

OTIMIZAÇÃO DA ETAPA DE PURIFICAÇÃO DA CERA BRUTA UTILIZANDO A FILTRAÇÃO

J.G.ROCHA¹, J.MISSAU¹, G.L.DOTTO¹, L.P.CERON² e E.H.TANABE¹

¹ Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Engenharia Química
E-mail para contato: degregorijuliana@gmail.com

² Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Faculdade de Engenharia,
Departamento de Engenharia Química

RESUMO – A filtração da cera tem como objetivo reduzir o teor de inorgânicos, com o propósito de se ter um produto que atenda as exigências do mercado, isto é, uma cera com alto grau de pureza. Para isso, procedeu-se a filtração na qual variou-se a temperatura e pressão em faixas pré-determinadas estatisticamente para se obter uma maior quantidade de massa de cera filtrada. Diante disso, variou-se a temperatura de 140-170°C e a pressão de 1-4 bar. Os resultados mostraram que a faixa de temperatura e pressão que se obteve maior massa de cera filtrada foi 170°C e 2,5 bar, respectivamente. O percentual médio da remoção de impurezas da cera foi de 99,6%, garantindo a ótima qualidade do produto obtido.

1. INTRODUÇÃO

No cenário atual, as ceras possuem uma ampla utilização. As aplicações das ceras atingem diversos ramos, tais como: cosméticos, giz de cera, adesivos, tinturas, explosivos e diversos outros (Wiley-VCH 2011).

A obtenção desse material pode ser feita, entre outras maneiras, pela pirólise de resíduos plásticos (Miandad et al. 2016). Porém, a cera obtida por pirólise necessita ser purificada, afim de reduzir o teor de inorgânicos aderidos a sua estrutura.

Diante disso, a operação unitária de filtração foi utilizada para remoção da fração inorgânica. O produto de interesse é a cera filtrada. Ao tratar-se de um fluido viscoso, a adição de um auxiliar de filtração pode melhorar a eficiência da operação de filtração (Du et al. 2011). Neste projeto escolheu-se a perlita como auxiliar de filtração.

Logo, o presente trabalho tem como objetivo otimizar as condições de filtração para obtenção de uma maior quantidade de massa de cera filtrada. Na otimização da filtração utilizou-se o método de delineamento composto central rotacional (DCCR). Recomenda-se a escolha deste método ao dispor de duas variáveis independentes (Rodrigues & Iemma 2014). As variáveis independentes foram temperatura e pressão. A variável dependente principal foi a quantidade de massa de cera filtrada.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

A cera bruta foi obtida pela empresa Alkaest, Brasil. A perlita foi adquirida da empresa Imerys, Argentina. O meio filtrante foi obtido da empresa Renner Têxtil, Brasil. O óleo Mobiltherm 605 para aquecimento do cilindro encamisado foi adquirido da empresa Lubritec, Brasil.

2.2 Caracterização do meio filtrante

O meio filtrante é um novo têxtil de para amida, também conhecido como Kevlar, sem tratamento físico. O mesmo possui resistência térmica e mecânica. As características principais do meio filtrante constam na tabela 1.

Tabela 1 – Características do meio filtrante.

Parâmetros	Valor médio	Método de análise
Gramatura	546 (g/m ²)	NBR 12984:2009 - Não tecido - Determinação da massa por unidade de área
Espessura	3,0 (mm)	NBR 13371:2005 - Não tecido - Determinação da espessura
Permeabilidade	235 (L/min.dm ²)	NBR 13706:1996 - Não tecido - Determinação da permeabilidade ao ar

