetable oil degumming using inorganic membranes. **Desalination** 200, p 562-564, 2006.

MARSHALL, A.D.; DAUFIN, G. In: Fouling and Cleaning in Pressure Driven Membrane Processes. **International Dairy Federation**, Brussels. Cap 1 p. 8-35, 1995.

MORETO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**, Livraria Varela, São Paulo – SP, 1998.

OCHOA, N.; PAGLIERO, C.; MARCHESE, J.; MATTEA, M. Ultrafiltration of vegetable oils Degumming by polymeric membranes. **Separation and Purification Technology**. V 22-23, p 417-422, 2001.

PAGLIERO, C.; OCHOA, N.; MARCHESE, J. E MATTEA, M. Degumming OF Crude Soybean Oil by Ultrafiltration Using Polymeric Membranes. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Champaign, v.(78), p 793-796, 2001.

PELLEGRINO, J. e SIKDAR, S.K. **Membrane Technology Fundamentals for Bioremediation**, in press **Bioremediation: Principles and Practice**, Irvine, R.L. and Sikdar, S.K. (eds), Technomic Publishing Co., Inc., 1997, Lancaster, PA.

PETRUS, J.C.C. **Preparação, modificação e caracterização de membranas assimétricas para clarificação de suco de frutas**. Tese (doutorado em tecnologia de alimentos). Faculdade de Engenharia de alimentos. UNICAMP. Campinas/SP, 1997.

PIOCH, D.; LANGUEZE, C.; GRAILLE, J.; HAFIDI, A.; AJANA, H. e GRAILLE, J. Membrane based vegetable oil refining process. Tangencial filtration at laboratory and pilot scales. **World conference and exhibition on oilseed and edible oils processing**. October 6-10, Istanbul, 1996.

PORTER M.C. **Ultrafiltration**. In: **Handbook of industrial membrane technology**. Westwood, New Jersey: Ed. PORTER, M. E. Noyes Publication, 1990.

RENNER, E. e SALAM, M.H.A. **Application of ultrafiltration in the dairy industry**. London/New York: Elsevier science Publishers LTD, 371p, 1991.

SEAGRI – Secretaria da Agricultura, Irrigação e Reforma Agrária, disponível em:

<<http://www.seagri.ba.gov.br/noticias.asp?qact=view¬id=8110>>, acesso em 20 de novembro de 2006.

SEGERS, J.C. Superdegumming, a New Degumming Process and Its Effect on the Effluent Problems of Edible Oil Refining. **Fette Seifen Anstrichm** v.84, p 543-546, 1982.

- SEGRS, J.C. e VAN DER SANDE, R.L.K.M. Degumming – Theory and Practice, in Proceedings of the world Conference on Edible Fats and Oils Processing: Basic Principles and Modern Practices. **American Oil Chemist's Society**, Champaign, 1990. p 88-93, 1990.
- SESSA, D.J., GARDNER, H.W., KLEIMAN, R. e WEISLEDER, D.. **Lipids**, 12, 613-619. 1977.
- SNAPE, J.B.; NAKAJIMA, M. Processing of agricultural fats and oils using membrane technology. **Journal of Food Engineering**. Essex, v. 30, p. 1-14, 1996.
- SOARES, M.S. **Processamento de óleo de soja utilizando ultrafiltração em miscela na etapa de degomagem e na obtenção de lecitina**. Tese de doutorado em Tecnologia de Alimentos – Universidade Estadual de Campinas. Campinas/SP, 2004.
- SOUZA, M.P. **Degomagem de miscela de óleo de milho por ultrafiltração**. Tese de Mestrado em Engenharia de Alimentos – Universidade Estadual de Campinas. Campinas/SP, 2004.
- SUBRAMANIAN, R. e NAKAJIMA, M. Membrane degumming of crude soybean and rapeseed oils. **Journal of American Oil Chemists' Society**. Champaign, v.74 (8), p. 971 – 975, 1997.
- SUBRAMANIAN, R.; NAKAJIMA, M.; e KAWAKATSU, T. Processing of Vegetable Oils Using Polymeric Composite Membranes. **Journal of Food Engineering**. V.38, p 41-56, 1998.
- SUBRAMANIAN, R.; NAKAJIMA, M.; YASUI, A.; KIMURA, T. e MAEKAWA, T. Evaluation of surfactant- Aided Degumming of Vegetable Oil by Membrane Technology. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 76 no. 10, p. 1247-1253, 1999.
- STRATHMANN, H. Synthetic Membranes and Their Preparation. In: **Handbook of Industrial Membrane Technology**. Ed. PORTER, M.C. Noyes Publications, Westwood, New Jersey, USA, 1990.

