



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0415072-4 B1



(22) Data do Depósito: 01/10/2004

(45) Data de Concessão: 03/11/2020

(54) Título: MÉTODO DE PURIFICAÇÃO DE UM COMBUSTÍVEL BIODIESEL COM MATERIAIS ADSORVENTES

(51) Int.Cl.: C10L 1/18; C11C 1/00.

(30) Prioridade Unionista: 09/10/2003 US 60/509,959.

(73) Titular(es): THE DALLAS GROUP OF AMERICA, INC..

(72) Inventor(es): BRIAN COOKE; CHRISTOPHER ABRAMS; BRYAN BERTRAM.

(86) Pedido PCT: PCT US2004032637 de 01/10/2004

(87) Publicação PCT: WO 2005/037969 de 28/04/2005

(85) Data do Início da Fase Nacional: 05/04/2006

(57) Resumo: "MÉTODO DE PURIFICAÇÃO DE UM COMBUSTÍVEL BIODIESEL COM MATERIAIS ADSORVENTES". Um método de purificação de um combustível biodiesel por contato do combustível biodiesel com pelo menos um material adsorvente, como silicato de magnésio. Tal método remove impurezas, tais como sabão, formadas durante a produção de combustível biodiesel.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
"MÉTODO DE PURIFICAÇÃO DE UM COMBUSTÍVEL BIODIESEL COM MATERIAIS ADSORVENTES"

O presente pedido é uma continuação em parte do pedido provisório No. 60/509.959, depositado em 9 de outubro de 2003, cujo conteúdo é aqui incorporado por referência em sua integridade, e reivindica prioridade baseada no mesmo.

A presente invenção se refere à purificação de combustível biodiesel. Mais particularmente, esta invenção se refere à purificação de combustível biodiesel pelo contato do combustível com pelo menos um material adsorvente, tal como silicato de magnésio.

O biodiesel é uma fonte de combustível diesel alternativa para combustível diesel petroquímico padrão. O biodiesel pode ser empregado como um combustível alternativo para os mesmos tipos de motores abastecidos por combustível diesel petroquímico, tais como motores para veículos motorizados, tais como automóveis, caminhões, ônibus, barcos, aviões, helicópteros, veículos para neve, tratores, arados, e outros veículos agrícolas, bem como locomotivas, bem como motores menores, tais como aqueles de cortadoras de grama e ventoinhas de neve. O biodiesel pode também ser empregado em geradores de força e em sistemas de aquecimento em residências e outros edifícios. Além disso, o biodiesel pode ser usado em combinação com combustível diesel petroquímico.

O biodiesel é derivado de triacilgliceridas (também chamados triglicerídios), que podem ser obtidos tanto de fontes de planta quanto de fontes de gordura animal, tais como, por exemplo, óleo de soja, óleo de colza, azeite de dendê, óleo de coco, óleo de milho, óleo de caroço de algodão, óleo de semente de mostarda, óleos de cozinha usados, graxa flutuante proveniente de usinas de tratamento de águas residuais, gorduras animais tais como sebo de carne e banha de porco, material de sabão, óleos crus, "graxas amarelas", isto é, óleos e gorduras animais ou vegetais que tenham sido usadas ou geradas como resultado da preparação de alimento por um restaurante ou outro estabelecimento de alimentos que prepare ou cozinhe alimento para consumo humano com um teor de ácidos graxos livres de menos de 15%, e graxa branca, isto é,

gordura clarificada derivada principalmente de gorduras de porco e/ou de outros animais, que tenha um teor de ácidos graxos livres máximo de 4%.

A produção de combustível biodiesel envolve a reação de triglicerídios com um álcool (tal como metanol, ou etanol, ou propanol, por exemplo) na presença de um catalisador alcalino (tal como hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio, por exemplo), para 5 produzir biodiesel, ou ésteres de ácidos graxos de monoalquila. Glicerol é um subproduto da reação. Quando o álcool empregado na reação é metanol, o combustível biodiesel é um éster de metila de ácido graxo (FAME). Ésteres de metila podem também ser produzidos via uma transesterificação enzimática de triglicídios, 10 com contaminantes resultantes a serem removidos.

O catalisador alcalino está presente para apressar a reação; entretanto, um sabão é formado durante a reação, por exemplo, um sabão de sódio é formado quando um catalisador de hidróxido de sódio é empregado. O sabão deve ser removido do 15 combustível biodiesel porque o combustível deixaria uma cinza residual se qualquer sabão estivesse presente. É prática normal empregar uma "lavagem com água" para remover o sabão, semelhante aquela empregada em refinação de óleos comestíveis. Por exemplo, a água é aspergida em baixa velocidade para o topo do biodiesel. O excesso de álcool e o catalisador, bem como os sabões, se tornam solúveis na fase de água. O sabão pode causar emulsificação da água e do éster de metila, o que é um 20 problema comum de processamento. A água e quaisquer impurezas contidas na mesma são separadas do biodiesel seja por meios gravimétricos ou mecânicos. O biodiesel é então secado para remover qualquer água que permanece no biodiesel subsequente à separação inicial de água do mesmo.

Quando uma grande quantidade de sabão está presente, a lavagem com água causa 25 problemas de emulsão, pelo que, os ésteres de ácido graxo, tais como éster de metila de ácido graxo, não se separarão da água. Além disso, a lavagem com água não elimina efetivamente alguns dos outros contaminantes, tais como enxofre, fósforo, e quaisquer ácidos graxos livres remanescentes. Ésteres de metila podem também ser produzidos por meio de uma transesterificação de triglicídios com contaminantes 30 resultantes a serem removidos.

01

É um objetivo da presente invenção purificar biodiesel para prover a um produto biodiesel estabilidade aperfeiçoada, aceitável para uso como um combustível, sem a necessidade de usar água, e assim evitar os problemas resultantes da mesma. Outro objetivo é aperfeiçoar a qualidade de biodiesel produzido por meio do processo de lavagem com água.

De acordo com um aspecto da presente invenção, é provido um método de purificar um combustível biodiesel compreendendo o contato do combustível biodiesel com pelo menos um material adsorvente.

Materiais adsorventes que podem ser empregados na presente invenção incluem, sem entretanto limitar, silicato de magnésio, silicato de alumínio de magnésio, silicato de cálcio, silicato de sódio, carvão ativado, gel de sílica, fosfato de magnésio, hidróxido de metal, óxidos de metal, carbonatos de metal, bicarbonatos de metal, sesquicarbonato de sódio, silicatos de metal, argilas de branqueamento, terras de branqueamento, argilas de bentonita, e alumina. Cada um dos materiais acima mencionados pode ser empregado sozinho ou em combinação. Quando os materiais são empregados em combinação, eles podem ser pré-misturados antes do contato do combustível biodiesel ou eles podem ser postos em contato com o biodiesel separadamente.

Em uma modalidade, pelo menos um material adsorvente compreende silicato de magnésio.

