



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0809484-5 A2



(22) Data de Depósito: 07/03/2008
(43) Data da Publicação: 09/09/2014
(RPI 2279)

(51) Int.Cl.:

C11B 1/04
C11B 1/10
C11B 3/12
C11B 13/00
C11C 3/08
C07C 31/22

(54) Título: PROCESSO INTEGRADO PARA
PREPARAÇÃO DE METIL ÉSTER DE ÁCIDO GRAXO
(BODIESEL)

(57) Resumo:

(30) Prioridade Unionista: 30/03/2007 IN 645/MUM/2007

(73) Titular(es): Reliance Life Sciences PVT. LTD.

(72) Inventor(es): Rangswany Vidhya, Sarangan Swaroop

(74) Procurador(es): Nellie Anne Daniel-Shores

(86) Pedido Internacional: PCT IN2008000128 de 07/03/2008

(87) Publicação Internacional: WO 2008/120223de
09/10/2008

“PROCESSO INTEGRADO PARA PREPARAÇÃO DE METIL ÉSTER DE ÁCIDO GRAXO (BODIESEL)”

REFERÊNCIA A PEDIDOS RELACIONADOS.

Este pedido patente reivindica a prioridade do número 654/MUM/2007 de pedido provisório arquivado no dia 30 de março de 2007

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO.

O biodiesel é um combustível equivalente ao diesel de petróleo que pode ser produzido de várias fontes biológicas inclusive óleos vegetais e gorduras animais. Como o perfil de combustão do biodiesel é semelhante àquele do diesel de petróleo, ele pode ser usado em motores diesel convencionais sozinho ou misturado com o diesel de petróleo tradicional. Considerando que o biodiesel é uma fonte de combustível renovável com um impacto ambiental significativamente reduzido, ele é extremamente atraente como uma substituição ou suplemento ao diesel de petróleo tradicional.

Diferentemente do diesel de petróleo tradicional, o biodiesel pode ser produzido de fontes inteiramente renováveis: óleos vegetais e gorduras animais. Conseqüentemente, o biodiesel é uma alternativa de energia renovável para o diesel de petróleo que é cada vez mais visto como um recurso natural com uma provisão finita, limitada. Além disso, mesmo se biodiesel não for usado como uma substituição completa do diesel de petróleo convencional, pelo menos pode complementar ou aumentar convencionalmente o diesel de petróleo abastecido, ampliando aquelas provisões limitadas.

O biodiesel é também atraente quando comparados com o diesel de petróleo tradicional por causa dos seus benefícios ambientais significantes. Em primeiro lugar, o biodiesel é essencialmente um combustível neutro de carbono. Diferentemente do diesel de petróleo que lança o carbono que foi anteriormente resguardado ou capturado no subterrâneo durante a combustão, praticamente todo do carbono que compõe o biodiesel origina-se na atmosfera e é simplesmente devolvido à atmosfera durante a combustão. Em segundo lugar, o biodiesel tem um perfil de emissões significativamente melhorado em relação ao diesel convencional. Emissões de monóxido de carbono, material particulado, sulfato, hidrocarboneto aromático policíclico e emissões de hidrocarboneto não queimado são completamente reduzidas em mais de 50 % no biodiesel quando comparado com diesel convencional. Muitos estudos realmente indicam, contudo, que as emissões de óxido de nitrogênio podem ser ligeiramente aumentadas no biodiesel.

O biodiesel pode ser produzido atualmente de triglicerídeos ácido graxos em óleos vegetais e gorduras animais. Os triglicerídeos são convertidos em monoalquil ésteres de ácidos graxos de cadeia longa, tais como metil ésteres de ácidos graxos e etil ésteres de ácidos graxos.

Há três métodos básicos da produção de alquil ésteres de óleos vegetais e gordu-

ras animais. O método que mais prevalece é a transesterificação com álcool catalisada por base. Os dois outros métodos incluem a conversão de triglicerídeos em alquil ésteres utilizando enzimas como a lipase, e o uso de catalisadores sólidos como aluminato de cálcio e aluminato de zinco. As vantagens da reação catalisada por base incluem a temperatura e a pressão de processamento relativamente baixas; alta conversão em um tempo mínimo; conversão em etapa única, direta a metil éster sem reações intermediárias; e um equipamento de reação relativamente simples.

Considerando a tranqüilidade relativa para a produção de biodiesel, junto com as suas características renováveis e ambientalmente amigáveis, o biodiesel é uma fonte de energia alternativa muito atraente, e a produção mundial de biodiesel aumentou dramaticamente nos últimos anos. Nos Estados Unidos, por exemplo, a produção de biodiesel aumentou mais de dez vezes de aproximadamente 20 milhões de galões a 250 milhões de galões no período de três anos desde 2003 para 2006. Estes aumentos significantes na produção resultaram em uma exigência aumentada de matéria-prima para biodiesel no mundo inteiro.

Matérias-primas de biodiesel incluem praticamente qualquer óleo vegetal ou gordura animal. O óleo de soja é a matéria-prima primária para o biodiesel, atualmente contanto com aproximadamente 90 % da produção biodiesel no mundo inteiro. Outros óleos vegetais, tais como milho, algodão, canola, linho, girassol e amendoim, também estão usados, mas esses óleos de semente são geralmente mais caros do que o óleo de soja. Além disso, o uso de tais óleos comestíveis para a produção do combustível compete com o seu uso histórico no fornecimento de alimentos, causando inquietação a respeito de futuros fornecimentos e o custo como demanda de matéria-prima para o biodiesel continua aumentando.

Como o uso de óleos comestíveis como matéria-prima para biodiesel compete com o seu consumo humano, outras fontes de óleo não-comestíveis são especialmente atraentes para o uso potencial como matéria-prima para biodiesel. Vários tipos de óleo não-comestível de árvores oleaginosas como a *Jatropha curcus* estão sendo cultivados em grande escala para uso como matéria-prima para biodiesel. É imperativo, por isso, desenvolver um esquema de processamento que extraia a máxima quantidade de biodiesel de tais fontes não-comestíveis.

Produtos de origem animal, tais como sebo, banha branca ou lardo, gordura de aves domésticas e a banha amarela também contém triglicerídeos e são usados como matérias-primas. Estes produtos, quando comparados com óleos originados da planta, muitas vezes oferecem uma vantagem econômica como uma matéria-prima. Há também alguma indicação preliminar que o biodiesel destas fontes, que são ricas em gorduras saturadas, produz menos óxido nítrico do que o biodiesel produzido de óleos vegetais. A terceira fonte principal de triglicerídeos é o óleo e a graxa reciclados o que pode ser obtidos de restau-

tes e fábricas de processamento de alimentos. Embora estes óleos reciclados necessitem de mais um pré-tratamento do que é necessário para óleos vegetais virgens, o uso de um produto reciclado tal como um óleo usado em cozinha resolve problemas de descarte de resíduos e é economicamente atraente.

5 Embora diversas aproximações tenham sido feitas, e continuem sendo experimentadas, a indústria ainda não foi muito bem sucedida no desenvolvimento de um combustível biodiesel economicamente viável que também esteja de acordo com os padrões de qualidade necessários.

10 A WO 2006/043281 descreve um processo de neutralização química de óleo de sementes, inclusive da *Jatropha curcas*, e o envio do subproduto para a fabricação de sabão. Conhece-se bem que existe uma perda considerável tanto em termos de ácido graxos como de óleos carreados por este método, limitando assim a produção e aumentando o preço de processamento do óleo. Também a técnica de expulsão de óleo usada neste método necessita de energia intensa e deixa para trás mais de 8 %, do óleo que estaria disponível
15 por outro método, no bolo de sementes. Estas aproximações menos eficientes resultam em preços elevados de produção do biodiesel.

 A WO 2006/016492 descreve um processo de degomagem e transesterificação de óleo para produzir biodiesel. A desvantagem de transportar um óleo degomado simples é que ele permite que metais pesados e outras matérias finas suspensas no produto final, que
20 pode necessitar de altos níveis de estabilizadores para conservar a estabilidade contra a oxidação.

 A Patente Americana Nº US 6.399.800 sugere esterificação de uma matéria-prima secada, saponificada como um processo para converter ácidos graxos em alquil ésteres de ácidos graxos. Isto reatores especiais com investimento intensivo de capital, e necessita de
25 um processo complexo para eliminar a umidade da matéria-prima saponificada.