Anexo 1

Tabela 1. Dados da corrida do experimento C1 – Membrana 0,01 μm de 19 canais, miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 $^{\circ}\text{C}$.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo ($\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$)	Fluxo acumulado ($\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$)
0	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	0	0	0
0,5	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	137	82	82
1	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	190	32	57
1,5	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	242	31	48
2	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	296	32	44
2,5	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	350	32	42
3	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	402	31	40
3,5	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	459	34	39
4	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	511	31	38
4,5	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	566	33	38
5	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	621	33	37

6	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	730	33	37
7	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	839	33	36
8	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	948	33	36
9	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1057	33	35
10	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1165	32	35
11	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1272	32	35
12	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1382	33	35
13	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1488	32	34
14	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1597	33	34
15	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1703	32	34
16	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1810	32	34
17	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	1918	32	34
18	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	2024	32	34
19	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	2131	32	34
20	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	2238	32	34
22	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	2452	32	33
24	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	2665	32	33

26	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	2877	32	33
28	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	3088	32	33
30	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	3300	32	33
32	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	3511	32	33
34	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	3720	31	33
36	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	3930	32	33
38	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	4138	31	33
40	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	4346	31	33
42	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	4554	31	33
44	1,2	0	0,6	3.100	5,3	40,5	4759	31	32
46	1,2	0	0,6	3.200	5,5	40,5	4963	31	32
48	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,5	5166	30	32
50	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,5	5369	30	32
52	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,5	5572	30	32
54	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,5	5773	30	32
56	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	5972	30	32
58	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	6173	30	32

60	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	6372	30	32
62	1,2	0	0,6	3.200	5,5	40,0	6573	30	32
64	1,2	0	0,6	3.150	5,3	40,0	6770	30	32
66	1,2	0	0,6	3.150	5,3	40,0	6970	30	32
68	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	7165	29	32
70	1,2	0	0,6	3.500	5,6	40,0	7360	29	32
72	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	7554	29	31
74	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	7746	29	31
76	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	7935	28	31
78	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,0	8128	29	31
80	1,2	0	0,6	3.250	5,6	40,5	8230		31

Anexo 2

Tabela 2. Dados da corrida do experimento C2 – Membrana 0,01 μm de 19 canais, miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 $^{\circ}\text{C}$.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo ($\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$)	Fluxo acumulado ($\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$)
0	3,0	2,9	3,3	1.000	1,7	40,0	0	0	0
0,5	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	226	82	136
1	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	362	88	109
1,5	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	508	82	102
2	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	645	45	97
2,5	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	720	57	86
3	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	815	90	82
3,5	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	965	80	83
4	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	1098	77	82
4,5	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	1227	78	82
5	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	1357	143	81

6	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	1595	70	80
7	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	1828	68	78
8	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	2054	67	77
9	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	2278	64	76
10	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	2491	62	75
11	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	2699	61	74
12	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	41,0	2903	61	73
13	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	41,0	3107	59	72
14	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	41,0	3303	60	71
15	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,5	3503	58	70
16	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,5	3696	58	69
17	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	3888	57	69
18	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	4079	56	68
19	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	4265	54	67
20	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	4446	110	67
22	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	4811	53	66
24	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	5167	52	65

26	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	5515	51	64
28	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	5857	50	63
30	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	6189	49	62
32	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	6517	48	61
34	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	6837	47	60
36	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	7153	46	60
38	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,0	7461	45	59
40	3,4	3,2	3,3	1.000	1,7	40,5	7761	45	58
42	3,5	3,2	3,4	980	1,7	41,0	8059	44	58
44	3,5	3,3	3,4	995	1,7	40,5	8349	42	57
46	3,5	3,3	3,4	995	1,7	40,5	8630	42	56
48	3,4	3,2	3,3	995	1,7	40,0	8909	41	56
50	3,4	3,2	3,3	995	1,7	40,0	9180	40	55
52	3,4	3,2	3,3	995	1,7	40,0	9444	39	54
54	3,5	3,3	3,3	995	1,7	40,0	9707		54

