



INPI
INSTITUTO
NACIONAL
DA PROPRIEDADE
INDUSTRIAL
Assinado
Digitalmente

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 0921034-2

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0921034-2

(22) Data do Depósito: 16/11/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 29/12/2015

(51) Classificação Internacional: C11C 3/04.

(30) Prioridade Unionista: EP 08169225.3 de 17/11/2008.

(54) Título: PROCESSO PARA PREPARAR ÉSTERES DE ÁCIDO GRAXO E/OU MISTURAS DE ÉSTER DE ÁCIDO GRAXO DE ALCOÓIS MONOVALENTES DE CADEIA CURTA, E, USO DE ÁCIDO METANOSSULFÔNICO

(73) Titular: BASF SE. Endereço: 67056 Ludwigshafen, ALEMANHA(DE)

(72) Inventor: STEFAN FASSBENDER.

(87) Publicação PCT: WO 2010/055158 de 20/05/2010

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 19/11/2019, observadas as condições legais

Expedida em: 19/11/2019

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

“PROCESSO PARA PREPARAR ÉSTERES DE ÁCIDO GRAXO E/OU MISTURAS DE ÉSTER DE ÁCIDO GRAXO DE ALCOÓIS MONOVALENTES DE CADEIA CURTA, E, USO DE ÁCIDO METANOSSULFÔNICO”

5 Descrição

A presente invenção refere-se a um processo para preparar ésteres de ácido graxo e/ou misturas de éster de ácido graxo de alcoóis monovalentes tendo de 1 a 5 átomos de carbono por transesterificação dos glicerídeos de ácido graxo com alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1-
10 5 átomos de carbono na presença de um catalisador básico, no curso do qual ácido metanossulfônico é usado. A invenção ainda se refere ao uso de ácido metanossulfônico para preparar estes ésteres de ácido graxo.

Os ésteres de ácido graxo preparados de acordo com a invenção são apropriados, de acordo com os materiais de partida usados,
15 como matérias primas farmacêuticas, dietéticas ou cosméticas, como intermediários para outros derivados de ácido graxo, como alcoóis graxos, aminas graxas ou tensoativos. Ésteres de ácido graxo também são particularmente apropriados como lubrificantes, plastificantes, óleos hidráulicos, combustíveis, ou combustíveis para operar motores diesel.

20 Devido à sua apropriabilidade como um combustível diesel, ésteres de ácido graxo obtiveram significado particular em tempos recentes por razões de proteção do meio ambiente, e da substituição de fontes de energia fóssil por fontes de energia renováveis.

A preparação dos ésteres de ácido graxo é conhecido há algum
25 tempo. Especialmente biodiesel é agora obtido em escala industrial por meio de uma transesterificação catalítica de óleo vegetal. Geralmente, óleo sem água, sem ácido e sem goma é reagido com um álcool em excesso molar (geralmente metanol) de 6:1 usando 1% em peso de catalisador com base na quantidade do óleo usado (geralmente KOH) acima da temperatura de

ebulição do álcool. Os ácidos graxos presentes nas moléculas de gordura do óleo são cataliticamente eliminados e reagem com o álcool presente para dar o éster de ácido graxo. Gorduras e óleos são geralmente triglicerídeos, o que significa que uma molécula de gordura compreende três ácidos graxos ligados em uma molécula de glicerina. Uma reação de transesterificação completa, como realizada na produção de biodiesel, assim gera três "moléculas de biodiesel" e uma molécula de glicerina por molécula de gordura ou óleo. Os intermediários desta reação são mono e diglicerídeos. Mono e diglicerídeos consistem de um esqueleto à base de glicerina, também referido aqui abaixo como estrutura dorsal de glicerina, ao qual um ácido graxo (monoglicerídeo) ou dois ácidos graxos (diglicerídeo) também são ligados. Porque ambos os grupos hidróxidos polares e as cadeias de hidrocarboneto apolares estão presentes em mono- e diglicerídeos, eles têm propriedades anfífilas e, em solventes orgânicos, quase sempre mudam a polaridade deste solvente.