 Os altos níveis de ácidos graxos livres, que estão muitas vezes presentes em óleos brutos, velhos, ou reutilizados, podem inibir os catalisadores usados em reações convencionais de transesterificação. A Publicação da Patente Americana Nº US 20050080279 fornece um modo diferente de tratar o óleo com um elevado teor de ácido graxo livre. A presente
30 invenção necessita que grandes quantidades de glicerina sejam usados no processo, que necessita de um equipamento com uma maior capacidade, e a presente invenção também envolve um processo de energia mais intensiva para obter uma produção correta.

 A Patente Americana Nº US 7.087.771 e 6.822.105 primeiramente fazem referência somente ao estoque de sabão produzido como um subproduto da transesterificação, e não
35 explicam a integração de avanço ou de retrocesso com todas as etapas do processo de semente para o biodiesel.

 A Patente Americana Nº US 6.013.817 descreve um processo em que tanto os áci-

dos graxos de óleos e livres são transesterificados, o que resulta em não somente numa maior quantidade tratada, mas também maior consumo de catalisador. Além disso, o processo também necessita do reprocessamento do estoque de sabão formado de ácidos graxos inteiros de volta a glicerídeos. Isto novamente necessita um processo demorado e longo, equipamentos maiores e maiores preços de processamento devido a múltiplos processamentos do mesmo material.

A Patente Americana Nº US 6.979.426 fornece uma unidade de produção biodiesel modular de todos dos componentes necessários incorporados sobre uma plataforma de fácil relocação. A unidade de produção modular inclui uma unidade de mistura, uma unidade de reação, uma unidade de separação, uma unidade de destilação, e uma unidade de filtração, todos incorporados em uma plataforma reservada ou uma carcaça que é capaz de ser facilmente trasladada. Este sistema, contudo, não permite o estoque de ácido graxo/sabão de reciclo o que é capaz de aumentar a produção de biodiesel.

O pedido de PCT WO 1999/026913 se refere a um método e equipamento para produzir economicamente biodiesel em um equipamento industrial de larga escala. Contudo, este Pedido de Patente não lida com uma planta industrial integrada ou um processo iniciando com sementes oleaginosas como uma matéria-prima.

O pedido de PCT WO 2003/022961 refere se à mecanização para a produção de biodiesel em que são usados tanques de reação especializados com tubos de alimentação verticais rotativos possuindo separadores, e entradas e saídas. A mecanização ocupa um espaço mínimo nas plantas industriais; sítio próprio mínimo para matéria-prima; e mínimo armazenamento local. Novamente, não há nenhuma integração entre o processamento de semente com este sistema, resultando em produção mais baixa total de biodiesel a partir de uma dada quantidade de semente.

A Publicação da Patente Americana Nº US 20060260184 inclui um método e equipamento da produção do combustível biodiesel, que inclui um processador compacto inclusive um sistema de recuperação de vapor para retirar o excesso de álcool do combustível e um limpador químico adicional. Contudo a publicação não faz referência à reciclagem de subprodutos e resíduos para aumentar a produção de biodiesel.

Recentemente, os reatores ultra-sônicos foram empregados para acelerar dramaticamente o tempo da reação de transesterificação. Estes reatores também reduziram quantidades de catalisadores necessários para a reação, e resultam na melhor separação das fases. Todavia, esta aproximação ultra-sônica é ainda relativamente cara.

Assim, há uma necessidade na técnica que seja capaz de eficientemente e com baixos custos produzir o biodiesel de várias matérias-primas inclusive, especialmente, de óleos de semente não comestível. Adicionalmente, também o processamento dos subprodutos e os intermediários do próprio processo de produção, como o bolo de sementes, óleo

bruto, óleo ácido, argila de branqueamento usada, e o estoque de sabão, também podem levar à recuperação adicional de óleo para transesterificação. Finalmente, há também a necessidade de um equipamento modular para que todos estes processos possam ser facilmente aumentados para a produção em grande escala de biodiesel.

5 OBJETIVO DA INVENÇÃO.

É o objetivo da presente invenção fornecer um processo para preparação de um biodiesel livre de emissão e de baixo custo.

É o objetivo da presente invenção fornecer um processo, que é adequado para múltiplas matérias-primas.

10 É o objetivo da presente invenção fornecer um processo, que é para extrair a máxima quantidade do triglicerídeo de sementes ou o bolo de sementes.

É o objetivo da presente invenção fornecer um processo, que é industrialmente realizável.

15 É o objetivo da presente invenção fornecer um processo, que permitirá reciclar do material de resíduo gerado no processo.

É o objetivo da presente invenção fornecer um processo, que é seguro para o ambiente.

É o objetivo da presente invenção fornecer elevadas produções do biodiesel.

20 É o objetivo da presente invenção fornecer biodiesel de acordo com padrões de qualidade internacional.

É o objetivo da presente invenção fornecer a produção de biodiesel usando uma unidade expansíveis por módulos para facilitar a sua instalação e, além de vários detalhes de projeto para facilitar o processamento de diferentes matérias-primas.

25 É o objetivo da presente invenção projetar unidades expansíveis na maneira que possam ser trasladadas quando for industrialmente necessário para a produção em grande escala de biodiesel.

É o objetivo da presente invenção fornecer um processo, que produzirá biodiesel por um preço razoável.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO.

30 A presente invenção fornece um método de produzir o óleo adequado para o uso na produção de alquil ésters de ácido graxo de sementes. O método compreende limpar as sementes; partir as sementes; amolecer as sementes; extrair óleo das oleaginosas quebradas, amolecidas, deixando bolo de semente residual; extrair óleo remanescente do bolo de sementes residual com um solvente; e coletar o óleo extraído das oleaginosas quebradas, 35 amolecidas e do bolo de semente residual.

Nas modalidades preferidas, as sementes são sementes de óleo não comestíveis, por exemplo, sementes de *Jatropha curcas*. Em certas modalidades, as sementes podem

ser de soja, canola, mamona, coco, milho, algodão, linho, cânhamo, jojoba, mostarda, girassol, pongamia, copaíba, cártamo, sésamo, candlenut, *Pittosporum resiniferum*, ou nim.

Em certas modalidades, as sementes podem ser amolecidas com vapor, e em algumas modalidades, com vapor durante pelo menos 90 minutos. O vapor pode aquecer as sementes a uma temperatura de até aproximadamente 70 °C.

Em outras modalidades, o óleo pode ser extraído das oleaginosas quebradas, amolecidas em um expensor de óleo. O expensor pode ser operado sob alta pressão, por exemplo, em aproximadamente 140 °C.

Nas modalidades preferidas, o solvente usado para extrair o óleo é o hexano.

Em certas modalidades, o óleo extraído pode ser separado do solvente em um separador flash. Em outras modalidades, o óleo coletado pode ser degomado e descorado. O óleo pode ser descorado com argila descorante, e o óleo pode ser recuperado da argila descorante após o descoramento.

Em certas modalidades, o óleo extraído pode ser desaerado e desodorizado. Em outras modalidades, o óleo extraído pode ser refinado. Nas modalidades preferidas, o óleo extraído é usado para a produção de alquil ésters de ácido graxo, que, em certas modalidades, pode ser produzido por uma reação de transesterificação.

A presente invenção também fornece um método de produzir o alquil ésters de ácido graxo de oleaginosas. O método compreende uma combinação de alguma das seguintes etapas: (a) limpar as oleaginosas; (b) partir as oleaginosas; (c) amolecer as oleaginosas partidas pela emissão de vapor; (d) extrair o óleo das sementes quebradas, amolecidas, deixando um bolo de semente residual; (e) extrair o óleo remanescente do bolo de sementes residual com um solvente; (f) coletar óleo extraído das oleaginosas quebradas, amolecidas e coletar o óleo do bolo de semente residual; (g) degomagem o óleo coletado; (h) descorar o óleo degomado; (i) recuperar a argila descorante gasta durante o descoramento e a extrair o óleo da argila descorante gasta com um solvente; (j) refinar o óleo descorado por destilação para remover ácidos graxos livres do óleo; (k) transesterificação do óleo refinado e dos monoglicerídeos, diglicerídeos e triglicerídeos produzidos por glicerólise para produzir os alquil ésters de ácido graxo e a glicerina bruta; (l) glicerólise dos ácidos graxos livres removidos do óleo durante o refino com a glicerina bruta produzida do processo de transesterificação para produzir monoglicerídeos, diglicerídeos, e triglicerídeos; (m) separar os alquil ésters de ácido graxo e a glicerina produzidos pela reação de transesterificação.