Anexo 3

Tabela 3. Dados da corrida do experimento C3 – Membrana 0,01 μm de 19 canais, miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 $^{\circ}\text{C}$

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo ($\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$)	Fluxo acumulado ($\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$)
0	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	0	0	0
0,5	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	401	75	241
1	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	526	75	158
1,5	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	651	73	130
2	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	772	76	116
2,5	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	899	74	108
3	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1023	71	102
3,5	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1141	74	98
4	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1264	76	95
4,5	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1390	72	93
5	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1510	145	91

6	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1752	73	88
7	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	1996	74	86
8	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	2241	73	84
9	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	2483	73	83
10	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	2725	73	82
11	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	2969	72	81
12	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	3210	72	80
13	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	3451	72	80
14	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	3690	74	79
15	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	3935	71	79
16	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	4171	73	78
17	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	4413	70	78
18	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	4647	72	77
19	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	4886	71	77
20	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	5121	140	77
22	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	5589	71	76
24	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	6059	69	76

26	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	6518	69	75
28	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,5	6975	67	75
30	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,5	7424	67	74
32	2,25	1,75	2,0	1.900	3,3	41,0	7870	66	74
34	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	41,0	8308	65	73
36	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,5	8742	63	73
38	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	9164	63	72
40	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	9581	29	72
42	2,25	1,75	2,0	2.000	3,4	40,0	9777		70

Anexo 4

Tabela 4. Dados da corrida do experimento C4 – Membrana 0,01 μm de 19 canais , miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	0	0	0
0,5	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	125	26	75
1	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	168	31	50
1,5	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	220	45	44
2	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	295	37	44
2,5	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	357	44	43
3	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	430	40	43
3,5	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	497	41	43
4	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	565	42	42
4,5	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	635	42	42
5	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	705	85	42

6	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	847	40	42
7	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	981	41	42
8	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1118	41	42
9	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1256	41	42
10	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1392	41	42
11	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1530	40	42
12	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1664	41	42
13	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1801	41	42
14	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	1936	41	41
15	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	2071	41	41
16	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	2207	41	41
17	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	2342	40	41
18	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	2474	41	41
19	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	2612	40	41
20	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	2746	80	41
22	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	3012	40	41
24	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	3280	40	41

26	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	3545	39	41
28	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	3808	40	41
30	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	4072	39	41
32	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	4332	39	41
34	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	4593	39	41
36	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	4855	38	40
38	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	5107	38	40
40	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	5363	38	40
42	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,5	5617	38	40
44	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,5	5870	38	40
46	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,5	6120	38	40
48	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,5	6370	37	40
50	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	6618	37	40
52	1,1	1,0	1,0	980	1,7	40,0	6863	37	40
54	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	7107	36	39
56	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	7348	36	39
58	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	7587	36	39

60	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	7825	36	39
62	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	8062	35	39
64	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	8296	35	39
66	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	8527	34	39
68	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	8756	34	39
70	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,0	8984	34	39
72	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,5	9208	33	38
74	1,1	1,0	1,0	1.000	1,7	40,5	9429	33	38
76	1,1	1	1,0	1.000	1,7	40,5	9666	33	38

Anexo 5

Tabela 5. Dados da corrida do experimento C5 – Membrana 0,01 μm de 37 canais , miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	0	0	0
0,5	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	230	5	138
1	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	238	43	71
1,5	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	309	46	62
2	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	385	43	58
2,5	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	457	44	55
3	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	530	44	53
3,5	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	603	43	52
4	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	675	47	51
4,5	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	753	43	50
5	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	825	44	50

6	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	898	88	45
7	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1045	87	45
8	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1190	89	45
9	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1338	87	45
10	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1483	88	44
11	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1630	87	44
12	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1775	86	44
13	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	1919	86	44
14	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2062	87	44
15	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2207	83	44
16	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2346	86	44
17	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2490	85	44
18	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2631	85	44
19	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2772	83	44
20	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	2911	83	44
22	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	3050	165	42
24	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	3325	163	42