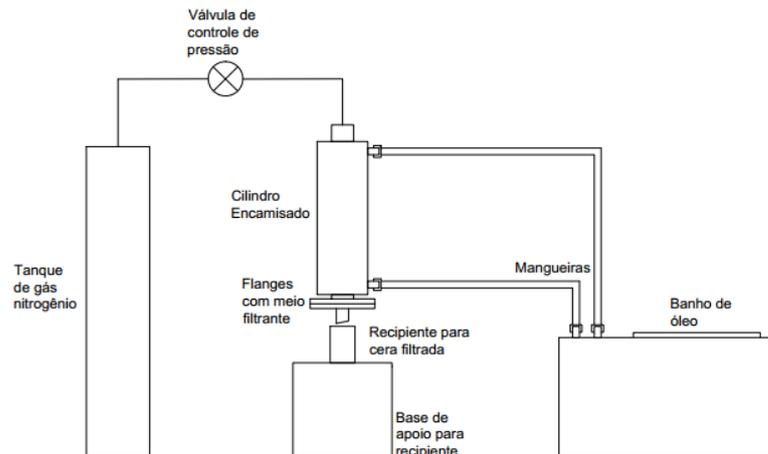
2.3 Ensaios de filtração

Para os experimentos de filtração realizou-se um DCCR com 11 ensaios. Variou-se a temperatura de 140-170°C. A pressão foi variada de 1-4 bar. Os valores máximos e mínimos, dos parâmetros, foram baseados em testes preliminares. O equipamento utilizado nos ensaios de filtração está apresentado na Figura 1.

No primeiro momento, a cera bruta foi quarteada para garantir a homogeneidade das amostras (Mullin 2001). Posteriormente, 3 % em peso de perlita foi adicionado à cera quarteada (Purchas & Sutherland 2002). A mistura foi aquecida até tornar-se líquida. O meio filtrante foi aprisionado em um aparato formado por duas flanges metálicas. Uma tela metálica foi posicionada na flange inferior, funcionando como suporte para o filtro. Acima do meio filtrante, depositou-se a pré-capta de 3 mm de perlita em pó (Purchas & Sutherland 2002). Após montagem do meio filtrante, o aparato foi conectado ao fundo do cilindro encamisado. A mistura de cera e perlita foi alimentada no topo do cilindro. Ao alcançar o equilíbrio térmico do sistema, o cilindro foi fechado. Conectou-se então a tubulação de gás

nitrogênio. A vazão de gás foi controlada por um manômetro. A pressão foi mantida constante ao longo do processo de filtração para cada ensaio. Contou-se o tempo de filtração, mantido em 10 min, a partir da primeira gota de cera filtrada. O material filtrado depositou-se em um béquer. Após atingir temperatura ambiente, pesou-se a massa de cera filtrada e efetuou-se o teste de inorgânicos.

Figura 1 - Equipamento de filtração desenvolvido para purificação de ceras.



2.4 Teor de inorgânicos

O teor de inorgânicos foi determinado a partir de 5g de cera bruta e filtrada, em 500 °C por 2h utilizando um forno mufla, fabricante Ind. Magnus, modelo 1109 (Nazato et al. 2012).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Delineamento Composto Central Rotacional

Na Tabela 2 são observados os níveis das variáveis reais e codificadas, assim como a resposta avaliada a massa de cera filtrada. O delineamento composto central rotacional foi gerado através do software STATISTICA Versão 10.0 da Statsoft Inc. (2010).

Tabela 2 - Ensaios de filtração.

Ensaios	Temperatura (°C)	Pressão (bar)	Massa filtrada (g)
1	144,36 (-1)	1,44 (-1)	5,39
2	165,64 (1)	1,44 (-1)	8,50
3	144,36 (-1)	3,56 (1)	8,94
4	165,64(1)	3,56 (1)	8,85
5	140 (-1,41)	2,5 (0)	6,89
6	170 (1,41)	2,5 (0)	13,71
7	155 (0)	1 (-1,41)	5,85

8	155 (0)	4 (1,41)	8,42
9	155 (0)	2,5 (0)	5,69
10	155 (0)	2,5 (0)	4,60
11	155 (0)	2,5 (0)	5,25

Analisando os resultados para o rendimento de massa de cera filtrada, verificou-se que o melhor rendimento atingido foi com a temperatura de 170 °C e pressão de 2,5 bar. Na Tabela 3 está apresentada os parâmetros da ANOVA. Observou-se que o F_{calc} é cerca de 2,5 vezes maior que o F_{tab} . Com isso, o modelo proposto foi preditivo e a porcentagem de variação (R^2) explicada pelo modelo foi adequada ($R^2=89,17\%$). Sendo assim, pode-se concluir que o modelo se ajustou bem aos dados experimentais.