Nas modalidades preferidas, as oleaginosas são oleaginosas não comestíveis, e mais preferivelmente, as sementes do *Jatropha curcas*. Em outras modalidades, as oleaginosas podem ser de soja, canola, mamona, coco, milho, algodão, linho, cânhamo, jojoba, mostarda, girassol, pongamia, copaíba, cártamo, sésamo, candlenut, *Pittosporum resiniferum*, ou nim.

Em certas modalidades, a reação de transesterificação pode compreender também contatar o óleo refinado, monoglicerídeos, diglicerídeos e triglicerídeos com um álcool e uma base. O álcool usado pode ser, por exemplo, metanol, e a base pode ser, por exemplo, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, ou metóxido de sódio.

5 Em certas modalidades, a reação de transesterificação pode compreender também uma primeira e uma segunda círculo de transesterificação, em que pelo menos um pouco da glicerina produzida no primeiro turno de transesterificação é retirada antes do segundo círculo de transesterificação.

10 A presente invenção também fornece um método de purificar e reutilizar a glicerina bruta produzida em uma reação de transesterificação, compreendendo: (a) obter a glicerina bruta produzida por uma reação de transesterificação, em que a glicerina bruta compreende a glicerina, o álcool, e os ácidos graxos livres; (b) retirar pelo menos um pouco do álcool da glicerina bruta por uma primeira destilação flash; (c) separação de pelo menos um pouco do ácido graxo livre da matéria-prima de glicerina; e (d) usar a glicerina bruta em uma reação
15 de glicerólise para produzir monoglicerídeos, diglicerídeos, e triglicerídeos de ácidos graxos livres.

Nas modalidades preferidas, uma segunda destilação flash para retirar o álcool adicional segue a separação do ácido graxo livre da glicerina bruta. Em outras modalidades, a reação glicerólise é contatada em uma temperatura entre aproximadamente 100 °C e 200
20 °C. Nas modalidades preferidas, os monoglicerídeos, diglicerídeos, e os triglicerídeos da reação de glicerólise podem ser combinados com triglicerídeos adicionais. Em certas modalidades os triglicerídeos adicionais podem ser de óleos vegetais ou gorduras animais. Em outras modalidades, os monoglicerídeos, diglicerídeos, os triglicerídeos combinados e os triglicerídeos adicionais são usados para a produção de alquil ésters de ácido graxo.

25 A presente invenção também fornece um método de recuperar o óleo da argila descorante gasta, compreendendo: (a) extrair a argila descorante gasta com um solvente, onde a argila descorante gasta compreende triglicerídeos de óleos vegetais ou gorduras animais; (b) volatizar o solvente e os triglicerídeos; e (c) remover pelo menos um pouco do solvente dos triglicerídeos em um separador flash. Em certas modalidades, os triglicerídeos são usa-
30 dos para produzir alquil ésters de ácido graxo, por exemplo, por uma reação de transesterificação.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS.

Os seguintes desenhos formam parte da do presente relatório descritivo e são incluídos para demonstrar adicionalmente certos aspectos da presente invenção. A invenção
35 pode ser melhor entendida por referência a um ou mais desses desenhos em combinação com a descrição detalhada de modalidades específicas aqui apresentadas.

Figura 1: o processo integrado de biodiesel.

Figura 2: os múltiplos pontos de entrada de matéria-prima no processo.

Figura 3: o processo de extração do óleo pelo expensor de óleo.

Figura 4: a planta de extração com solvente para obter o óleo residual do bolo de sementes e da argila descorante gasta.

Figura 5: processo de refino de óleo compreendendo etapas de degomagem e descoramento.

Figura 6: processo de refino físico de óleo descorado.

Figura 7: conversão de óleos residuais ricos em ácidos graxos livres a glicerídeos.

Figura 8: Processo de transesterificação para converter o óleo em metil éster de ácido graxos, ou biodiesel.

Figura 9: o processo de purificação de glicerina.

Figura 10: o processo de recuperação de metanol.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO.

O termo “biodiesel” tal como aqui utilizado se refere a quaisquer monoalquil ésteres de ácidos graxos de cadeia longa produzidos de matérias-primas biológicas, tais como óleos vegetais ou gorduras animais, ou outras matérias-primas. Monoalquil ésteres de ácidos graxos representativos incluem o metil ésteres de ácido graxo e o etil ésteres de ácido graxo.

O termo “matéria-prima” tal como aqui utilizado se refere a qualquer fonte biológica de triglicerídeos, tais como óleos vegetais ou gorduras animais. Exemplos de matérias-primas incluem mas não são limitados a: óleos vegetais de soja, canola, mamona, coco, milho, algodão, linho, cânhamo, jatropha, jajoba, mostarda, girassol, pongamia, copaíba, cártamo, sésamo, candlenut, *Pittosporum resiniferum*, e nim; e gorduras animais inclusive mas não limitadas a sebo, lardo, banha amarela, e gordura de frango. Além disso, os óleos residuais do processamento de alimento, óleo bruto, óleos ácidos de refinarias de óleo, argila descorante gasta, e estoques de sabão produzidos da neutralização de óleos alimentícios podem ser usados como matérias-primas.

O termo “rendimento de biodiesel” tal como aqui utilizado se refere à quantidade de biodiesel produzido de uma dada quantidade de entrada de óleo ácido ou de ácido graxo.

A presente invenção fornece um método de baixo custo para a produção de biodiesel utilizando equipamento e componentes expansíveis por módulos, e produzindo o máximo de metil ésteres ácido graxos máximo. Além disso, o biodiesel produzido de acordo com a presente invenção está de acordo com os padrões de qualidade internacionais estabelecidos para o biodiesel. A presente invenção também fornece a produção de biodiesel de múltiplas matérias-primas, e, especialmente, fornece métodos para extrair o óleo bruto de sementes de óleo não-comestível, tais como *Jatropha curcas* e assim por diante; seguido pela conversão para libertar os ácidos graxos e depois esterificá-los.

Finalmente, a presente invenção também fornece métodos para extrair o máximo

de óleo, pré-tratamento do óleo, processamento dos subprodutos e resíduos gerados por processos tais como argila descorante gasta e ácido graxos livres obtidos depois de neutralização física do estoque de sabão para extrair mais glicerídeos.

As etapas envolvidas em uma modalidade da presente divulgação, desde a semente até o biodiesel, são: (1) pré-tratamento da semente; (2) extração do óleo da semente por expansão e/ou expulsão; (3) recuperação de óleo adicional do bolo de sementes por extração com solvente; (4) pré-tratamento dos óleos extraídos e recuperados, tal como o óleo e o óleo do bolo de semente; (5) refino do óleo; (6) recuperação do óleo da argila descorante gasta por extração com solvente; (7) transesterificação; (8) glicerólise; (9) recuperação de triglicerídeos adicionais do estoque de sabão; (10) recuperação de glicerina; (11) recuperação de metanol; e (12) análise do produto biodiesel final.

Significativamente, o processo acima mencionado contém o processamento adicional dos resíduos e os subprodutos da expansão/expulsão de óleo, refino de óleo e etapas de transesterificação. Pelo processamento adicional do bolo de sementes deixado depois da expulsão de óleo, a argila descorante gasta usada no refino, e do estoque de sabão que permanece depois da transesterificação, aqueles produtos inúteis são reciclados para extrair triglicerídeos adicionais que seriam de outra maneira perdidos durante o processo de produção. Considerando esta aproximação de processamento, as produções de biodiesel a partir de sementes de óleo podem ser maximizadas.

20 Pré-tratamento da semente.

Quando a matéria-prima inicial no sistema é uma semente, as sementes são primeiro limpadas para retirar qualquer matéria estranha ou entulho. A limpeza pode ser feita peneirando ou peneirando, e manualmente ou automaticamente selecionando as sementes. As sementes depois são esmagadas ou arrombadas, por exemplo passando as sementes por um biscoito fino de semente, no qual um rolo ondulado esmaga ou arromba as sementes. As sementes esmagadas ou quebradas depois são cozinhadas com o vapor na temperatura dada dependendo das oleaginosas da duração dada do amolecimento. Os parâmetros são controlados manualmente ou automaticamente. O fogareiro a vapor é um navio vertical multi-organizado com o vapor aqueceu chapas de fundo e especialmente pretendeu para a injeção a vapor viva obter o aquecimento uniforme do material. O agitador é projetado para mover o material de uma etapa ao outro. Os controles automáticos para fazer ajustes de nível e regular o fluxo também são fornecidos.