Em uma modalidade, o silicato de magnésio tem as seguintes propriedades:

Perda de Ignição	Máximo de 15% (base seca)
% de MgO	Mínimo de 15% (base ignificada)
% de SiO ₂	Mínimo de 67% (base ignificada)
Sais solúveis	Máximo de 3%
Taxa de mol MgO:SiO ₂	1:1,36 a 1:3,82,

Em outra modalidade, o silicato de magnésio é um silicato de magnésio amorfo, hidratado, precipitado, sintético, tendo uma área de superfície de pelo menos 300 metros quadrados por grama, e preferivelmente tem uma área de superfície de cerca de 400 metros quadrados por grama a cerca de 700 metros quadrados por grama, e mais preferivelmente tem uma área de superfície de cerca de 400 metros quadrados

08

- por grama a cerca de 600 metros quadrados por grama. Além disso, tal silicato de magnésio é preferivelmente empregado como partículas brutas, com pelo menos 75%, e preferivelmente pelo menos 85% das partículas tendo um tamanho de partícula que é maior do que a malha 400, e com não mais de 15% e preferivelmente não mais de 5%,
- 5 tudo em peso, tendo um tamanho de partícula maior do que a malha 40. Na maioria dos casos, o tamanho de partícula médio do silicato de magnésio empregado de acordo com a presente invenção é, sem entretanto limitar, na ordem de 20-175 micra. Deve entretanto ser entendido que o silicato de magnésio pode ter um tamanho de partícula diferente do tamanho preferido.
- 10 Além disso, o silicato de magnésio amorfo, hidratado, precipitado que é empregado de acordo com uma modalidade preferida da presente invenção tem geralmente uma densidade de volume na ordem de 15-35 lbs./pés cúbicos, um pH de 3-10.8 (suspensão em água de 5%) e uma proporção molar de MgO a SiO₂ de 1:1.0 para 1:4.0.
- 15 O que segue é uma especificação e um valor típico para um silicato de magnésio, que é empregado de acordo com uma modalidade da presente invenção:

TABELA.

Parâmetro	Especificação	Valor Típico
Perda em Ignição a 900°C;	Máximo de 15%	12%
Proporção Molar MgO:SiO ₂ ,	1:2,25 a 1:2,75	1:2,60
Ph de suspensão em Água de 5%	9,5 ± 0,5	9,8
% de Sais Solúveis em peso	Máximo de 3,0	1,0%
Tamanho Médio de Área de Superfície de Micra (B.E.T.)	300 m ² /g(min.)	400 aproximadamente 1,5.
Índice Refrativo		Aproximadamente 1,5.

09

Um exemplo representativo de tal silicato de magnésio sintético amorfo, hidratado, precipitado, tendo uma superfície de área de pelo menos 300 metros quadrados por grama está disponível como Magnesol® Polysorb 30/40, um produto do Dallas Group of América, Inc., Whitehouse, N.J., e também é descrito no Pedido de Patente Norte-
5 Americano 4.681.768.

Em outra modalidade, o silicato de magnésio é um silicato de magnésio que tem uma área de superfície de não mais de 150 metros quadrados por grama, preferivelmente de cerca de 50 metros quadrados por grama a cerca de 150 metros quadrados por grama. Preferivelmente, tal silicato de magnésio tem uma proporção molar de MgO
10 para SiO₂ de cerca de 1:3 a cerca de 1:3,8, e um pH (suspensão em 5% de água) de cerca de 9,5 a cerca de 10,5. Um exemplo de tal silicato de magnésio está disponível como Magnesol® HMR-LS, um produto do Dallas Group of America, Inc., Whitehouse, N.J.

Em outra modalidade, o silicato de magnésio é um silicato de magnésio sintético amorfo, hídrico, precipitado, que tem um pH de cerca de 9.0. Como aqui usado, o
15 termo "precipitado" significa que o silicato de magnésio sintético amorfo, hidratado é produzido como um resultado de precipitação formado no contato de um sal de magnésio e uma fonte de silicato em um meio aquoso.

Para finalidades da presente invenção, o pH do silicato de magnésio é o pH do silicato de magnésio, como medido em uma massa semi-sólida em 5% do silicato de magnésio
20 em água. O pH do silicato de magnésio em uma massa semi-sólida em 5% preferivelmente é de cerca de 8,2 a cerca de 8,9, e mais preferivelmente de cerca de 8,5 a cerca de 8,8, e mais preferivelmente é cerca de 8,5. Exemplos de tais silicatos de magnésio sintético amorfos hídricos precipitados são descritos na Patente dos Estados
25 Unidos da América No. 5.006.356 e também estão disponíveis como Magnesol® R30 e Magnesol® R60, produtos do Dallas Group of América, Inc., Whitehouse, N.J. Magnesol® R30 tem um tamanho de partícula médio de 30 micra, e Magnesol® R60 tem um tamanho médio de partícula de 60 micra.

Em uma modalidade adicional, o silicato de magnésio tem um pH (suspensão em 5%
30 de água) de cerca de 9,0 a cerca de 9,5.

Em outra modalidade, o silicato de magnésio pode ser na forma de talco.

Deve ser entendido entretanto que o âmbito da presente invenção não deve ser limitado a qualquer tipo específico de silicato de magnésio ou método para a produção da mesma.

Em geral, o combustível biodiesel é posto em contato com pelo menos um material adsorvente, tal como silicato de magnésio como abaixo descrito, em uma quantidade eficaz para remover impurezas do combustível biodiesel. Por exemplo, o combustível biodiesel pode ser posto em contato com pelo menos um material adsorvente em uma quantidade de cerca de 0,01% em peso a cerca de 20% em peso, com base no peso do combustível biodiesel, preferivelmente de cerca de 0,5% em peso a cerca de 4,0% em peso.

O combustível biodiesel pode ser derivado de qualquer fonte de triglicerídios, incluindo, sem entretanto limitar, fontes de usina, e fontes de gordura ou óleo animal, incluindo, sem entretanto limitar, soja em bruto, óleos em bruto, graxas amarelas, graxas flutuantes, graxa branca, material de sabão, e qualquer outra fonte de ácidos graxos. Como declarado a seguir, triaglicerídios são reagidos com um álcool, tal como, por exemplo, metanol, etanol, ou propanol, na presença de um catalisador para produzir uma mistura de Éster de Metila de Ácido Graxo (FAME), Éster de Etila de Ácido Graxo e Éster de Propila de Ácido Graxo, respectivamente, e sub-produtos aqui descritos. Os ésteres de ácido graxo são separados da mistura e o calor retirado para remover álcool residual.

O(s) éster(es) de ácido graxo é (são) posto (s) em contatado com pelo menos um material adsorvente em uma quantidade, tal como descrita acima, eficaz para remover impurezas das mesmas. Impurezas que podem ser removidas incluem, sem entretanto limitar, sabão, cores, odores, catalisadores não-reagidos, metais e compostos metálicos, enxofre, fósforo, cálcio, ferro monoglicerídios, diglicerídios, triglicerídios poliméricos, compostos ácidos, glicerina livre e total, metanol, clorofila, água, e sedimento, como relacionados nas especificações para ASTM 6751 para biodiesel, e o Padrão Europeu EN14214. O biodiesel purificado terá também estabilidade oxidativa aperfeiçoada.