26	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	3596	163	41
28	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	3867	160	41
30	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	4133	160	41
32	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	4399	158	41
34	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	4662	157	41
36	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	4924	157	41
38	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	5185	157	41
40	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	5446	156	41
42	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	5706	155	41
44	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	5965	155	41
46	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	6223	152	41
48	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	6477	152	40
50	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	6731	153	40
52	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	6986	151	40
54	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	7237	149	40
56	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	7486	148	40
58	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	7733	148	40

60	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,0	7980	146	40
62	2,2	0,0	1,1	2.150	5,1	40,5	8224	148	40
64	2,2	0,0	1,1	2.050	5,0	40,5	8470	144	40
66	2,2	0,0	1,1	2.050	5,0	40,0	8710	143	40
68	2,2	0,0	1,1	2.050	5,0	40,0	8948	139	39
70	2,2	0,0	1,1	2.050	5,0	40,0	9179	137	39
72	2,2	0,0	1,1	2.050	5,0	40,0	9407	161	39
74	2,2	0,0	1,1	2.050	5,0	40,0	9675		39

Anexo 6

Tabela 6. Dados da corrida do experimento C6 – Membrana 0,01 μm de 37 canais , miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	0	0	0
0,5	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	358	62	215
1	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	461	62	138
1,5	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	564	56	113
2	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	658	59	99
2,5	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	756	65	91
3	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	864	59	86
3,5	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	963	58	83
4	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	1060	62	80
4,5	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	1163	58	78
5	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	1260	123	76

6	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	1465	62	73
7	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	1671	62	72
8	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	1877	62	70
9	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	2085	63	70
10	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	2295	63	69
11	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	2505	63	68
12	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	2716	65	68
13	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	2931	64	68
14	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	3143	63	67
15	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	3354	63	67
16	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	3563	64	67
17	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,5	3776	63	67
18	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,5	3985	62	66
19	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,5	4193	62	66
20	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,5	4401	124	66
22	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	4814	61	66
24	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	5223	60	65

26	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	5624	60	65
28	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	6025	59	65
30	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	6420	59	64
32	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	6813	58	64
34	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	7202	58	64
36	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	7589	57	63
38	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	7970	57	63
40	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	8351	57	63
42	2,7	1,6	2,2	1.400	3,4	40,0	8730	56	62
44	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	9100	55	62
46	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	9469	30	62
48	2,6	1,5	2,0	1.400	3,4	40,0	9670		60

Anexo 7

Tabela 7. Dados da corrida do experimento C7 – Membrana 0,01 μm de 37 canais , miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	0	0	0
0,5	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	169	27	101
1	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	214	35	64
1,5	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	272	36	54
2	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	332	36	50
2,5	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	392	35	47
3	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	451	37	45
3,5	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	513	37	44
4	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	575	36	43
4,5	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	635	38	42
5	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	699	73	42

6	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	820	37	41
7	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	943	37	40
8	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1066	37	40
9	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1189	37	40
10	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1313	37	39
11	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1435	38	39
12	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1560	37	39
13	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1682	37	39
14	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1805	37	39
15	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	1929	37	39
16	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	2052	37	38
17	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	39,5	2175	37	38
18	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	39,5	2298	38	38
19	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	39,5	2423	37	38
20	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	39,5	2545	74	38
22	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	39,5	2792	37	38
24	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	3040	37	38

26	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	3287	37	38
28	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	3533	37	38
30	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	3779	37	38
32	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	4024	37	38
34	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	4270	36	38
36	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	4513	36	38
38	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	4756	37	38
40	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	5002	36	38
42	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	5243	36	37
44	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	5485	36	37
46	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	5727	36	37
48	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	5967	36	37
50	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	6207	36	37
52	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	6447	36	37
54	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	6686	36	37
56	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	6923	36	37
58	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	7161	35	37