A preparação das oleaginosas antes da extração é crítica para obter os melhores resultados da extração com solvente. O tamanho de partícula das oleaginosas esmagadas deve ser tal que o solvente pode conseguir o núcleo, não obstante não tão perfeito que ele leva a filtração e efeitos canalizam.

As sementes quebradas e cozinhadas depois são desfeitas em escamas em um

flaker. O processo que se desfaz em escamas avaria as estruturas celulares das oleaginosas e expõe uma maior área superficial da extrair o óleo eficiente, ou este processo, o material é passado por dois rolos onde a fenda é apropriadamente ajustada por um dispositivo hidráulico para obter flocos de 0.25 à espessura de 0.3 mm e pré-condicionada para ter 8 para 10 % do conteúdo de umidade.

Extração de Óleo.

O óleo é extraído das oleaginosas amolecidas, por exemplo, passando os flocos de semente embora um expensor de óleo na alta pressão para expelir o óleo das sementes. O expensor é uma alta máquina cisalhante que tósquia as células de óleo abaixo, fazendo a extração com solvente do bolo de sementes mais fácil. As sementes passam pelo expensor de um período de tempo curto, nos limites de 15 para 22 segundos, dependendo do material. O expensor é aquecido a quase 140 °C. O alto contato de temperatura dura somente para alguns segundos, que na descarga, umidade de relâmpagos. O processo de expensor leva à extração com solvente mais fácil do bolo de sementes e também melhora a qualidade de óleo produzido pela extração com solvente.

Na passagem do expensor, um pouco de óleo é coletado das oleaginosas e logo mandado buscar pré-tratamento e refino. O quantidade de óleo extraído pode variar dependendo do tipo de sementes de óleo.

Extração de Solvente do Bolo de Semente.

O óleo adicional pode ser recuperado do bolo de sementes deixado da etapa de expulsão de óleo. Semelhantemente de óleo pode ser recuperado passado por descoramento de terra usada na etapa de pré-tratamento de óleo. A argila descorante gasta e os bolos de semente residuais podem ser inicialmente processados por um interruptor de bolo e moinho de rolo. Dois rolos cravados quebram as grandes partes do bolo em mais pequenos, que são além disso avariados no moinho de rolo ao tamanho necessário. Depois de processar no interruptor de bolo e moinho de rolo, o óleo pode ser recuperado da argila descorante gasta e bolos de semente pela extração com solvente. Um solvente da escolha é hexano. Contudo, outros solventes como solventes polares e solventes clorados podem estar usados dependendo das sementes.

Pré-tratamento de Óleo Coletado.

O óleo coletado tanto da expulsão de óleo inicial como da extração com solvente do bolo de sementes e descoramento com argila descorante pode atravessar o pré-tratamento adicional antes do refino físico. O pré-tratamento pode incluir degomagem e descoramento. Degomagem é especialmente necessário se os grandes quantidades de phosphatides estiverem presentes no óleo matéria-prima. O Degomagem pode ser realizado acidificando o matéria-prima. O descoramento além disso purifica o óleo e é tipicamente feito misturando o óleo com argila descorante, às vezes conhecida como bentonite, a terra de Fuller ou o ácido

ativaram a terra, por exemplo. A argila descorante absorve a impureza do óleo e é além disso reciclada no processo. O quantidade da terra usada pode variar dependendo da condição de óleo, e ele pode aproximar-se de 2 % (p/v) em máximo. Normalmente, o óleo é desidratado sob vácuo e contatado com a terra para retirar pigmentos de cor, sedimento perfeito e alguns metais pesados. Após o processo de descoramento, a terra pode ser filtrada e enviada atrás para extrair o óleo residual na terra gasta, como descrito em cima. Ele pode conter aproximadamente 14 para 18 % (v/w) do óleo nele.

Refino de Óleo.

O óleo pré-tratado pode ser depois refinado antes de enviar à reação de transesterificação. O refino pode incluir desaeração e etapas de remoção de umidade. O refino também pode incluir uma etapa de destilação para remover ácidos graxos livres dos triglicerídeos. O óleo é desodorizado em aproximadamente 250 °C em 2 pressão torr em um navio que contém três para quatro bandejas que permitem o óleo ser mantido na mesma temperatura uniforme e vácuo em todas as partes do processo inteiro. O óleo é retificado com uma pequena quantidade do vapor vivo injetado nas bandejas, despindo fora os ácidos graxos e outros materiais voláteis do óleo. O óleo desodorizado depois pode ser passado por uma série de dispositivos de troca de calor para transferir aproximadamente 85 para 88 % do seu calor ao óleo de entrada. O ácido graxos coletado em um depurador de gás é alimentado a o a seção de glicerólise para convertê-lo em glicerídeos enquanto o óleo é tomado para transesterificação.

Glicerólise.

O ácido graxos livre coletado do óleo bruto é mandado buscar glicerólise. Em glicerólise, a glicerina, também comumente glicerina tratada como ou glicerol, é acrescentada aos ácidos graxos livres com um catalisador e incubada em volta 200°C sob um vácuo muito alto. Este processo converte ácidos graxos livres em monoglicerídeos e outro glicerídeos que depois pode ser transesterificados junto com os triglicerídeos de óleo, a biodiesel com um catalisador baseado.

Transesterificação.

Os triglicerídeos do óleo refinado, bem como o glicerídeos da reação glicerólise, são convertidos em alquil ésteres de ácidos graxos via uma reação de transesterificação. O Transesterificação pode ser realizado de vários modos diferentes que são bem conhecidos àqueles da habilidade na arte, mas a maior parte de abordagem comum é a reação catalisada de uma base, na qual os óleos são reagidos com um álcool, o mais comumente metanol ou etanol, na presença de um catalisador baseado, o mais comumente hidróxido de sódio, sódio methoxide, ou hidróxido de potássio. A reação incuba em justamente por cima do ponto fervente do álcool usado e pressão sob leve.

O Transesterificação também pode ser realizado enzymatically utilização da enzima

lipase. Em reações catalisadas de tal enzima, o óleo é combinado com um excesso de álcool, novamente tipicamente etanol ou metanol, e a enzima lipase catalisa a reação de transesterificação entre os triglicerídeos de óleo e o álcool. Um exemplo de transesterificação catalisado de lipase de óleo *Jatropha* pode ser considerado no Xá et al., “preparação Biodiesel por transesterificação lipase-catalisado de óleo *Jatropha*.” *Energia e Combustível* 15:154-159 (2004). Os produtos predominantes da reação de transesterificação são simplesmente o ácido graxos biodiesel alquil ésteres e glicerina. Como a fase de glicerina é mais densa do que a fase biodiesel, os produtos podem ser separados pela separação de gravidade ou centrifugation.

10 Purificação de Glicerina.

O subproduto de glicerina bruto do produto transésterification freqüentemente contém o álcool excessivo que pode ser capturado e reciclado. A glicerina pode ser aquecida e acesa para retirar o álcool excessivo, e o álcool evaporado depois pode ser coletado para o processamento adicional.

15 Como a reação de transesterificação ocorre em um pH básico, a glicerina também pode ser neutralizada antes que seja além disso processado. A glicerina pode ser neutralizada com HCl ou qualquer outro ácido apropriado conhecido na arte. A glicerina purificada pode ser reciclada atrás no processo de produção na etapa de glicerólise, onde está usado na conversão de ácidos graxos livres em monoglicerídeos e diglicerídeos, que são depois
20 acessíveis a transesterificação.

Os métodos adicionais da purificação da glicerina produzida de uma reação de transesterificação podem ser considerados na Patente Americana Nº US 7.126.032 a Aiken, por exemplo, que é incorporado aqui pela referência.

Recuperação do Metanol.

25 O excesso de metanol coletado da reação de transesterificação e o processo de purificação de glicerina pode ser além disso processado, permitindo o metanol ser reciclado. A destilação é uma abordagem comum à purificação do metanol, que pode ser empregado para a reciclagem.

Análise do produto biodiesel final.