As especificações de ASTM 6751 são as seguintes:

% de Glicerina Livre	Máximo de 0,020
% de Glicerina Total	Máximo de 0,240
Ponto de Inflamação, °C	Máximo de 130 °C
Água e Sedimento, % em volume	Máximo de 0,050
Resíduo de Carbono, %	Máximo de 0,050
Cinza Sulfatada, % em Massa	Máximo de 0,020
Viscosidade Cinemática, cSt em 40°C	1,9-6,0
Enxofre Total, % em massa	Máximo de 0,05
Número de Cetano	Mínimo de 47
Corrosão de Cobre	No. 3 Máximo
Número de Ácido, mg KOH/grama	Máximo de 0,80
Fósforo, % em Massa	Máximo de 0,001

As especificações de EN 14214 são as seguintes:

Propriedade	Unidade	Limites		Método de Teste
		Mínimo	Máximo	
Teor de Éster	% (m/m)	96,5		EN 14103
Densidade a 15°C	Kg/m ³	860	900	EN ISO 3675 EN ISO 12185
Viscosidade em 40°C	mm ² /s	3,50	5,00	EN ISO 3104
Ponto de Inflamação	°C	120	-	prEN ISO 3679
Teor de Enxofre	mg/kg	-	10,0	prEN ISO 20846 prEN ISO 20884
Resíduo de Carbono (em 10% de resíduo de destilação)	% (m/m)	-	0,30	EN ISO 10370
Número de Cetano		51,0		EN ISO 5165
Teor de cinza Sulfatada	% (m/m)	-	0,02	ISO 3987
Teor de água	mg/kg	-	500	EN ISO 12937

Contaminação Total	mg/kg	-	24	EN 12662
Corrosão por desgaste de Cobre (3h em 50°C)	Classificação	Classe 1		EN ISO 2160
Estabilidade de Oxidação, 110 °C	horas	6,0	-	EN 14112
Valor de Ácido	ng KOH/g		0,50	EN 14104
Valor de Iodo	gr. de iodo/100gr.		120	EN 14111
Éster de Metila de Ácido Linolênico	% (m/m)		12,0	EN 14103
Ésteres de metila Poli-insaturado (>= 4 ligações duplas)	% (m/m)		1	
Teor de Metanol	% (m/m)		0,20	EN 14110
Teor de Monoglicerídio	% (m/m)		0,80	EN 14105
Teor de Diglicerídio	% (m/m)		0,20	EN 14105
Teor de Triglicerídio	% (m/m)		0,20	EN 14105
Glicerol Livre	% (m/m)		0,02	EN 14105 EN 14106
Total de Glicerol	% (m/m)		0,25	EN 14105
Metais do Grupo I (Ba+K)	mg/kg		0,50	EN 14108 EN 14109
Metais do Grupo II (Ca+Mg)	mg/kg		5,0	prEN 14538
Teor de Fósforo	mg/kg		10,0	EN 14107

Fonte: Padrão Europeu EN 14214: Combustíveis Automotivos-Ésteres de metila de Ácido Graxo (FAME) para requisitos e métodos de teste de motores a diesel (aprovado em 14 de fevereiro de 2003).

- 5 A invenção será agora descrita com relação aos exemplos; entretanto, não se pretende que o âmbito da presente invenção seja limitado a eles.

Exemplo 1

Amostras de combustível biodiesel de 3.733g (4.440 ml) cada, incluindo 20% em peso de ésteres de metila de ácido graxo derivados de óleo de milho e 80% em peso de ésteres de metila de ácido graxo derivado de óleo de soja em bruto, foram tratadas com (i) 1% em peso de Magnesol® R60 ou (ii) 2% em peso de Magnesol® R60 a 200°F por 20 minutos. Amostras não lavadas e tratadas foram testadas quanto a presença de várias impurezas, bem como quanto a ponto de inflamação, viscosidade cinemática, número de cetano, ponto de névoa, e corrosão de cobre. Os resultados são dados na Tabela 1 abaixo.

10

Tabela 1

Espec de ASTM	Método de Analise de ASTM	Éster de Metila Não Lavado	1% de R60	2% de R60
Glicerina Livre, %	D6584	0,170	0,039	0,003
Total de Glicerina, %	D6584	0,321	0,197	0,148
Ponto de Inflamação, °C	D93	Não Aplicado	92	141
Água e Sedimento, % em volume	D2709	0,60	0,005	0
Resíduo de Carbono, %	D524	0,020	<0,10	<D,010
Cinza Sulfatada, % de massa	D874	0,025	0,000	0,00
Viscosidade cinemática, cSt@40°C	D445	3,904	4,22	4,156

Enxofre Total, %de Massa	D5453	0,00016	0,00025	0,00008
Número de Cetano	D613	5,8	53,2	55,0
Ponto de Névoa, °C	D2500	-1,0	-3,0	0,0
Corrosão de Cobre	D130	1A	1A	1A
Número de Ácido, mg KOH/grama	D664	0,23	0,48	0,40
Fósforo, Massa %	D4951	0,0005	0,0002	0,0000
Sabão ppm	NA	2411	27	0

Exemplo 2

Amostras de combustível biodiesel de 100 gramas cada, incluindo 20% em peso de ésteres de metila de ácido graxo derivados de óleo de milho e 80 % em peso de ésteres de metila de ácido graxo derivados de óleo de soja bruto, foram tratadas com (i) 1% em peso de Magnesol® R30 ou (ii) de 1 % em peso a 1,8% em peso de Magnesol® R60 a 200°F por 20 minutos. Amostras não lavadas e tratadas foram tratadas quanto a presença de glicerina livre e glicerina total de acordo com o método D6584 ASTM. Os resultados são dados na Tabela 2 abaixo.

10

TABELA 2

Descrição de Amostra	% de Glicerina Livre	% de Glicerina Total
Éster de Metila Não Lavada	0,170	0,321
1% de Magnesol R30	0,029	0,156
1% de R60	0,037	0,185

1,1% de R60	0,027	0,173
1,2% de R60	0,016	0,136
1,4% de R60	0,008	0,133
1,8% de R60	0,003	0,122

15

Exemplo 3

Amostras de combustível de Biodiesel de 150 gramas cada, incluindo éster de metila de ácido graxo derivado de óleo de milho, foram tratadas com (i) 1% em peso de Magnisol® R60 ou (ii) 2% em peso de Magnisol® R60 a 200°F por 20 minutos. Amostras não lavadas e tratadas foram testadas quanto a presença de sabão (método AOCS de Cc17-79), e glicerina livre e glicerina total de acordo com o método ASTM D6584. Os resultados são dados na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3

AMOSTRA	Sabão ppm	Glicerina Livre	Glicerina Total
M.E. Não lavada	3382	0,339	0,531
1% de R60	244	0,058	0,268
2% de R60	10	0,024	0,227

10

Exemplo 4

Amostras de combustível biodiesel de 100 gramas cada, incluindo éster de metila de ácido graxo derivado de óleo de soja bruto, foram tratadas por (i) lavagem com água, seguida por secagem, ou por contato das amostras com (ii) 1% em peso de Magnisol® R30; (iii) 2 % em peso de Magnisol®R30 ou (iv) 4% em peso de Magnisol®R30 a 160°F por 20 minutos. Amostras não-lavadas, lavadas e secadas e tratadas com Magnisol® foram testadas quanto a presença de sabão, e glicerina livre e glicerina com percentual de massa, de acordo com o método ASTM D6584, percentual de volume de água e sedimento de acordo com o método ASTM D2709, e cinza sulfatada com percentual de massa de acordo com o método ASTM D874. Os resultados são dados na Tabela 4, abaixo:

20

Tabela 4

Amostra	sabão ppm	% de Glicerina Livre	% de massa de Glicerina	% de água e sedimento Sulfatado	
M.E. não lavada	1722	0,292	0,402	0,2	0,03:
M.E. lavada e secada	11	0	0,147	0,1	0
1% de Magnesol R30 de tratamento	48				
2% de Magnesol R30 de tratamento	0	0,031	0,145	0,06	0,00
4% de Magnesol R30 de tratamento	0				

Exemplo 5

Amostras de combustível biodiesel de 100 gramas, cada, incluindo éster de metila de ácido graxo derivado de óleo de soja bruto, foram tratadas por contato com (i) 1% em peso de Magnesol® R60; ou (ii) 1 % em peso de Magnesol®R30 a 170°F por 20 minutos. Amostras não lavadas e tratadas foram testadas quanto a presença de sabão e glicerina livre e total de acordo com o método ASTM D6584. Os resultados são dados na Tabela 5 abaixo.