15 A transesterificação requer um tempo de reação de cerca de 8 h, que atualmente obtém uma conversão de cerca de 98%.

Após a reação, a glicerina formada, que é insolúvel no alquil éster de ácido graxo (FAAE) é removido a partir do biodiesel por meio de um separador de fase e, após uma purificação química e destilativa, utilizada como uma matéria prima industrial ou farmacêutica.

20 O álcool em excesso presente no alquil éster de ácido graxos (FAAE) é removido por meio de destilação e reciclado ao processo. Após remoção e reciclagem do álcool em excesso, os catalisadores alcalinos restantes (por exemplo, KOH) são neutralizados por adição de um ácido orgânico ou inorgânico diluído e, ao completar a separação da fase, a fase de éster de ácido graxo é extraída. Este processo é descrito, por exemplo, em EP 0 658 183 A1. Os ácidos orgânicos ou inorgânicos mencionados incluem ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido fórmico, ácido acético, ácido láctico, ácido glucônico, ácido oxálico,

ácido succínico, ácido maleico, ácido tartárico, ácido málico e ácido cítrico, e também ácidos orgânicos sulfônicos e monoésteres sulfúricos. Ácido sulfúrico é correntemente usado com preferência na neutralização dos catalisadores alcalinos.

5 As vendas de biodiesel na República Federal da Alemanha foram de 1,2 milhões de toneladas em 2004, e já foram de 1,8 milhões de toneladas em 2005. As quantidades descritas acima tornam evidente que é viável a partir de um ponto de vista econômico prover processos para produzir biodiesel que fornecem rendimentos aumentados de ésteres de ácido graxo comparados aos processos utilizados até agora.

10 É um objeto da presente invenção prover um processo para preparar ésteres de ácido graxo com rendimentos melhorados. O processo para preparar ésteres de ácido graxo deve ser integrável em processos de preparação conhecidos sem qualquer grande complexidade do aparelho.

15 Este objeto é obtido por um processo para preparar ésteres de ácido graxo e/ou misturas de éster de ácido graxo de alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono, compreendendo

20 (a) a transesterificação de glicerídeos de ácido graxo com alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono na presença de pelo menos um catalisador básico para formar uma mistura de reação que compreende o éster de ácido graxo e/ou a mistura de éster de ácido graxo, e

25 (b) o tratamento de pelo menos uma porção da mistura de reação formada na transesterificação na etapa (a) com ácido metanossulfônico.

Verificou-se que especialmente o uso de ácido metanossulfônico no processo de acordo com a invenção para neutralização dos catalisadores básicos usado na transesterificação na etapa de processo (a) permite rendimentos significativamente maiores de ésteres de ácido graxo ou

misturas de éster de ácido graxo para ser obtidos comparados aos processos comuns em que, por exemplo, um tratamento com ácido sulfúrico é realizado. "O tratamento de pelo menos uma porção da mistura de reação formada na transesterificação na etapa de processo (a) com ácido metanossulfônico" deve ser entendido como significando que os catalisadores básicos presentes no produto de reação formado são neutralizados diretamente por meio de ácido metanossulfônico, ou que eles são neutralizados apenas ao completar a remoção da fase de éster de ácido graxo.

O tratamento do éster de ácido graxo e/ou mistura de éster de ácido graxo com o ácido metanossulfônico na etapa (b) pode ser efetuado diretamente após a transesterificação, a fim de pelo menos substancialmente neutralizar o catalisador básico usado na transesterificação.

Em outra forma de realização da invenção, ao completar a transesterificação na etapa (a), o tempo de residência dos produtos de reação antes da realização de etapa (b) pode ser selecionado de modo que ocorre uma separação de fase em uma fase de éster de ácido graxo e uma fase glicerina. A fase de glicerina pesado pode então ser removida, e os resíduos de catalisador restantes na fase de éster podem ser neutralizados por adição do ácido metanossulfônico.