30 Várias organizações de colocação padrão nacionais e internacionais definiram padrões de biodiesel. Por exemplo, a Sociedade americana de Prova e Materiais emitiu um padrão de biodiesel como ASTM D6751. Os padrões europeus comuns de biodiesel incluem em 14214 e ESTRONDO 51606. Estes padrões estabelecem várias especificações e parâmetros de biodiesel, por exemplo, o conteúdo de enxofre, o ponto de centelha, e a estabilidade de oxidação, que biodiesel produziu sob o padrão devem encontrar-se. Além disso, os
35 padrões especificam os testes e procedimentos que devem estar usados na criação destas determinações. Seguinte produção, o biodiesel pode ser analisado segundo estes procedi-

mentos para verificar que ele está de acordo com os padrões.

As seguintes unidades, que são facilmente expansíveis e instaladas, podem estar incluídas no processo descrito:

Unidade de pré-tratamento de semente / expensor de óleo

5 Unidade de extração com solvente com facilidade de recuperação solvente

Pré-tratamento de unidade de óleo

Unidade de refino de óleo

Glicerólise e unidade transesterificação

Unidades de recuperação

10 Os seguintes exemplos estão incluídos para demonstrar modalidades preferidas da invenção. Deve ser apreciado por aqueles da habilidade na técnica que as técnicas descritas nos exemplos que seguem representam técnicas descobertas pelo inventor funcionar bem na prática da invenção, e assim podem ser consideradas constituir modos preferidos da sua prática. Contudo, aqueles da habilidade na arte, na luz da presente divulgação, devem
15 apreciar que muitas modificações podem ser feitas nas modalidades específicas que são descritas e ainda obtêm um resultado parecido ou semelhante sem partir do espírito e alcance da invenção.

EXEMPLO 1.

Pré-tratamento de Semente e Extração de Óleo

20 As sementes de *Jatropha* de um reservatório de armazenamento foram alimentadas em um limpador de semente por elevadores de balde. O limpador de sementes, compreendendo peneiras e dispositivos magnéticos, é usado para retirar toda a matéria estranha das sementes. As sementes limpas depois foram alimentadas ao quebrador de semente, onde os rolos corrugados quebraram as sementes de *Jatropha* em um tamanho adequado. As
25 sementes quebradas depois foram cozidas em um fervedor a vapor a aproximadamente 70 °C durante aproximadamente duas horas, para facilitar a extração fácil e eficiente de óleo. As sementes cozinhadas depois foram desfeitas em escamas de 0,25 mm a 0,35 mm de tamanho e passadas um expensor de óleo de alta pressão que dura de alguns segundos a 22 segundos em aproximadamente 140 °C máximo. O expensor cisalhou e prensou os flo-
30 cos a pressões que excedem 100 kg/cm², expelindo assim a primeira fração de óleo das sementes. O óleo expulso foi coletado e enviado à seção de pré-tratamento de óleo, enquanto o bolo de sementes que permanece do expensor de óleo foi enviado à seção de extração com solvente. Uma esquemática da limpeza de semente e processo para extrair o óleo pode ser vista na Figura 3.

35 EXEMPLO 2.

Extração com solvente e Sistema de Recuperação Solvente.

O bolo de sementes do expensor de óleo e a argila decolorante gasta da seção de

refino foram passados por um quebrador de bolo e moinho de rolo antes de ser conduzido ao extrator contínuo, onde o óleo remanescente no bolo de sementes foi extraído com o solvente hexano. O hexano foi acrescentado ao bolo de sementes borrifando o bolo de sementes conforme o bolo avançasse em um transportador repleto de solvente. A massa depois foi enviada a um torrador e extrator de solvente, onde o bolo sem óleo foi separado e descarregado para o ensacamento. O óleo volatilizado e o solvente, vindos do torrador extrator passaram por vários trocadores para a recuperação de calor e depois foram atomizados em um separador flash para separar o óleo e solvente. O óleo recuperado foi passado por dois retificadores para retirar o hexano residual, e o óleo livre de hexano depois foi enviado à seção de pré-tratamento de óleo após o esfriamento. Os vapores de hexano foram condensados por uma série de condensadores superficiais, e finalmente, os vapores residuais foram absorvidos em um absorvente de vapor. Uma extração com solvente esquemática do bolo de sementes e descoramento com argila descorante é mostrada na Figura 4.

EXEMPLO 3.

Pré-tratamento de Óleo.

O óleo coletado do expelidor de óleo e extração com solvente foi pré-tratado por degomagem e branqueando antes de processamento adicional. O óleo coletado foi misturado com o ácido fosfórico em um reator ácido em aproximadamente 80 °C e mantido durante aproximadamente 30 minutos. Isto foi seguido por adição cáustica e lavagem de água quente do óleo em uma temperatura de 75 °C. Depois, as gomas foram retiradas em um separador centrífugo. O óleo degomado depois foi enviado a um tanque clareador contínuo onde argila descorante foi acrescentada. Após o descoramento, a mistura foi passada por filtros de folha de pressão para separar fora a argila descorante gasta do óleo descorado. Este óleo descorado depois foi enviado à seção de refino de óleo, e a argila descorante gasta foi devolvida atrás à planta de extração com solvente para retirar o óleo residual. Um esquema da fase de pré-tratamento é mostrada na Figura 5.

EXEMPLO 4.

Refino do Óleo.

Depois de passar por uma série de trocadores de calor, o óleo pré-tratado foi alimentado em um desaerador para remoção de umidade e desaeração. O óleo desaerado depois foi enviado a um pré-destilador para destilar ácidos graxos livres antes de enviá-lo ao desodorizador. A pré-destilação e os desodorizador foram acionados sob vácuo de 2 torr criado por ejetores a vapor e aproximadamente 250 °C. O óleo é retificado com o vapor vivo aberto para retirar matérias voláteis inclusive ácidos graxos livres. O óleo destilado, desodorizado foi coletado para transesterificação, enquanto o condensado, compreendendo ácidos graxos livres, foi coletado para glicerólise. O óleo tinha um teor de menos que 0,1 % de ácidos graxos livres (p/v), o teor de sabão de menos de 2 ppm, e teor de umidade menor que

0,05 % (v/v). Um esquema do processo de refino é mostrado na Figura 6.

EXEMPLO 5.

Glicerólise.

Nesta etapa, os ácidos graxos livres obtidos do processo de refino e o subproduto de estoque de sabão do processo de transesterificação foram reagidos com a glicerina (tanto matéria-prima como refinados do processo de produção biodiesel) na presença de um catalisador, ácido fosfórico a 0,5 %. A reação foi executada entre 121°C a 185°C sob alto vácuo de aproximadamente 1 torr com agitação intensa. A glicerina convertida no óleo glicerinado ou em glicerídeos por este processo foi usada para transesterificação como descrito abaixo. Um esquemático do processo acima mencionado é mostrado na Figura 7.

EXEMPLO 6.

Transesterificação.

Os triglicerídeos de óleo refinados, bem como os produtos de óleo glicerinos do processo de glicerólise, foram primeiro misturados com o metanol (volume de 1,5:1 (v/v)) em um tanque de pré-mistura e depois alimentado no primeiro reator transesterificação. O sódio methoxide foi acrescentado como o catalisador de menos de 0.1 % (p/p). O reator foi mantido sob um vácuo e a temperatura de reação foram mantidos por rolos de aquecimento a vapor. A pressão foi inicialmente um vácuo brando para retirar a umidade, e a pressão logo normal durante a reação, com temperaturas aproximadamente 65 °C a 68 °C pela duração de aproximadamente 70 a 80 minutos. O produto transesterificação foi enviado ao decantador, onde o subproduto de glicerina foi retirado. O produto biodiesel (metil ésteres de ácidos graxos), junto com o metanol excessivo e não reagiu o óleo, foram alimentados em um segundo transesterificação reator da realização de reação. Após o segundo círculo de transesterificação, o subproduto de glicerina foi retirado em uma unidade que se instala como em cima, combinado com a glicerina desde o princípio transesterificação reação e mandado buscar purificação e recuperação de metanol como descrito abaixo. O metil biodiesel ésteres foi coletado, aquecido, e flasheada para vaporizar o excesso metanol em ligeiramente acima do ponto de vaporização de metanol, aproximadamente 75 condensado de C. Methanol ° depois foi feito circular no tanque que mistura bem antes de usar do uso em reações transesterificação adicionais.