Amostra	Temperatura de Tratamento	Tempo de Tratamento	ppm Sabão	Glicerina Livre	Glicerina Total
Éster de metila			1900	0,086	0,204

não-lavada

1% de R60	170°F	20 minutos	20	0,011	0,123
1% de R60	250°F	20 minutos	18	0,013	0,127
1% de	170°F	20 minutos	20	0,012	0,127

Magnesol®R30

Exemplo 6

Amostras de combustível biodiesel de 100 gramas cada, incluindo ésteres de metila de ácido graxo derivados de graxa amarela, foram tratados (i) por lavagem com água, seguida por secagem, ou por contato das amostras com (ii) 1% em peso de Magnesol®R30; (iii) 2 % em peso de Magnesol®R30; ou (iv) 4% em peso de Magnesol®R30 a 160°F por 20 minutos.

Amostras não-lavadas, lavadas e secadas, e tratadas com Magnesol® foram testadas quanto a presença de sabão. Os resultados são dados na Tabela 6 abaixo. Neste exemplo, houve uma significativa quantidade de metanol não reagido em ebulição enquanto do aquecimento das amostras até a temperatura de tratamento. Este metanol deve ter sido removido durante a etapa de retirada de calor.

Tabela 6

<u>Amostra</u>	<u>Ppm Sabão</u>
M.E. Não lavada	5971
M.E. lavada e secada	77
1% de Magnesol®R30 de tratamento	3723
2% de Magnesol®R30 de tratamento	2381
4% de Magnesol®R30 de tratamento	1914

O metanol em excesso pode ter interferido com a capacidade do Magnesol®R30 de adsorver sabão. Portanto, o experimento foi repetido após a remoção do metanol em excesso (vide Exemplo 7 abaixo).

Exemplo 7

Amostras de combustível biodiesel de 100 gramas cada, incluindo éster de metila de ácido graxo derivado de graxa amarela (usada no Exemplo 6), foram tratadas após ebulição por 2 horas para remover excesso de metanol por contato das amostras com

(i) 2% em peso de Magnesol®R30 ; (ii) 4 % em peso de Magnesol®R30 ; ou (iii) 8% em peso de Magnesol®R30 a 160°F por 20 minutos. Amostras não lavadas, e tratadas com Magnesol®R30 foram testadas quanto a presença de sabão.

Os resultados são dados na Tabela 7 abaixo.

5

Tabela 7

<u>Amostra</u>	<u>Ppm Sabão</u>
M.E. Não lavada	4986
2% de Magnesol®R30 de tratamento	1490
4% de Magnesol®R30 de tratamento	79
8% de Magnesol®R30 de tratamento	9

Os resultados confirmaram que o metanol em excesso interferiu com a purificação da amostra biodiesel.

Exemplo 8Condições de Procedimento e Reação

10 1. Produção de Biodiesel

60 galões tanto de ésteres de metila de óleo de soja bruto quanto de ésteres de metila de graxa amarela foram produzidos na usina piloto de biodiesel situada na Instalação de Conversão de Energia de Biomassa (BECON) em Nevada, IA. A usina piloto de biodiesel é operada por Iowa State University e foi construída usando as instalações principais de fabricação de biodiesel, como o modelo. O procedimento para fabricar os

15 ésteres de metila de soja e graxa amarela é descrito abaixo.

Material de Alimentação de Soja

O processo de reação para o éster de metila baseado em soja foi concluído em três etapas. A Etapa Um envolveu a adição de 80% do metanol e catalisador e a remoção da glicerina após a conclusão da reação. Durante a Etapa Dois, os 20% restantes do

20 metanol e do catalisador foram adicionados e a glicerina foi separada após a conclusão da reação. A etapa Três foi a retirada de metanol do biodiesel reagido.

ETAPA UM: Reação Principal.

Óleo de soja em bruto, seco e parcialmente desengomado, contendo 0,77% de FFA

25 pesando 520 libras (aproximadamente 69 galões) foi adicionado ao tanque de reação,

95.68 libra de metanol e 6,37 libras de metóxido de sódio foram adicionadas e os materiais foram misturados e aquecidos até que a temperatura de reação atingisse 140°F após 30 minutos. A reação foi deixada continuar em 140°F por um adicional de 1.5 horas (total do tempo de reação de 2 horas) e então a mistura e o aquecimento foram encerrados. Após 8 horas do tempo de separação, a fase de glicerina foi separada da fase de éster de metila. A quantidade de glicerina removida foi 82,7 libras.

ETAPA DOIS: Reação Secundária.

Ao éster de metila/óleo de soja restantes, um adicional de 23.92 libras de metanol e 1,59 libras de metóxido de sódio foram adicionados e as condições de reação na etapa um foram repetidas. A quantidade de glicerina removida foi de 9.8 libras.

ETAPA TRÊS: Retirada de Metanol.

Os ésteres de metila restantes foram passados através do evaporador de inflamação para remover o metanol em excesso. O vácuo do tanque de inflamação foi mantido em 25-26 mm Hg e a temperatura de aspersão no tanque de inflamação foi 240°F. A taxa de fluxo de água do condensador foi 3 gpm e o tempo de recirculação foi 45 minutos. O ponto de inflamação final dos ésteres de metila foi 143°F.

Os 60 galões de ésteres de metila produzidos de material de alimentação de soja foram colocados em um tanque de mistura de capacidade de 70 galões. Os ésteres de metila foram recirculados por cerca de 10 minutos para assegurar que a mistura estava uniforme. Aproximadamente 3 galões do éster de metila foram colocados em um recipiente de 5 galões para serem testados posteriormente.

Material de alimentação de Graxa Amarela.

O processo de reação para os ésteres de metila baseados em graxa amarela foi concluído em quatro etapas. A Etapa Um foi o pré-tratamento para converter o FFA em ésteres de metila. A Etapa Dois envolveu a adição de 80% do metanol e do catalisador e a remoção da glicerina após a conclusão da reação. Durante a Etapa Três, os 20% restantes de metanol e catalisador foram adicionados e a glicerina foi separada após a conclusão da reação. Durante a Etapa Quatro, o metanol foi retirado do biodiesel reagido.

ETAPA UM: Pré-tratamento.

A graxa amarela, pesando 480 libras (aproximadamente 64 galões) e contendo 11,6% de FFA, foi adicionada ao tanque de reação. O Metanol (125,04 libras) e o ácido sulfúrico (2,78 libras) foram adicionados à graxa amarela e os materiais foram misturados e aquecidos até que a temperatura de reação atingisse 140°F após 30 minutos. A reação continuou por mais 1,5 horas. A mistura foi deixada separar por 8 horas a fim de confirmar a conversão eficaz do FFA em ésteres de metila. A fase superior continha metanol, ácido sulfúrico e ésteres de metila e pesava aproximadamente 147,82 libras. A fase inferior, consistindo de graxa amarela, pesava cerca de 460 lb e continha 1,67% de FFA.