A transesterificação na etapa (a) pode ser geralmente realizada em um estágio ou em dois ou mais estágios, isto é, o glicerídeo de ácido graxo é ou transesterificado com a quantidade completa de álcool inferior e catalisador, ou apenas uma porção da quantidade de álcool monovalente de cadeia curta e catalisador requerido é usada para a transesterificação em um primeiro estágio e ao completar o assentamento e remoção de uma fase de glicerina, a(s) quantidade (s) restante(s) de álcool monovalente de cadeia curta e catalisador é (são) usada(s) para transesterificação no mesmo modo em um segundo estágio ou em outros estágios, os dois e múltiplos estágios ocasionando a vantagem de outra diminuição no álcool em excesso e além

disso rendimentos aumentados de éster de ácido graxo.

Quando a transesterificação é efetuada, em uma forma de realização da invenção, pelo método de dois estágios preferivelmente 60% a 90% da quantidade total de álcool de cadeia curta e catalisador requerido são usados no primeiro estágio, e 10% a 40% da quantidade total de álcool de cadeia curta e catalisador no segundo estágio.

No método de dois ou múltiplos estágios, o tratamento com o ácido metanossulfônico pode ser imediatamente efetuado após o segundo ou o último estágio de transesterificação em cada caso, isto é, se apropriado sem remover o teor de glicerina formado no segundo ou último estágio anteriormente.

A transesterificação no processo de acordo a invenção é tipicamente efetuada em temperaturas ambientes de cerca de +5 a +40°C e pressão atmosférica, e pode, em princípio, ser realizada em qualquer vaso aberto ou fechado desejado de qualquer tamanho, que é equipado com vantagem com um dispositivo de descarga no fundo. O processo de acordo com a invenção pode ser igualmente realizado usando dispositivos agitadores ou misturadores intensivos mecânicos. Os aparelhos correspondentes e as formas de realização são conhecidos pelo versado no campo de tecnologia de aparelhos; por esta razão, eles não serão discutidos ainda mais aqui.

Na presença de aparelhos de medição apropriados, de um reator apropriado e de um sistema de monitoramento apropriado, o processo de acordo com a invenção também pode ser continuamente realizado.

Glicerídeos de ácido graxo apropriados que podem ser transesterificados no processo de acordo com a invenção incluem gorduras e óleos vegetais e animais de ocorrência natural, como óleo de soja, óleo de palma e gordura de palma, óleo de coco e gordura de coco, óleo de girassol, óleo de colza, óleo de algodão, óleo de semente de linhaça, óleo de mamona, óleo de amendoim, azeite de oliva, óleo de sassafrás, óleo de primula, óleo de

borragem, óleo de semente de alfarroba, etc., e também mono, di e triglicerídeos que foram isolados a partir dos óleos e gorduras vegetais acima mencionados ou obtidos por inter-esterificação ou sintetizados, como trioleína, tripalmitina, tristearina, monooleato de glicerila e monoestearato de glicerila. É do mesmo modo possível no processo de acordo com a invenção usar também óleos de refugos residuais como óleo de fritura por imersão. No processo de acordo com a invenção, a preferência é dada para usar óleo de girassol e óleo de semente de colza.

Os óleos vegetais e gorduras podem ser usados em forma refinada ou não refinada e podem, assim como gomas, substâncias turvas e outras impurezas, compreender ácidos de ácido graxo até uma proporção de 20% em peso e maior. Em outra forma de realização da invenção, glicerídeos de ácido graxo sem água, sem ácido e sem goma, são usados como materiais de partida para o processo de acordo com a invenção. O uso destes leva a um controle simplificado do processo e adicionalmente ocasiona rendimentos aumentados.

Os alcoóis monovalentes de cadeia curta usados são os tendo 1 a 5 átomos de carbono. Estes são preferivelmente selecionados dentre metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, 3-metil-1-butanol e álcool neopentílico, e misturas dos mesmos. A preferência particular é dada para metanol e etanol; metanol é o mais preferido.

No processo de acordo com a invenção, catalisadores utilizáveis básicos para a transesterificação são os compostos de metal alcalino ou metal alcalino terroso na forma dos óxidos, hidróxidos, hidretos, carbonatos, acetatos ou alcóxidos dos alcoóis de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono, preferivelmente hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, ou alcóxidos de sódio e potássio dos alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono. Os catalisadores básicos são mais preferivelmente selecionados dentre KOH, NaOH, metóxido de sódio e

metóxido de potássio. Especialmente preferidos são metóxido de potássio e metóxido de sódio.