O metil éster coletado da luz intermitente foi lavado com a água (15 % do volume éster) sob agitação em um reator e centrifugado para retirar estoques de sabão residuais. Depois de centrifugation, o metil puro éster foi neutroizado com HCl como necessário. Opционаlmente, o silicato de magnésio comercialmente disponível de aproximadamente 2 % foi usado com éster e aquecido a 75-80 °C e mantido durante aproximadamente 75 minutos. O metil éster coletado depois foi filtrado para retirar éster e corpos sólidos separadamente em uma prensa de filtro. Um esquemático completo do processo de transesterificação é mostra-

do na Figura 8.

EXEMPLO 7.

Purificação da Glicerina.

A glicerina bruta da reação de transesterificação foi aquecida e flasheada em um
 5 tambor de flash para vaporizar o metanol excessivo que permanece depois da transesterifi-
 cação. O metanol evaporado foi coletado e enviado à unidade de recuperação de metanol. A
 glicerina recuperou-se do tambor de flash foi acidificado com HCl e alimentou-se no reator
 de divisão. O efluente do reator de divisão foi enviado a uma unidade de separador onde a
 glicerina foi separada de ácidos graxos livres. Os ácidos graxos livres coletados do separa-
 10 dor foram reciclados no processo de glicerólise.

A glicerina do separador foi neutralizada com a base - a solução cáustica de carbo-
 nato de sódio de concentração de 50 % e destilada em flash novamente para retirar qual-
 quer metanol residual, produzindo glicerina purificada. O metanol residual com o metanol
 coletado do primeiro flasheamento foi enviado à unidade de recuperação de metanol. Um
 15 esquemático do processo é mostrado na Figura 9.

EXEMPLO 8.

Recuperação de Metanol.

O excesso de metanol coletado da reação de transesterificação e o processo de pu-
 rificação de glicerina foi além disso processado para que eles possam ser reciclados para
 20 reações transesterificação adicionais. O metanol coletado foi passado em uma coluna de
 destilação e aquecido acima do seu ponto de fervura. O metanol vaporizado do topo da co-
 luna de destilação foi condensado por cima de uma série de condensadores, o final que é
 resfriado com 10 °C água e o condensado de metanol purificado foi reciclado na reação de
 transesterificação. Um esquemático do processo é mostrado na Figura 10.

EXEMPLO 9.

Análise de Biodiesel e Cálculo de Produção.

O metil ester de ácido graxo produzido deste processo foi analisado de acordo com
 os procedimentos de prova prescritos por em 14214 e ASTM D6751 e encontrou para con-
 formar-se com os padrões.

30 Um equilíbrio de massa do processo de produção é mostrado abaixo na Tabela 1.
 De uma entrada inicial de 3.330 quilogramas de sementes de Jatropha, este processo pro-
 duziu 1014 quilogramas. Considerando que o conteúdo de óleo de sementes de Jatropha é
 30 %, a produção de biodiesel para semear entrada de óleo foi 1,015.

A produção biodiesel adicional, por cima do conteúdo de óleo original da semente
 35 de Jatropha, pode ser atribuída ao conteúdo ácido graxos livre das sementes.

Tabela 1.

Balanço de massa para o processo de produção biodiesel a partir da semente de

Jatropha.

Descrição	Quantidade	Unidade	Observação
Teor de óleo na semente de <i>Jatropha</i>	30	%	
Quantidade de semente de <i>Jatropha</i>	3330	kg	
Óleo extraído pelo expensor/extrator de óleo	590	kg	
Bolo de semente levado para extração com solvente	2740	kg	
Entrada da seção de extração por solvente, incluindo o reciclo de argila descorante gasta	2765	kg	Resíduo reciclado
Óleo extraído por extração com solvente	413	kg	
Bolo de semente sem óleo	2352	kg	
Consumo de hexano na extração por solvente	4,5	L	
Óleo bruto alimentado na refinaria	1003	kg	
Argila descorante usada no refino de óleo	20	kg	
Acido graxo livre recuperado no refino	148	kg	
Óleo refinado levado diretamente para biodiesel	847	kg	
Glicerina bruta reciclada para glicerólise	25	kg	Resíduo reciclado
Glicerina pura levada para glicerólise	12	kg	
Metil éster de ácido graxo produzido	1014	kg	
Glicerina pura, 82 a 85%	89	Kg	
Rendimento de biodiesel a partir do teor do óleo original das sementes de <i>Jatropha</i>	1,015	Razão	

- Enquanto se descreveram novas características fundamentais da invenção, entendeu-se que várias omissões e substituições e modificações na forma e nos detalhes podem ser possíveis sem fugir do espírito da invenção. Por exemplo, pretende-se expressamente
- 5 que todas as combinações daqueles elementos e/ou etapas do método, que realizam substancialmente a mesma função, substancialmente do mesmo modo, para atingir os mesmos resultados, estão dentro do alcance da invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para obtenção de óleo de semente adequado para uso na produção de alquil ésteres de ácido graxo proveniente de sementes, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender:

- 5 (a) limpar as sementes;
- (b) partir as sementes;
- (c) amolecer as sementes;
- (d) extrair óleo das sementes, deixando um bolo de semente residual;
- (e) extrair óleo remanescente do bolo de semente residual com um solvente; e
- 10 (f) coletar o óleo extraído das sementes e do bolo de semente residual.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem oleaginosas não comestíveis.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem sementes de *Jatropha curcas*.

- 15 4. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem selecionadas do grupo consistindo de soja, canola, mamona, coco, milho, algodão, linho, cânhamo, jatropha, jojoba, mostarda, girassol, pongamia, copaíba, cártamo, sésamo, candlenut, *Pittosporum resiniferum*, e nim.

- 20 5. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem amolecidas por vapor.

6. Método, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem cozidas no vapor por pelo menos 90 minutos.

7. Método, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato do vapor aquecer as sementes a uma temperatura de até cerca de 70°C.

- 25 8. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do óleo ser extraído das sementes em um expansor de óleo.

9. Método, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** pelo fato do óleo ser extraído das sementes partidas, amolecidas sob alta pressão de cisalhamento.

- 30 10. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do solvente ser hexano.

11. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender ainda separar o óleo extraído do solvente em um separador flash.

12. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender ainda degomagem e descoramento do óleo coletado.

- 35 13. Método, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADO** por compreender ainda descoramento do óleo coletado com argila descorante e recuperação do óleo da argila descorante após o descoramento.

14. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender ainda desaeração e desodorização do óleo coletado.

15. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender ainda refinar o óleo coletado por destilação de ácidos graxos.

5 16. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** por compreender ainda produzir alquil ésteres de ácido graxo a partir do óleo coletado.

17. Método, de acordo com a reivindicação 16, **CARACTERIZADO** pelo fato dos alquil ésteres de ácido graxo serem produzidos a partir do óleo coletado através de transesterificação.

10 18. Método para produção de alquil ésteres de ácido graxo a partir de oleaginosas, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender:

(a) limpar as oleaginosas;

(b) partir as oleaginosas;

(c) amolecer as oleaginosas partidas;

15 (d) extrair óleo das oleaginosas, deixando um bolo de semente residual;

(e) extrair óleo remanescente do bolo de semente residual com um solvente;

(f) coletar o óleo extraído das oleaginosas e do bolo de semente residual;

(g) degomar o óleo coletado;

(h) descorar o óleo degomado com argila descorante;

20 (i) recuperar a argila descorante gasta e extrair óleo da argila descorante com um solvente;

(j) refinar o óleo descorado por destilação para remover ácidos graxos livres do óleo;

25 (k) glicerólise dos ácidos graxos livres removidos do óleo para produzir monoglicérides, diglicérides e triglicérides;

(l) transesterificação do óleo refinado e dos monoglicérides, diglicérides e triglicérides produzidos por glicerólise para produzir alquil ésteres de ácido graxo e glicerina; e

(m) separar os alquil ésteres de ácido graxo e a glicerina produzidos pela reação de transesterificação.

30 19. Método, de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem oleaginosas não comestíveis.

20. Método, de acordo com a reivindicação 19, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem sementes de *Jatropha curcas*.

35 21. Método, de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADO** pelo fato das sementes serem selecionadas do grupo consistindo de soja, canola, mamona, coco, milho, algodão, linho, cânhamo, jatropha, jojoba, mostarda, girassol, pongamia, copaíba, cártamo, sésamo, candlenut, *Pittosporum resiniferum*, e nim.