10 ETAPA DOIS: Reação Primária.

Foram adicionados à graxa pré-tratada da Etapa Um, 84,64 libras de metanol e 8,21 libras de metóxido de sódio. Os materiais foram misturados e aquecidos até que a reação atingisse 140°F, após 30 minutos. A reação foi deixada continuar em 140°F por mais 1,5 horas (tempo total de reação de 2 horas) e então a mistura e o aquecimento foram cessados. Após 8 horas de tempo de separação, a fase de glicerina foi separada da fase de éster de metila. A quantidade da glicerina removida foi 102 libras. Aproximadamente 10 libras da graxa amarela/éster de metila foram perdidas.

ETAPA TRÊS: Reação Secundária.

As 450 libras restantes de éster de metila/graxa amarela, 21,16 libras adicionais de metanol e 2,05 libras de metóxido de sódio foram adicionadas e as condições de reação na etapa um foram repetidas. A quantidade de glicerina removida foi 10 libras.

ETAPA QUATRO: Retirada de Metanol.

Os ésteres de metila restantes foram passados através do evaporador de inflamação para remover o excesso de metanol. O vácuo do tanque de inflamação foi mantido a 25-26 mm Hg e a temperatura de aspersão no tanque de inflamação foi 240°F. A taxa de fluxo da água do condensador foi 3 gpm e o tempo de recirculação foi 45 minutos. Os 60 galões de ésteres de metila produzidos do material de alimentação de graxa amarela foram colocado em um tanque de mistura com capacidade de 70 galões. O éster de metila foi recirculado por cerca de 10 minutos para assegurar que a mistura estava uniforme. Aproximadamente 3 galões do éster de metila foram colocados em um recipiente de 5 galões para serem testados posteriormente.

II. Procedimento de Lavagem com Água.

Material de alimentação de Soja.

- Vinte galões de biodiesel de soja bruta foram lavados com água, usando quatro sucessivas lavagens em um tanque de lavagem com água pura a 140°F. Cada lavagem foi realizada usando 50% do volume do biodiesel (ver Tabela 8). As duas primeiras lavagens com água foram realizadas sem uso de qualquer agitação (apenas aspersão da água no tanque) enquanto as terceiras e quarta lavagens foram realizadas usando agitação. A água de cada lavagem foi removida por separação por gravidade e descartada.
- O biodiesel lavado foi então colocado através do evaporador de inflamação para remover o excesso de água. O vácuo do tanque de inflamação foi mantido em 27-28 mm Hg e a temperatura de aspersão do tanque era 240°F. A taxa de fluxo do condensador foi 1 gpm, a pressão de estrangulamento foi 25 psig e o tempo de recirculação foi 30 minutos. O biodiesel acabado foi então coletado em recipientes de 5 galões e preservado para análise adicional.

TABELA 8: Biodiesel de Soja Lavada com Água.

Descrição de Amostra	# de lavagens com Água	Quantidade de Água/Lavagem	% H ₂ O
ME Lavado com Água	4	220 libras	0,017

Material de Alimentação de Graxa Amarela.

- Vinte galões do biodiesel de graxa amarela foram lavados com água usando um total de cinco lavagens sucessivas a 140°F usando água doce no tanque de lavagem com água. Cada lavagem foi realizada usando 50% do volume do biodiesel (vide Tabela 9). As três primeiras lavagens com água foram realizadas sem uso de agitação enquanto a quarta e a quinta lavagens foram realizadas usando agitação. A água de cada lavagem foi removida por separação por gravidade e descartada (o tempo de separação foi 45 minutos/lavagem com água).

TABELA 9: Biodiesel de Graxa Amarela Lavada com Água.

Descrição de Amostra	# de lavagens com Água	Quantidade de Água/Lavagem	% H ₂ O
ME Lavado com Água	5	220 libras	0,019

O biodiesel lavado foi colocado através do evaporador de inflamação para remover o excesso de água. O vácuo to tanque de inflamação foi mantido a 27-28 mm Hg e a temperatura de aspersão do tanque foi 240°F. A taxa de fluxo do condensador foi 1 gpm, a pressão de estrangulamento foi 25 psig e o tempo de recirculação foi 30 minutos. O biodiesel acabado foi então coletado em recipientes de 5 galões e preservado para análise adicional.

III. Purificação Adsorvente com Silicato de Magnésio Sintético.

Ésteres de Metila de Soja.

A fim de confirmar um nível apropriado de tratamento, uma amostra de 200 psig do biodiesel foi tratada no laboratório com 1% em peso (2g) de MAGNESOL® R60 a 160°F. O material foi filtrado por gravidade, após 5 minutos o tempo de contato foi atingido. O valor de ácido e o conteúdo de sabão foram verificados na amostra antes e depois do tratamento (ver Tabela 10 abaixo).

Tabela 10: Teste de Laboratório de Biodiesel de Soja Inicial.

Descrição de Amostra	Ponto de Inflamação (°C)	Valor de Ácido (mg KOH/g)	Teor de Sabão (ppm)
ME Inicial Após 1% de R60	143	0,61	651
	NT	0,40	9

15

Vinte galões de ésteres de metila produzidos do material de alimentação de soja (Não lavado com água) foram colocados em um tanque de mistura com capacidade de 70 galões. Os 20 galões foram circulados através de um trocador de calor até a temperatura do tanque ser 170°F (77°C). MAGNESOL®/R60 foi adicionado aos ésteres de metila no nível predeterminado de 1% em peso (1,5 libras de MAGNESOL® e o material foi misturado por 10 minutos. A mistura de éster de metila/ MAGNESOL® foi

20

- recirculada através de um filtro de soquete que continha um soquete de filtro de polipropileno de 5 micra (aproximadamente 6" de diâmetro por 3' de comprimento. O filtrado pareceu límpido após cerca de 10 minutos de circulação através do filtro e uma amostra foi tirada e verificada quanto a sabão (Vide Tabela 11) O filtrado foi coletado
- 5 em recipientes de 5 galões e preservado para análise adicional.

Tabela 11: Tratamento de Biodiesel de Soja com MAGNESOL® R60.

Descrição de Amostra	Peso de Éster de Metila	Peso de MAGNESOL® R60	% de tratamento	Temperatura de tratamento	Teor de Sabão (ppm)
ME inicial	146,6 libras	1,5libras	1,0	170°F	651
ME Tratado com R60					8

Ésteres de Metila de Graxa Amarela.

- A fim de confirmar um nível de tratamento apropriado, uma amostra de 200g do biodiesel foi tratada no laboratório com 2% em peso (4g) de MAGNESOL® R60 A
- 10 160°F. o sabão e o ponto de inflamação foram testados antes e depois do tratamento (vide Tabela 12).

TABELA 12: Teste Inicial de Laboratório de Biodiesel de Graxa Amarela.