A Figura 2a apresenta o diagrama de Pareto. Pode-se ver graficamente os parâmetros que foram mais significativos na operação de filtração da cera. A Figura 2b apresenta a curva de contorno em função da pressão e temperatura para a massa de cera filtrada.

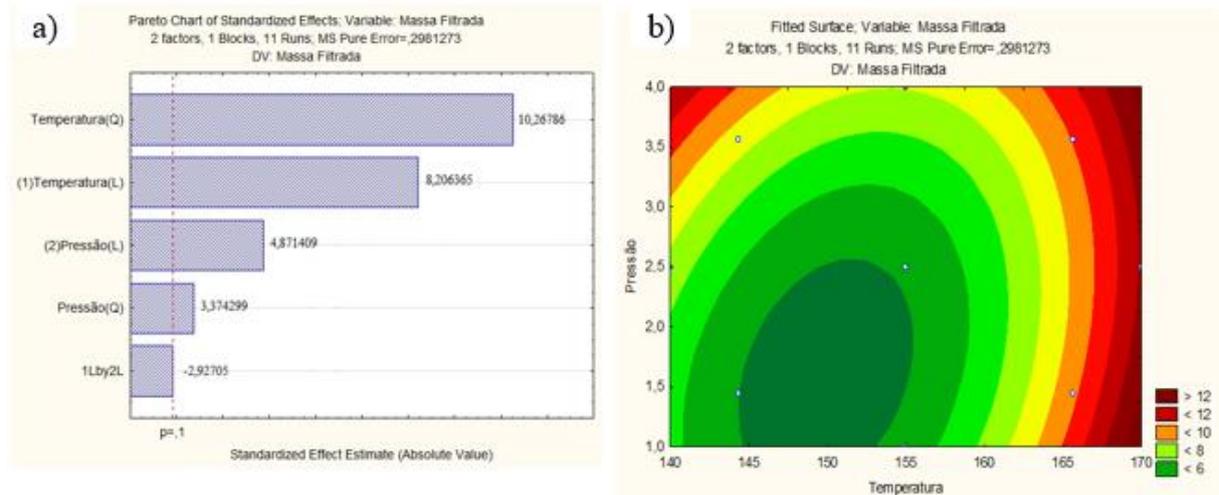
Baseado nas imagens da Figura 2, a temperatura foi o parâmetro que apresentou maior significância. O melhor valor de temperatura se concentra em 170 °C. Isto pode ser comprovado pelo fato de que quanto maior a temperatura, menor será a viscosidade da cera (Irving H. Shames 2002). Sendo assim, mais facilmente a cera escoou pelo meio filtrante.

Em relação à pressão, este parâmetro não foi tão significativo quanto à temperatura. Estudos mostraram que o mesmo meio filtrante pode apresentar diferenças em termos da taxa de filtração e clarificação do filtrado (Koch & Krammer 2015). Pode ocorrer de as partículas sólidas bloquearem parcialmente o meio filtrante logo após o início do teste de filtração. Isso acaba sendo relatado na literatura como uma natureza estatística, mesmo em filtros perfeitamente homogêneos. Desta forma, a pressão tem uma influência de maior significância nos estágios iniciais da filtração, antes da formação completa da torta (Roussel et al. 2007). Baseado nestes estudos, e nas imagens da Figura 2, bem como nos resultados apresentados na Tabela 2, a pressão escolhida foi de 2,5 bar. Além de cumprir com o seu objetivo, forçar o escoamento da cera através do meio filtrante, também considera o lado econômico, pois com menos pressão necessita-se menos gás nitrogênio.