22. Método, de acordo com a reivindicação 18, **CHARACTERIZADO** pelo fato das oleaginosas serem amolecidas por vapor.

23. Método, de acordo com a reivindicação 18, **CHARACTERIZADO** pelo fato dos ácidos graxos livres serem removidos do óleo durante o refino com glicerina para produzir monoglicerídeos, diglicerídeos e triglicerídeos.

24. Método, de acordo com a reivindicação 18, **CHARACTERIZADO** pelo fato da transesterificação compreender ainda o contato do óleo refinado e dos monoglicerídeos, diglicerídeos e triglicerídeos com um álcool e uma base.

25. Método, de acordo com a reivindicação 24, **CHARACTERIZADO** pelo fato do álcool ser metanol.

26. Método, de acordo com a reivindicação 24, **CHARACTERIZADO** pelo fato da base ser selecionada do grupo consistindo de hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, e metóxido de sódio.

27. Método, de acordo com a reivindicação 24, **CHARACTERIZADO** pelo fato da base ser metóxido de sódio.

28. Método, de acordo com a reivindicação 18, **CHARACTERIZADO** pelo fato da transesterificação compreender ainda:

(a) uma primeira rodada de transesterificação para produzir alquil ésteres de ácido graxo e glicerina;

(b) remover pelo menos um pouco da glicerina produzida na primeira rodada de transesterificação; e

(c) uma segunda rodada de transesterificação para produzir alquil ésteres de ácido graxo adicionais a partir do óleo não reagido, monoglicerídeos, diglicerídeos e triglicerídeos remanescentes após a primeira rodada de transesterificação.

29. Método para purificação e reuso da glicerina bruta produzida na reação de transesterificação, **CHARACTERIZADO** pelo fato de compreender:

(a) obter glicerina bruta produzida pela reação de transesterificação, onde a glicerina bruta compreende glicerina, álcool, e ácido graxo livre;

(b) remover pelo menos um pouco do álcool da glicerina bruta através de uma primeira destilação flash;

(c) separar pelo menos um pouco do ácido graxo livre da glicerina bruta; e

(d) usar a glicerina bruta em uma reação de glicerólise para produzir monoglicerídeos, diglicerídeos e triglicerídeos a partir de ácidos graxos livres.

30. Método, de acordo com a reivindicação 29, **CHARACTERIZADO** por compreender ainda uma segunda destilação flash para remover álcool adicional da glicerina seguida de separação do ácido graxo livre da glicerina.

31. Método, de acordo com a reivindicação 28, **CHARACTERIZADO** pelo fato da re-

ação de glicerólise ser conduzida a uma temperatura entre cerca de 100°C e 200°C.

32. Método, de acordo com a reivindicação 28, **CARACTERIZADO** por compreender ainda combinar monoglicerídeos e diglicerídeos com triglicerídeos.

33. Método, de acordo com a reivindicação 32, **CARACTERIZADO** por compreender ainda produzir alquil ésteres de ácido graxo a partir da combinação de monoglicerídeos, diglicerídeos, e triglicerídeos.

34. Método, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato dos triglicerídeos serem obtidos de óleo vegetal.

35. Método, de acordo com a reivindicação 33, **CARACTERIZADO** pelo fato dos triglicerídeos serem obtidos de gorduras animais.

36. Método para recuperação de óleo da argila descorante gasta, **CARACTERIZADO** pelo fato de compreender:

(a) extrair a argila descorante gasta com um solvente, onde a argila descorante gasta compreende triglicerídeos de óleos vegetais ou gorduras animais;

(b) volatizar o solvente e os triglicerídeos; e

(c) remover pelo menos um pouco do solvente dos triglicerídeos em um separador flash.

37. Método, de acordo com a reivindicação 36, **CARACTERIZADO** por compreender ainda usar os triglicerídeos para produzir alquil ésteres de ácido graxo.

38. Método, de acordo com a reivindicação 37, **CARACTERIZADO** pelo fato dos alquil ésteres de ácido graxo serem produzidos a partir dos triglicerídeos recuperados de uma reação de transesterificação.

39. Método para obtenção de óleo de semente adequado para uso na produção de alquil ésteres de ácido graxo a partir de sementes, de acordo com as reivindicações exemplificadas acima, **CARACTERIZADO** pelo fato de estar substancialmente nos exemplos e figuras.