Em uma forma de realização geral da invenção, o catalisador básico é usado na transesterificação dos glicerídeos de ácido graxo em uma
5 quantidade de 0,1 a 5% em peso, preferivelmente em uma quantidade de 0,5 a 1,5% em peso, com base na massa do glicerídeo de ácido graxo usado. O álcool monovalente inferior é adicionado em um excesso de 0,1 mol a 2,0 mol, com base em 1 mol cada de ácido graxo ligado a glicerina. Se apropriado, água é usada em uma quantidade de 0,5 a 20% em peso com base
10 na mistura de reação na transesterificação dos glicerídeos de ácido graxo.

Em uma forma de realização geral da invenção, o catalisador básico é adicionado ao glicerídeo de ácido graxo na forma de uma solução aquosa ou alcoólica. Ao completar a uma transesterificação de um estágio ou de múltiplos estágios do glicerídeo de ácido graxo, uma certa proporção de
15 água, que é está na faixa de 0,5 a 20% em peso com base na massa total, pode ser adicionada à mistura de reação assim formada. A água pode ser adicionada em forma isolada ou em conjunto com o ácido metanossulfônico.

No tratamento do éster de ácido graxo ou mistura de éster de ácido graxo com o ácido metanossulfônico na etapa (b), o ácido
20 metanossulfônico é adicionado na forma de uma solução aquosa a 50 a 99%, preferivelmente na forma de uma solução aquosa a 60 a 80% e mais preferivelmente na forma de uma solução aquosa a 70%. Este tratamento do éster resultante com o ácido metanossulfônico provê, comparado aos processos conhecidos a partir da arte anterior em que ácido sulfúrico foi usado
25 para neutralização/tratamento, rendimentos até 4% maiores de ésteres de ácido graxo, o que demonstra a vantagem econômica do processo de acordo com a invenção.

A invenção é ilustrada em detalhes pelos exemplos e os exemplos comparativos que seguem:

Os exemplos e os exemplos comparativos detalhados abaixo demonstram a preparação de ésteres metílicos de ácido graxo (FAME) com neutralização subsequente do catalisador. Na preparação dos ésteres alquílicos de ácido graxo, quatro catalisadores (NaOH, KOH, metóxido de sódio ou metóxido de potássio) diferentes são usados como catalisadores alcalinos. A neutralização foi efetuada nos exemplos comparativos usando ácido sulfúrico, e nos exemplos usando ácido metanossulfônico. Os exemplos foram realizados com base de testes de modelo dos processos industriais, em que um produto com um teor de éster metílico mínimo de 96,5%, que está dentro do padrão EM 14214, foi obtido.

Equipamento e materiais usados

As condições do processo foram selecionadas com base do conhecimento de processos de produção de biodiesel industrial. Para os testes, um método de dois estágios de catalisador de mistura foi praticado. Figura 1 mostra um diagrama em bloco do processo para preparar éster metílico de óleo de semente de colza (RME).

Os testes de transesterificação foram realizados em um frasco de sulfonação com um agitador, termômetro, condensador de refluxo ou condensador de Liebig e saída do fundo. Para cada transesterificação, uma mistura de catalisador foi preparada.

O glicerídeo de ácido graxo usado foi óleo de semente de colza (refinado total) de venda a varejo. Os catalisadores de NaOH, KOH, metóxido de sódio e metóxido de potássio, o solvente metanol e o ácido sulfúrico para a neutralização foram adquiridos de um comércio especializado em laboratórios.

Procedimento de teste

Os exemplos e os exemplos comparativos foram realizados sob os parâmetros mostrados na tabela 1. Os dados de análise dos produtos obtidos nas quatro reações de transesterificação são mostrados na tabela 2.