Descrição de Amostra	Ponto de Inflamação °C)	Teor de Sabão ppm
ME Inicial	140	2600
após 2% de R60	145	10

- 15 15 galões do éster de metila feito de material de alimentação de graxa amarela (não lavada em água) foram bombeados no tanque de mistura para serem tratadas com MAGNESOL® R60. Uma amostra de um galão foi coletada. Os 14 galões restantes foram tratados com MAGNESOL® a 170°F por 10 minutos e então o filtro foi iniciado e recirculado por cerca de 20 minutos (Tabela 13). O biodiesel foi coletado em
- 20 recipientes de 5 galões para análise adicional.

TABELA 13: Tratamento de Biodiesel de Graxa Amarela com MAGNESOL® R60.

Descrição de amostra	Peso de Éster de Metila	peso de MAGNESOL® R60	% de tratamento	Temperatura de Tratamento	Teor de Sabão (ppm)
ME Inicial ME Tratado com R60	102 libras	2,05 libras	2,0	170°F	2600 22

IV Teste Analítico de Amostras de Biodiesel

As amostras de biodiesel que foram coletadas foram rotuladas como segue:

- 5 S1= biodiesel de soja não lavada, não tratada.
S-2 = biodiesel de soja lavada e secada.
S-3 = 1% de biodiesel de soja tratado com MAGNESOL® R60.
Y1= Biodiesel de graxa amarela não lavada, não tratada.
Y2 = Biodiesel de graxa amarela lavada e secada.
- 10 Y3 = Biodiesel de graxa amarela tratada com 2% de MAGNESOL® R60.

ASTM D6751.

Todas as amostras foram enviadas para um laboratório analítico reconhecido para o total teste ASTM D6751.

Parâmetros Adicionais Testados.

- 15 Todas as amostras foram testadas quanto a parâmetros adicionais, incluindo: teor de metal (P, Na, Mg, Ca), sabão, viscosidade e estabilidade oxidativa.

Dados e Resultados.

Biodiesel Baseado em óleo de Soja.

TABELA 14: Resultados ASTM D6751 para Biodiesel de Soja.

ESPECIFICAÇÃO ASTM	Especificação ASTM D6751	M.E. Não lavado, Não tratado.	1% de MAGNESOL® R60	M.E. Lavado e Secado
Glicerina Livre, %	0,020 máximo	0,033	0,005	0,002
Glicerina Total, %	0,240 máximo	0,209	0,191	0,196

Ponto de Inflamação, °C	130 mínimo	>190	200	163
Água e Sedimento, % em volume	0,050 máximo	0,10	0,04	0,00
Resíduo de Carbono, 1%	0,050 máximo	<0,010	<0,010	0,050
Cinza sulfatada % em massa	0,020 máximo	0,000	0,000	0,005
Viscosidade Cinemática, cS(@40°C	1,9-6,0	4,127	4,097	4,207
Total de Enxofre, % em Massa	0,05 máximo	0,00006	0,00002	0,00007
Número de Cetano	47 mínimo	51,0	51,3	55,9
Ponto de Névoa, °C	Relatório	0,0	0,0	0,0
Corrosão de Cobre	Máximo No. 3	1a	1a	1 ^a
Número de Ácido, mg KOH/gram.	0,80 máximo	0,32	0,27	0,31
Fósforo, % de massa	0,001	0,0007	0,0005	0,0006

Os resultados do teste ASTM D6751 para os ésteres de metila de soja são resumidos na Tabela 14. O éster de metila de soja não tratada, não lavada não atendeu as especificações de ASTM D6751. O éster de metila lavado e secado e o éster de metila tratado com 1% de MAGNESOL® foram capazes de atender todas as especificações de ASTM. Os resultados mostram que a lavagem com água tradicional do éster de

metila poderia ser substituída completamente pelo tratamento adsorptivo com MAGNESOL®.

TABELA 15: Parâmetros Adicionais Testados para Biodiesel de Soja.

Parâmetro	Método	M.E. Não-lavado, Não-tratado	1% de MAGNESOL® R60	M.E. Lavado e Secado
Viscosidade em 40°C, mm ² /seg.	ISO 3104	4,1	4,1	4,2
Estabilidade de Oxidação em 110°C, horas	EN 14112	0,5	3,7	0,2
Teor de Metanol, %	EN14110	0,113	0,011	<0,001
Metais I Na, mg/kg	AA	3	<1	5
Metais II Ca, mg/kg	EN 14538	0	0	0
Metais II Mg, mg/kg	EN 14538	0	0	0
Teor de Fósforo, mg/kg	EN 14107	<1	<1	<1
Sabão, mg/kg	AOCS Cc17-79	651	4	13

- 5 Alguns parâmetros adicionais que foram testados nos ésteres de metila de soja são relatados na Tabela 15. A estabilidade oxidativa de biodiesel é um parâmetro muito importante que se relaciona à armazenagem e à estabilidade térmica do combustível biodiesel. A estabilidade oxidativa do biodiesel foi aperfeiçoada significativamente pelo tratamento com MAGNESOL® quando comparada ao éster de metila não lavado, não
- 10 tratado e ao método de lavagem com água tradicional (86% e 95% de melhoramento).

Não houve qualquer quantidade significativa de metais ou sabão (ppm) após o tratamento e a filtração dos ésteres de metila com MAGNESOL®, enquanto o biodiesel lavado com água continha 5ppm de sódio e 13 ppm de sabão.

Biodiesel Baseado em Graxa Amarela.

5 TABELA 16: Resultados de ASTM D6751 para Éster de metila de Graxa Amarela.

Especificação ASTM	Especificação ASTM D6751	M.E. Não-Lavado, Não Tratado	2% de MAGNESOL® 60	M.E. Lavado e Secado
Glicerina Livre, %	0,020 máximo	0,063	0,004	0,037
Glicerina Total, %	0,240 máximo	0,220	0,147	0,185
Ponto de Inflamação, °C	130 mínimo	179	168	>190
Água e Sedimento, % em volume	0,050 máximo	0,70	0,005	0,06
Resíduo de Carbono, %	0,050 máximo	0,060	0,000	0,013
Cinza sulfatada, % em massa	0,020 máximo	0,007	0,002	0,004
Viscosidade Cinemática, cSt@40°C	1,9 – 6,0	5,095	5,060	5,107
Total de Enxofre, % de massa	0,05 máximo	0,00146	0,00133	0,00139
Número de	47 mínimo	57,8	57,4	60,3

Cetano				
Ponto de Névoa, °C	Relatório	10,0	9,0	9,0
Corrosão de Cobre	No. 3 máximo	1a	1a	1a
Número de Ácido, mg KOH/grama	0,80 máximo	0,21	0,32	0,27
Fósforo, % de massa	0,001 máximo	0,0009	0,0008	0,0008

Os resultados de teste ASTM D6751 para os ésteres de metila de graxa amarela são resumidos na Tabela 16. O éster de metila de soja não tratada, não lavada e os ésteres de metila lavados e secados não atenderam as especificações ASTM D6751. O éster de metila lavado e secado não atendeu a especificação para a glicerina livre e água e sedimento. Houve um teor muito alto de sabão (vide Tabela 17) no éster de metila não lavado, não tratado, o que pode levar a uma pobre separação e emulsificação, que poderia explicar a incapacidade de atender às especificações ASTM.

O éster de metila de graxa amarela tratada com 2% de MAGNESOL® foi capaz de atender a todas as especificações ASTM D6751. Os resultados mostram que o tratamento de adsorção dos ésteres de metila de graxa amarela produziu um biodiesel mais puro do que o obtido pelo método de lavagem com água tradicional.