Tabela 2 - Anova para a massa de cera filtrada.

Fonte	SQ	GL	MQ	F calc	F tab
Regressão	64,53	5	12,91	8,69	$F_{0,90, 5, 5} = 3,45$
Resíduo	7,43	5	1,49		
Falta de ajuste	6,83	3	2,28		
Erro puro	0,60	2	0,30		
Total	68,61	10			

Figura 2 - a) diagrama de Pareto e b) curvas de contorno em função da pressão e temperatura para a massa de cera filtrada.



3.2 Teor de inorgânicos

Na Tabela 3 estão apresentados os valores das porcentagens de remoção de inorgânicos para cada ensaio de filtração.

Tabela 3 - Valores da porcentagem de remoção de inorgânicos.

Ensaio	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Porcentagem de remoção de sólidos	98,89	99,74	99,83	99,84	99,72	99,74	98,32	99,81	99,74	99,76	99,83

Observa-se que, em todos os ensaios, o teor de remoção de inorgânicos foi superior a 98%. Logo, o meio filtrante aplicado foi capaz de reter grande parte das impurezas garantindo uma cera filtrada de ótima qualidade.

4. CONCLUSÃO

No presente trabalho efetuou-se a filtração de cera bruta obtida por pirólise de resíduos plásticos. Utilizou-se um meio filtrante sem tratamento físico. Para melhorar a eficiência de filtração, a perlita foi utilizada como auxiliar de filtração. Os resultados obtidos através do planejamento experimental, modelo DCCR, foram satisfatórios. O melhor resultado de massa filtrada foi de 13,71 g, obtida com a temperatura de 170 °C e pressão de 2,5 bar. Estes valores de temperatura e pressão compõe a melhor condição operacional. O percentual médio de remoção das impurezas foi de, aproximadamente, 99,6%. O produto obteve um elevado grau de pureza.

5. REFERÊNCIAS

- Du, L. et al., 2011. A study on enhancement of filtration process with filter aids diatomaceous earth and wood pulp cellulose. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 19(5), pp.792–798. Available at: [http://dx.doi.org/10.1016/S1004-9541\(11\)60058-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1004-9541(11)60058-X).
- Irving H. Shames, 2002. *Mechanics of Fluids (Mcgraw-Hill Series in Mechanical Engineering)* 4th edition, Mcgraw-Hill (Tx).
- Koch, M. & Krammer, G., 2015. Permeability distribution for filter media characterization in solid liquid filtration. *Powder Technology*, 271, pp.182–186. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2014.10.042>.
- Miandad, R. et al., 2016. Influence of temperature and reaction time on the conversion of polystyrene waste to pyrolysis liquid oil. *Waste Management*, 58, pp.250–259. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2016.09.023>.
- Mullin, W.J., 2001. *Crystallization* 4th edition, Butterworth-Heinemann.
- Nazato, C. et al., 2012. CERA DE CANA-DE-AÇUCAR (*Saccharum officinarum* L.) NA FORMULAÇÃO DE UM BRILHO LABIAL A PARTIR DE EXTRAÇÃO SIMPLES E POR BIOETANOL. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, 14(4), pp.389–396.
- Purchas, D.B. & Sutherland, K., 2002. *Handbook of Filter Media* 2nd edition, Elsevier Science.
- Rodrigues, M.I. & Iemma, A.F., 2014. *Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos* 3ª edição., Cárita Editora.
- Roussel, N., Nguyen, T.L.H. & Coussot, P., 2007. General Probabilistic Approach to the Filtration Process. *Physical Review Letters*, 98(11), p.114502 (1-4).
- Wiley-VCH, 2011. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* 1st edition, JOHN WILEY REFERENCE.