Como é evidente a partir dos dados mostrados na tabela 2, o uso de ácido metanossulfônico leva à neutralização dos catalisadores básicos para dar rendimentos significativamente aumentados de ésteres de ácido graxo. Estes estão na faixa de 2,29 a 3,7% no caso de uso de KOH ou NaOH, e na região de 0,2% no caso de uso de metóxido de sódio ou metóxido de potássio, que, no entanto, significa uma considerável vantagem econômica devido às produções elevadas.

Tabela 2

	Transesterificação 1			Transesterificação 2			Transesterificação 3			Transesterificação 4		
	Produto	Quantidade	Unidade	Produto	Quantidade	Unidade	Produto	Quantidade	Unidade	Produto	Quantidade	Unidade
Óleo bruto	óleo de semente de colza	100	%	óleo de semente de colza	100	%	óleo de semente de colza	100	%	óleo de semente de colza	100	%
Catalisador	NaOH	0,88	%	KOH	1,24	%	metóxido de sódio	0,5	%	metóxido de potássio	0,5	%
Solvente	metanol	19,62	%	metanol	19,26	%	metanol	20	%	metanol	20	%
Rendimento de transesterificação	RME bruto/óleo de semente de colza	87,8	%	RME bruto/óleo de semente de colza	95,29	%	RME bruto/óleo de semente de colza	96,78	%	RME bruto/óleo de semente de colza	99,1	%
Análise	éster metílico cont.	97,3	%	éster metílico cont.	96,9	%	éster metílico cont.	97,5	%	éster metílico cont.	98,3	%
	Monoglicérides	0,68	%	monoglicérides	0,61	%	monoglicérides	1,08	%	monoglicérides	0,81	%
	Diglicérides	0,16	%	diglicérides	0,13	%	diglicérides	0,2	%	diglicérides	0,16	%
	triglicérides	0,02	%	triglicérides	<0,01	%	triglicérides	0,01	%	triglicérides	0,04	%
	glicerina livre	1,35	%	glicerina livre	0,42	%	glicerina livre	0,35	%	glicerina livre	0,07	%
	glicerina total	1,55	%	glicerina total	0,59	%	glicerina total	0,66	%	glicerina total	0,3	%
Neutralização	RME bruto	100	%	RME bruto	100	%	RME bruto	100	%	RME bruto	100	%
	número neutralização	de 0,25		número neutralização	de 0,081		número neutralização	de 0,36		número neutralização	de 0,071	
Agente neutralizante	ácido sulfúrico	0,337	mg/gRME	ácido sulfúrico	0,11	mg/gRME	ácido sulfúrico	0,48	mg/gRME	ácido sulfúrico	0,095	mg/gRME
Rendimento de neutralização	neutro/RME bruto	95,61	%	neutro/RME bruto	94,02	%	neutro/RME bruto	98,09	%	neutro/RME bruto	99,3	%
Análise	éster metílico cont.	98,4	%	éster metílico cont.	98,5	%	éster metílico cont.	97,5	%	éster metílico cont.	98,1	%
	monoglicérides	0,56	%	monoglicérides	0,5	%	monoglicérides	1,08	%	monoglicérides	0,89	%
	diglicérides	0,15	%	diglicérides	0,13	%	diglicérides	0,21	%	diglicérides	0,18	%
	triglicérides	0,02	%	triglicérides	<0,01	%	triglicérides	0,01	%	triglicérides	0,04	%
	glicerina livre	0,01	%	glicerina livre	0,03	%	glicerina livre	0,05	%	glicerina livre	0,01	%
	glicerina total	0,18	%	glicerina total	0,18	%	glicerina total	0,36	%	glicerina total	0,27	%
	número neutralização	de 0,019		número neutralização	de 0,058		número neutralização	de 0,044		número neutralização	de 0,026	
	número de ácido	0,21		número de ácido	0,21		número de ácido	0,41		número de ácido	0,061	
Agente neutralizante	ácido metanosulfônico	0,944	mg/gRME	ácido metanosulfônico	0,31	mg/gRME	ácido metanosulfônico	1,36	mg/gRME	ácido metanosulfônico	0,267	mg/gRME
Rendimento de neutralização	neutro/RME bruto	97,9	%	neutro/RME bruto	97,74	%	neutro/RME bruto	98,43	%	neutro/RME bruto	99,17	%
Análise	éster metílico cont.	97,8	%	éster metílico cont.	98,3	%	éster metílico cont.	97,9	%	éster metílico cont.	98,3	%
	monoglicérides	0,52	%	monoglicérides	0,47	%	monoglicérides	0,93	%	monoglicérides	0,88	%
	diglicérides	0,14	%	diglicérides	0,11	%	diglicérides	0,18	%	diglicérides	0,18	%
	triglicérides	0,02	%	triglicérides	<0,01	%	triglicérides	0,01	%	triglicérides	0,04	%
	glicerina livre	0,01	%	glicerina livre	0,03	%	glicerina livre	0,02	%	glicerina livre	0,01	%
	glicerina total	0,17	%	glicerina total	0,17	%	glicerina total	0,28	%	glicerina total	0,26	%
	número neutralização	de 0,021		número neutralização	de 0,054		número neutralização	de 0,022		número neutralização	de 0,022	
	número de ácido	0,22		número de ácido	0,22		número de ácido	0,2		número de ácido	0,067	