Figura 1

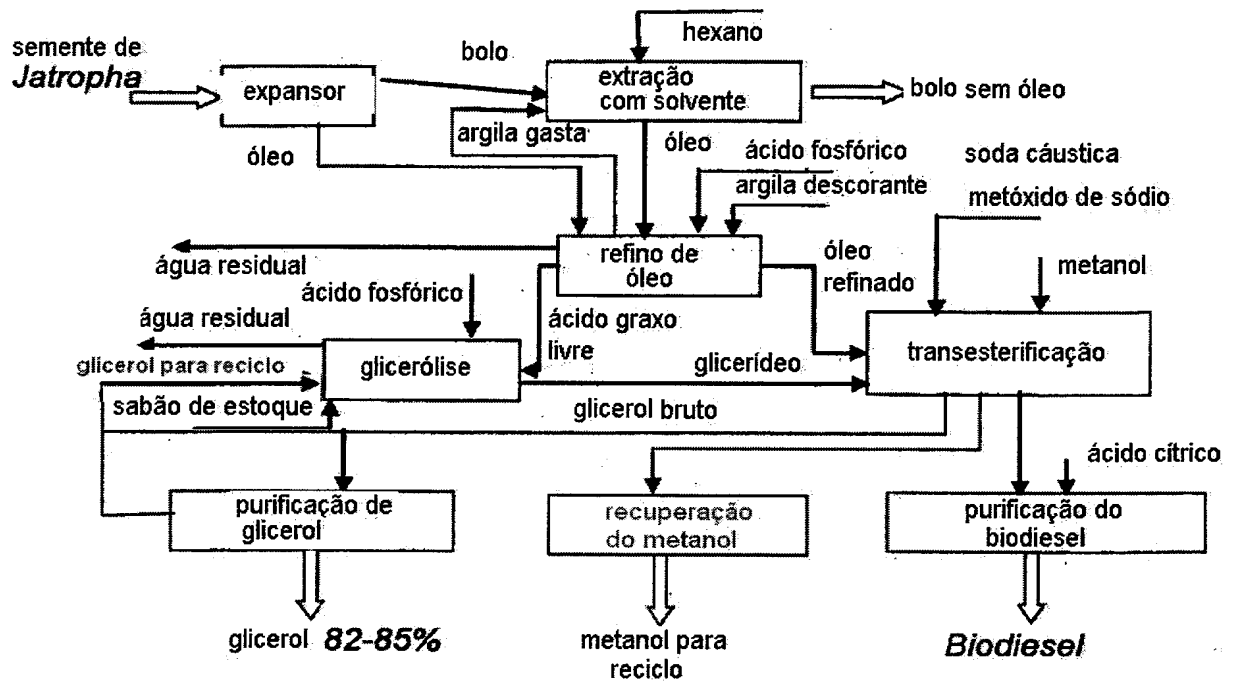


Figura 4

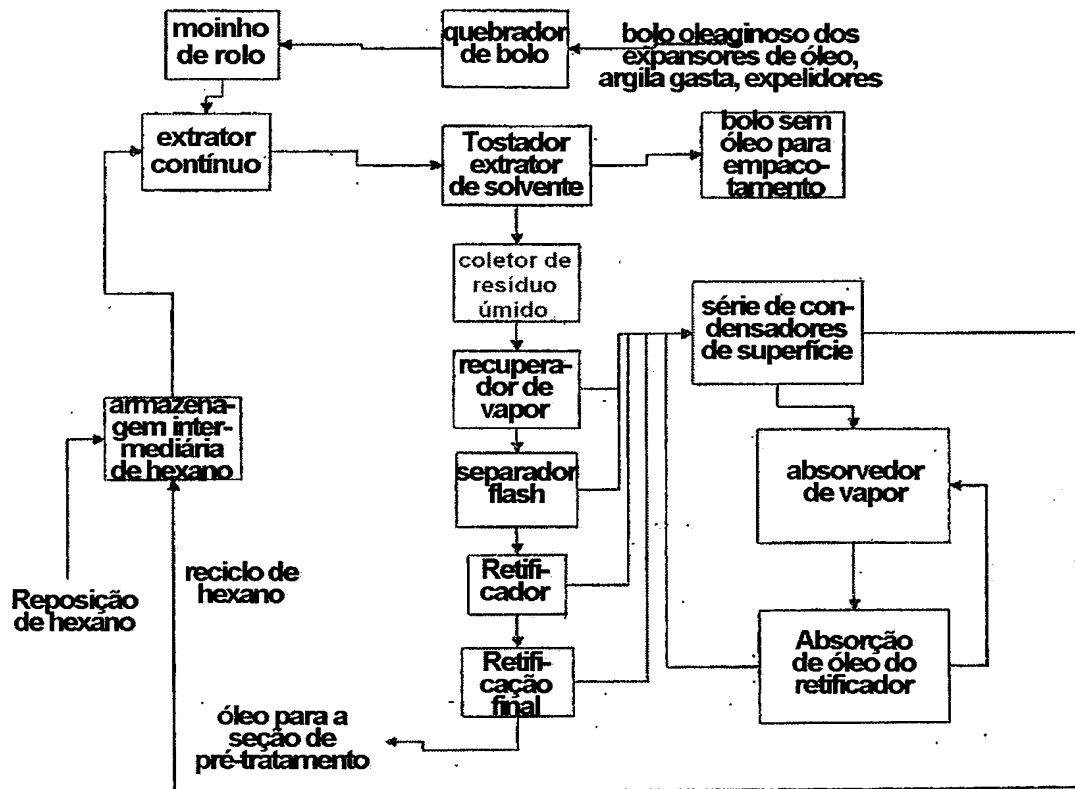


Figura 6

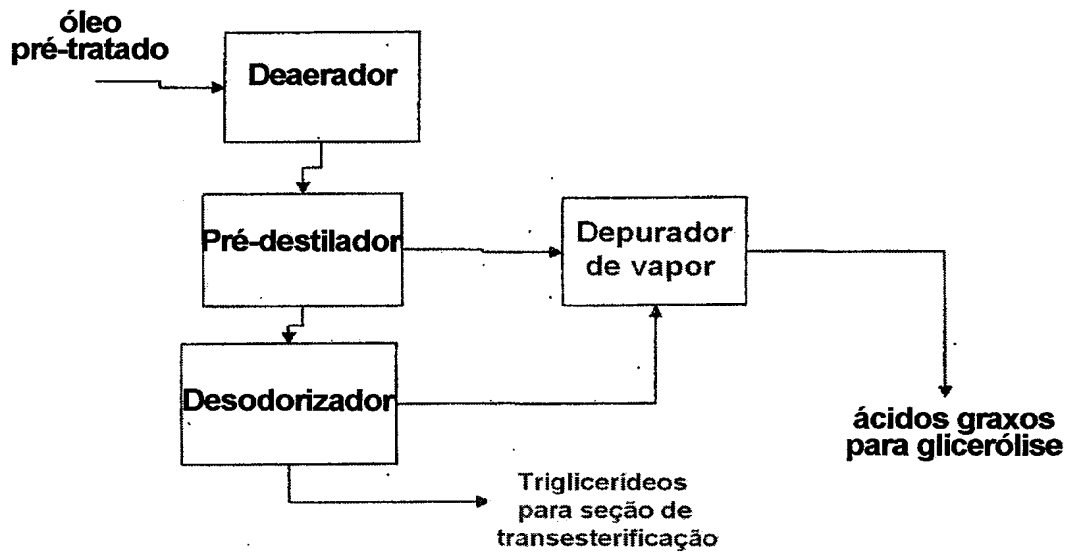


Figura 7

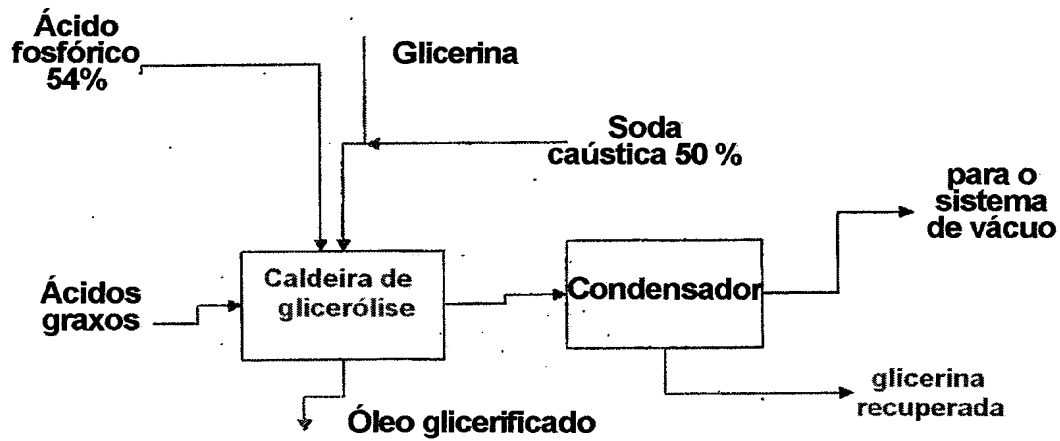
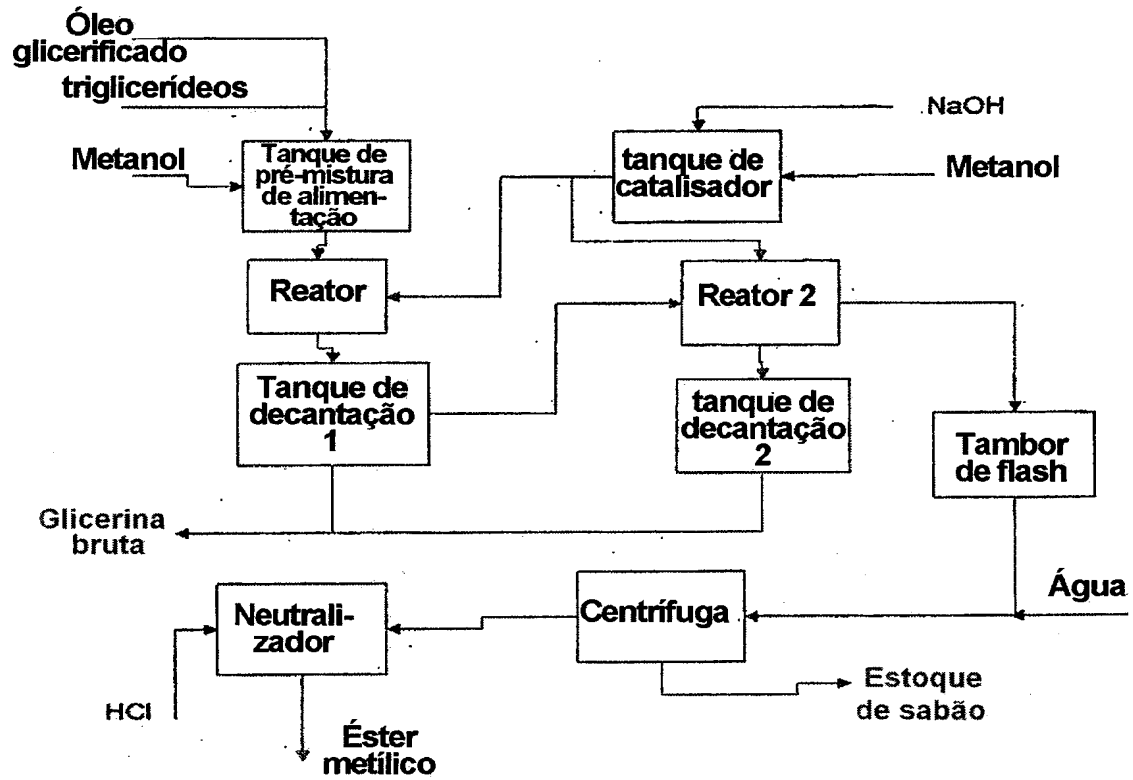


Figura 8



RESUMO

“PROCESSO INTEGRADO PARA PREPARAÇÃO DE METIL ÉSTER DE ÁCIDO GRAXO (BIODIESEL)”

A divulgação revela métodos e sistemas para a produção de biodiesel a partir de
5 matérias-primas biológicas como óleos vegetais e gorduras animais. Em particular, a divulgação é direcionada ao produto de biodiesel a partir de sementes como oleaginosas não
comestíveis. Métodos para maximização de óleo recuperado das matérias-primas são fornecidos, assim como métodos para converter ácidos graxos livres das matérias-primas em
10 glicerídeos adequados para transesterificação. Assim, os métodos e sistemas fornecidos
são eficientes para produção de biodiesel.