60	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	7396	35	37
62	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	7630	35	37
64	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	7864	35	37
66	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	8098	35	37
68	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	8331	35	37
70	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	8561	35	37
72	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	8792	34	37
74	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	9019	34	37
76	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	9247	34	37
78	1,6	0,4	1,0	1.400	3,4	40,0	9471	34	36
80	1,6	0,4	1,0	1.4000	3,4	40,0	9697		36

Anexo 8

Tabela 8. Dados da corrida do experimento C8 – Membrana 0,01 μm de 37 canais , miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	0	0	0
0,5	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	355	68	213
1	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	468	73	140
1,5	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	589	77	118
2	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	718	74	108
2,5	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	842	76	101
3	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	968	74	97
3,5	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	1092	73	94
4	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	1214	76	91
4,5	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	1341	73	89
5	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	1462	147	88

6	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	1707	74	85
7	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	1955	73	84
8	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	2198	74	82
9	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	2444	73	81
10	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	2688	74	81
11	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	2934	73	80
12	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	3177	73	79
13	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	3421	72	79
14	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	3661	72	78
15	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	3900	71	78
16	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	4136	71	78
17	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	4372	71	77
18	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	4608	69	77
19	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	4839	69	76
20	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	5069	137	76
22	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	5525	67	75
24	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	5971	65	75

26	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	6405	64	74
28	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	6831	62	73
30	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,0	7244	61	72
32	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,5	7650	59	72
34	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,5	8046	58	71
36	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,5	8431	56	70
38	3,4	2,7	3,1	1.050	2,5	41,0	8807	55	70
40	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	41,0	9176	54	69
42	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	41,0	9536	52	68
43	3,4	2,7	3,1	1.000	2,4	40,5	9670		67

Anexo 9

Tabela 9. Dados da corrida do experimento C9 – Membrana 0,05 μm de 19 canais , miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	0	0	0
0,5	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	800	480	480
1	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	1118	191	335
1,5	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	1419	181	284
2	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	1691	163	254
2,5	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	1967	166	236
3	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	2217	150	222
3,5	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	2477	156	212
4	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	2726	149	204
4,5	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	2972	148	198
5	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	3221	149	193

6	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	3719	149	186
7	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	4194	143	180
8	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	4661	140	175
9	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	5117	137	171
10	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	5567	135	167
11	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	6010	133	164
12	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	6447	131	161
13	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	6874	128	159
14	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	7289	125	156
15	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	7701	124	154
16	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	8098	119	152
17	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	8486	116	150
18	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	8873	116	148
19	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	9242	111	146
20	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	9599	107	144
21	1,0	0,2	0,6	3.000	5,1	40,0	9670		132

Anexo 10

Tabela 10. Dados da corrida do experimento C10 – Membrana 0,05 μm de 19 canais, miscela com 31,7 % de óleo e temperatura de 40 °C.

Tempo (min)	Pressão de entrada (bar)	Pressão de saída (bar)	PTM (bar)	Vazão (L/h)	Velocidade Tangencial (m/s)	T (°C)	Massa de permeado (g)	Fluxo instantâneo (kg/m ² h)	Fluxo acumulado (kg/m ² h)
0	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	0	0	0
0,5	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	626	376	376
1	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	900	164	270
1,5	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1050	90	210
2	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1184	80	178
2,5	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1315	79	158
3	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1445	78	145
3,5	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1570	75	135
4	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1690	72	127
4,5	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1810	72	121
5	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	1929	71	116

6	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	2158	69	108
7	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	2384	68	102
8	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	2608	67	98
9	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	2822	64	94
10	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	3033	63	91
11	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	3241	62	88
12	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	3445	61	86
13	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	3647	61	84
14	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	3844	59	82
15	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	4037	58	81
16	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	4230	58	79
17	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	4417	56	78
18	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	4600	55	77
19	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	4783	55	76
20	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	4966	55	74
22	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	5317	53	73
24	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	5665	52	71

26	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	6004	51	69
28	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	6335	50	68
30	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	6662	49	67
32	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	6979	48	65
34	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	7296	48	64
36	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	7600	46	63
38	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	7902	45	62
40	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	8205	45	62
42	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	8500	44	61
44	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	8791	44	60
46	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	9078	43	59
48	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	9360	42	59
50	0,7	0,5	0,6	1.000	1,7	40,0	9670	47	58