TABELA 17: Parâmetros Adicionais Testados para o Biodiesel de Graxa Amarela.

Especificação EN 14214	Método EN 14214	M.E. não lavado Não tratado	2% de MAGNESOL® R60	M.E. Lavado e Secado
Viscosidade a 40°C (mm2/seg.)	ISO 3104	5,0	4,9	5,1
Estabilidade de	EN 14112	0,5	4,3	0,2

Oxidação em 110°C, horas				
Teor de Metanol, %	EN 14110	0,116	0,002	<0,001
Metais I Na, mg/kg	AA	16	<1	3
Metais II Ca, mg/kg	EN 14538	0	<1	0
Metais II Mg, mg/kg	EN 14538	0	1	0
Teor de Fósforo, mg/kg	EN 14107	<1	<1	1
Sabão, mg/kg	AOCS Cc17-79	2458	4	91

Alguns parâmetros adicionais que foram testados nos ésteres de metila de graxa amarela são relatados na Tabela 17. A estabilidade oxidativa do biodiesel foi aperfeiçoada significativamente por tratamento com MAGNESOL® quando comparada a amostra não lavada não tratada (88% de aperfeiçoamento). A estabilidade oxidativa foi também significativamente aperfeiçoada quando comparada ao método de lavagem com água tradicional (95% de aperfeiçoamento).

Não houve qualquer quantidade significativa de metais (todos <1ppm) ou sabão (4ppm) após o tratamento e filtração dos ésteres de metila com MAGNESOL®, enquanto o biodiesel lavado com água continha 91 ppm de sabão.

Exemplo 9

Uma amostra de 400g de éster de metila (biodiesel) produzido de óleo de soja refinado, branqueado, desodorizado (RBD) foi tratada com MAGNESOL® R60, ou MAGNESOL® 300R (uma mistura de 30% de silicato de sódio e 70% de MAGNESOL® R60) ou MAGNESOL® 600R (uma mistura de silicato de sódio e 40% de MAGNESOL® R60) ou MAGNESOL® 900R (uma mistura de 90% de silicato de sódio e 10% de MAGNESOL® R60) em 180°F por 20 minutos nas quantidades mostradas na Tabela 18 abaixo.

Tabela 18

Adsorvente	% em Peso
MAGNESOL R60	2,0
MAGNESOL 300R	1,0
MAGNESOL 300R	1,25
MAGNESOL 300 R	1,5
MAGNESOL 300R	1,75
MAGNESOL 300R	2,0
MAGNESOL 600R	0,75
MAGNESOL 900R	0,50

As amostras foram então testadas quanto à presença de ácidos graxos livres (FFA) e sabão (ppm). Os resultados são dados na Tabela 19 abaixo.

5

Tabela 19

Amostra	% de FFA	Sabão (ppm)
Em branco	0,88	19
2% de MAGNESOL® R60	0,72	0
1,0 de % de MAGNESOL® 300R	0,49	23
1,25% de MAGNESOL® 300R	0,36	Não Disponível
1,5% de MAGNESOL® 300R	0,29	Não Disponível
1,75% de MAGNESOL® 300R	0,20	Não Disponível
2,0% de MAGNESOL® 300R	0,24	16
0,75% de MAGNESOL® 600R	0,42%	18
0,50% de MAGNESOL® 900R	0,41	34

Exemplo 10

- 5 Uma amostra de 400g de éster de metila bruto (biodiesel) produzido de óleo de soja foi tratada com MAGNESOL® R60 ou MAGNESOL® 700R, uma mistura de 70% de silicato de sódio e 30% de MAGNESOL® R60, nas importâncias mostradas na Tabela 20 abaixo por 20 minutos em temperaturas de 78°F a 350°F, também como mostrado na Tabela 20 abaixo. As amostras tratadas foram então testadas quanto à presença dos ácidos graxos livres (FFA), sabão (ppm), e clorofila (ppm). Os resultados são dados na Tabela 20 abaixo.

Tabela 20

Adsorvente	% em Peso	Temp.	Tempo	% de FFA	Sabão (ppm)	% de Glicerina livre	% de Glicerina Total	Clorofila (ppm)
MAGNESOL® R60	0,50	200°F	20 minutos	0,46	0	---	---	---
MAGNESOL® R60	0,75	200°F	20 minutos	0,45	0	---	---	---
MAGNESOL® 700R	0,75	200°F	20 minutos	0,28	143	---	---	---
MAGNESOL® 700R	0,75	150°F	20 minutos	0,21	56	---	---	---
MAGNESOL® R60	0,75	78°F	20 minutos	0,49	6	---	---	2,96
MAGNESOL® R60	0,75	150°F	20 minutos	0,48	0	---	---	2,00
MAGNESOL® R60	0,75	200°F	20 minutos	0,46	0	---	---	0,91
MAGNESOL® R60	0,75	300°F	20 minutos	0,46	0	---	---	1,00
MAGNESOL® R60	0,75	350°F	20 minutos	0,46	0	---	---	0,97
Antes do	-	-	-	0,87	60	0,002	0,195	3,2

Tratamento								
------------	--	--	--	--	--	--	--	--

A descrição de todas as patentes e publicações (incluindo pedidos de patente publicados) são aqui incorporadas por referência, na mesma extensão como se cada patente e publicação fosse incorporada individualmente por referência.

- 5 Deve entretanto ser entendido que o âmbito da presente invenção não deve ser limitado às modalidades específicas descritas acima. A invenção pode ser praticada, de outro modo que não como particularmente descrita e estará ainda dentro do âmbito das reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de purificação de um combustível de biodiesel bruto, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

contatar o referido combustível de biodiesel bruto
5 com pelo menos um material adsorvente, em que o referido pelo menos um material adsorvente compreende silicato de magnésio e em que o referido combustível de biodiesel é um produto da reação de triglicerídeos com um álcool, fornecendo assim um combustível de biodiesel purificado que inclui pelo
10 menos um monoalquil éster de ácido graxo.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial de pelo menos 300 metros quadrados por grama.

15 3. Método, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial de pelo menos 400 a 700 metros quadrados por grama.

20 4. Método, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um tamanho de partícula de 20 micra a 175 micra.

5. Método, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma densidade aparente de 240,28 a 560,65 quilogramas por metro cúbico.
25

6. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio é um silicato de magnésio sintético precipitado hidratado

do amorfo, o referido silicato de magnésio tendo sido tratadas para reduzir o seu pH para menos de 9,0.

7. Método, de acordo com a reivindicação 6,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um pH em uma lama a 5% de 8,2 a 8,9.

8. Método, de acordo com a reivindicação 7,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um pH em uma lama a 5% de 8,5 a 8,8.

9. Método, de acordo com a reivindicação 1,
10 **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial inferior a 150 metros quadrados por grama.

10. Método, de acordo com a reivindicação 9,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial de 50 metros quadrados por grama a 150 metros quadrados por grama.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma razão molar de MgO para SiO₂ de 1:3,0 a 1:3,8
20 e um pH em uma suspensão aquosa a 5% de 9,5 a 10,5.

12. Método, de acordo com a reivindicação 1,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um pH de 9,0 a 9,5.

13. Método, de acordo com a reivindicação 1,
25 **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,01% em peso a 20,0% em peso, com base no peso do referido combustível de biodiesel.