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar ésteres de ácido graxo e/ou misturas de éster de ácido graxo de alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono, caracterizado pelo fato de compreender

5 (a) a transesterificação de glicerídeos de ácido graxo com alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono na presença de pelo menos um catalisador básico para formar uma mistura de reação que compreende o éster de ácido graxo e/ou a mistura de éster de ácido graxo, e

10 (b) o tratamento de pelo menos uma porção da mistura de reação formada na transesterificação na etapa (a) com ácido metanossulfônico,

em que, na etapa (a), ao completar a transesterificação e antes da realização de etapa (b), o tempo de residência da mistura de reação é
15 selecionado de modo que ocorre uma separação da fase em uma fase de éster de ácido graxo e uma fase de glicerina e a fase de éster de ácido graxo é formada, removida e tratada com ácido metanossulfônico na etapa (b).

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a transesterificação na etapa (a) é realizada em mais do que
20 um estágio.

3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a transesterificação na etapa (a) é realizada em dois estágios.

4. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que 60% a 90% da quantidade total de álcool e catalisador usado
25 são usados no primeiro estágio, e 10% a 40% da quantidade total de álcool e catalisador usada são usados no segundo estágio.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que os glicerídeos de ácido graxo usados são gorduras e óleos vegetais e animais de ocorrência natural selecionados dentre

óleo de soja, óleo de palma, óleo de coração de palma, óleo de coco, óleo de girassol, óleo de semente de colza, óleo de semente de linhaça, óleo de mamona, óleo de amendoim, azeite de oliva, óleo de primula e óleo de semente de alfarroba, e misturas dos mesmos.

5 6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o álcool monovalente de cadeia curta usado é metanol ou etanol.

 7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que os catalisadores básicos usados são os
10 compostos de metal alcalino ou metal alcalino terroso selecionados dentre hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, alcóxidos de sódio e potássio dos alcoóis monovalentes de cadeia curta tendo 1 a 5 átomos de carbono ou misturas dos mesmos.

 8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1
15 a 7, caracterizado pelo fato de que o catalisador básico é usado em uma quantidade de 0,5 a 5% em peso, com base na massa do glicerídeo de ácido graxo usado.

 9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a quantidade de ácido metanossulfônico na
20 etapa (b) é tal que é pelo menos equivalente às quantidades de catalisador básico usado na etapa (a).

 10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o ácido metanossulfônico é usado na forma de um ácido aquoso a 50 a 90% para o tratamento na etapa (b).

25 11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o desempenho da etapa de processo (b) é precedido por remoção do álcool em excesso de etapa (a).

 12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de ser realizado como um processo contínuo.

13. Uso de ácido metanossulfônico, caracterizado pelo fato de ser na preparação de ésteres alquílicos de ácido graxo ou misturas dos mesmos como definido na reivindicação 1 usando catalisadores básicos na transesterificação de glicerídeos de ácido graxo, em que os catalisadores
5 básicos presentes no produto de reação formado ao completar a remoção da fase de éster de ácido graxo são neutralizados.

FIG.1