14. Método, de acordo com a reivindicação 13,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,5% em peso a 4,0% em peso, com
5 base no peso do referido combustível de biodiesel.

15. Método, de acordo com a reivindicação 1,
CARACTERIZADO pelo fato de que os ácidos graxos livres são removidos do referido combustível de biodiesel bruto.

16. Método, de acordo com a reivindicação 1,
10 **CARACTERIZADO** pelo fato de que clorofila é removida do referido combustível de biodiesel bruto.

17. Método, de acordo com a reivindicação 1,
CARACTERIZADO pelo fato de que metanol é removido do referido combustível de biodiesel bruto.

15 18. Método, de acordo com a reivindicação 1,
CARACTERIZADO pelo fato de que o referido metanol é metanol traço.

19. Método, de acordo com a reivindicação 1,
CARACTERIZADO pelo fato de que glicerina é removida do referido
20 rido combustível de biodiesel bruto.

20. Método, de acordo com a reivindicação 1,
CARACTERIZADO pelo fato de que catalisador não reagido é removido do referido combustível de biodiesel bruto.

21. Método para o tratamento de um combustível de
25 biodiesel bruto, o referido combustível de biodiesel incluindo um metil éster de ácido graxo, o referido metil éster de ácido graxo tendo sido preparado através da reação de metanol com triglicerídeos na presença de um catalisador, o

referido método **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

tratar o referido combustível de biodiesel bruto com silicato de magnésio para remover um ou mais dentre sabão, catalisador não reagido, enxofre, fósforo, cálcio, ferro, monoglicerídeos, diglicerídeos, triglicerídeos poliméricos, compostos ácidos, glicerina, clorofila, água, sedimentos e metanol remanescente.

22. Método, de acordo com a reivindicação 21, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial de pelo menos 300 metros quadrados por grama.

23. Método, de acordo com a reivindicação 22, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um tamanho de partícula de 20 micra a 175 micra.

24. Método, de acordo com a reivindicação 21, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio é um silicato de magnésio sintético precipitado hidratado amorfo, o referido silicato de magnésio tendo sido tratadas para reduzir o seu pH para menos de 9,0.

25. Método, de acordo com a reivindicação 21, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,01% em peso a 20,0% em peso, com base no peso do referido combustível de biodiesel.

26. Método, de acordo com a reivindicação 25, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,5% em peso a 4,0% em peso, com

base no peso do referido combustível de biodiesel.

27. Método de purificação de um combustível de biodiesel bruto, em que o referido combustível de biodiesel bruto é produzido através da reação de triglicerídeos com um álcool na presença de um catalisador alcalino, produzindo assim um combustível de biodiesel bruto que inclui pelo menos um monoalquil éster de ácido graxo e pelo menos uma impureza incluindo sabão, o referido método **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

10 contatar o referido combustível de biodiesel bruto com pelo menos um material adsorvente, em que o referido pelo menos um material adsorvente compreende silicato de magnésio, removendo assim sabão do referido combustível de biodiesel bruto.

15 28. Método, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido contato do referido combustível de biodiesel bruto com o referido pelo menos um material adsorvente remove ainda pelo menos um dentre catalisador não reagido, enxofre, fósforo, cálcio, ferro, monoglicerídeos, diglicerídeos, triglicerídeos poliméricos, compostos ácidos, glicerina, clorofila, água, sedimentos e metanol remanescente do referido combustível de biodiesel bruto.

25 29. Método, de acordo com a reivindicação 28, **CARACTERIZADO** pelo fato de que clorofila é removida do referido combustível de biodiesel bruto.

30. Método, de acordo com a reivindicação 28, **CARACTERIZADO** pelo fato de que metanol é removido do referi-

do combustível de biodiesel bruto.

31. Método, de acordo com a reivindicação 28, **CARACTERIZADO** pelo fato de que glicerina é removida do referido combustível de biodiesel bruto.

5 32. Método, de acordo com a reivindicação 28, **CARACTERIZADO** pelo fato de que catalisador não reagido é removido do referido combustível de biodiesel bruto.

33. Método de purificação de um combustível de biodiesel bruto, o referido combustível de biodiesel incluindo
10 um monoalquil éster de ácido graxo, o referido monoalquil éster de ácido graxo tendo sido preparado através da reação de triglicerídeos com um álcool, o referido método **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

contatar o referido combustível de biodiesel bruto
15 com pelo menos um material adsorvente, em que o referido pelo menos um material adsorvente compreende silicato de magnésio e em que, durante a referida purificação do referido combustível de biodiesel bruto, o referido combustível de biodiesel bruto não é contatado com água.

20 34. Método, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato de que um ou mais dentre sabão, catalisador não reagido, enxofre, fósforo, cálcio, ferro, monoglicerídeos, diglicerídeos, triglicerídeos poliméricos, compostos ácidos, glicerina, clorofila, água, sedimentos e
25 metanol remanescente são removidos do referido combustível de biodiesel bruto.

35. Método, de acordo com a reivindicação 34, **CARACTERIZADO** pelo fato de que sabão é removido do referido

combustível de biodiesel bruto.

36. Método, de acordo com a reivindicação 34, **CARACTERIZADO** pelo fato de que clorofila é removida do referido combustível de biodiesel bruto.

5 37. Método, de acordo com a reivindicação 34, **CARACTERIZADO** pelo fato de que metanol é removido do referido combustível de biodiesel bruto.

38. Método, de acordo com a reivindicação 34, **CARACTERIZADO** pelo fato de que glicerina é removida do referido
10 combustível de biodiesel bruto.

39. Método, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial de pelo menos 300 metros quadrados por grama.

15 40. Método, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um tamanho de partícula de 20 micra a 175 micra.

41. Método, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio é um silicato de magnésio sintético precipitado hidratado amorfo, o referido silicato de magnésio tendo sido tratadas para reduzir o seu pH para menos de 9,0.
20

42. Método, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,01% em peso a 20,0% em peso, com base no peso do referido combustível de biodiesel.
25

43. Método, de acordo com a reivindicação 42,

CARACTERIZADO pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,5% em peso a 4,0% em peso, com base no peso do referido combustível de biodiesel.

5 44. Método, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui uma área superficial de pelo menos 300 metros quadrados por grama.

 45. Método, de acordo com a reivindicação 33,
10 **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio possui um tamanho de partícula de 20 micra a 175 micra.

 46. Método, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido silicato de magnésio é um silicato de magnésio sintético precipitado hidratado amorfo, o referido silicato de magnésio tendo sido tratadas para reduzir o seu pH para menos de 9,0.

 47. Método, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,01% em peso a 20,0% em peso, com base no peso do referido combustível de biodiesel.

 48. Método, de acordo com a reivindicação 47, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido combustível de biodiesel bruto é contatado com o referido silicato de magnésio em uma quantidade de 0,5% em peso a 4,0% em peso, com base no peso do referido combustível de biodiesel.

RESUMO

Patente de Invenção

"MÉTODO DE PURIFICAÇÃO DE UM COMBUSTÍVEL BIODIESEL COM MATERIAIS ADSORVENTES"

- 5 Um método de purificação de um combustível biodiesel por contato do combustível biodiesel com pelo menos um material adsorvente, como silicato de magnésio. Tal método remove impurezas, tais como sabão, formadas durante a produção de combustível biodiesel.