

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

(21) **PI0902550-2 A2**

(22) Data de Depósito: 05/01/2009
(43) Data da Publicação: 23/11/2010
(RPI 2081)



(51) *Int.Cl.:*
C07C 29/88
C07C 31/22

(54) Título: **PROCESSO DE PURIFICAÇÃO DA GLICERINA LOURA, ORIUNDA DA TRANSESTERIFICAÇÃO DO BIODIESEL**

(73) Titular(es): Senai/DR-BA-Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial, Departamento Regional da Bahia

(72) Inventor(es): Alessandro Acacio Ferro, Alexandre dos Santos Machado, Rogério da Conceição Rodrigues

(57) Resumo: PROCESSO DE PURIFICAÇÃO DA GLICERINA LOURA, ORIUNDA DA TRANSESTERIFICAÇÃO DO BIODIESEL. A presente invenção descreve um método prático de purificação da glicerina loura, oriunda da produção do biodiesel, isento de destilação à pressão reduzida e sem a necessidade de neutralização do meio via agentes químicos classificados como bases orgânicas ou inorgânicas. No presente processo de purificação, acetais e cetais são produzidos a partir da ciclização do respectivo triol na presença de diferentes aldeídos e cetonas na ausência de catalisadores ácidos adicionais. Os adutos ciclizados são hidrolisados em diferentes concentrações de água destilada e a glicerina é recuperada com grau de pureza que varia de 90 a 99,9%, além de o rendimento químico ser quantitativo.

PROCESSO DE PURIFICAÇÃO DA GLICERINA LOURA, ORIUNDA DA TRANSESTERIFICAÇÃO DO BIODIESEL

Campo de Invenção

A presente invenção descreve um método prático de purificação da glicerina loura, oriunda da produção do biodiesel, isento de destilação à pressão reduzida e sem a necessidade de neutralização do meio via agentes químicos classificados como bases orgânicas ou inorgânicas. No presente processo de purificação, acetais e cetais são produzidos a partir da ciclização do respectivo triol com diferentes cetonas e aldeídos na ausência de catalisadores ácidos ou básicos adicionais. Após os intermediários cíclicos serem hidrolisados, a glicerina purificada foi recuperada em excelentes rendimentos.

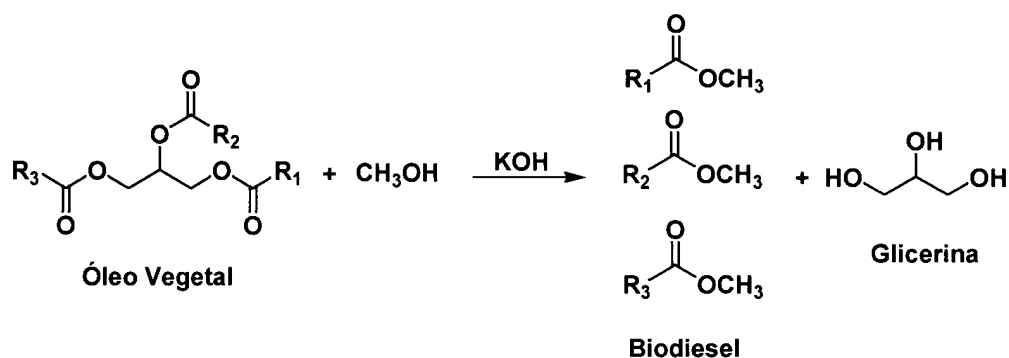
Antecedentes da Invenção

A maior parte da energia consumida no mundo é oriunda do petróleo, do carvão e do gás natural. Essas fontes não são renováveis e com previsão de esgotamento no futuro. Portanto, a busca por novas fontes de energia é de suma importância. Esta busca constante resultou na descoberta do potencial demonstrado pela biomassa que aparece como uma fonte alternativa que visa solucionar o problema energético mundial.

A energia gerada pela biomassa pode ser definida como aquela que é fornecida por materiais de origem vegetal ou obtida pela decomposição de dejetos. O Brasil tem buscado a utilização da biomassa como fonte renovável de energia, dentre estas fontes encontra-se: a lenha, o babaçu, os óleos vegetais, os resíduos vegetais, o sisal, o biogás, a casca de arroz, a cana-de-açúcar (bagaço da cana, palha e álcool).

Dentre as fontes de energia mais pesquisadas, destacam-se os óleos vegetais, sendo o seu uso testado no final do século XIX, produzindo resultados satisfatórios quando testados em motores a diesel. Esta possibilidade de emprego dos biocombustíveis de origem vegetal é bastante atrativa, tendo em vista os aspectos ambientais e econômicos.

Foi constatado, contudo, que a aplicação direta dos óleos vegetais nos motores é limitada em função de suas propriedades físicas como, por exemplo, sua alta viscosidade, baixa volatilidade, caráter poliinsaturado, acidez que implicam em problemas nas partes internas dos motores, em virtude de combustão incompleta. Desta forma, visando à redução da viscosidade da matéria-prima, diferentes alternativas têm sido consideradas, tais como a diluição, a micro-emulsão com o uso de metanol ou etanol, craqueamento catalítico e a transesterificação com etanol ou metanol, promovendo a obtenção de biodiesel, conforme reação abaixo:



Ainda que a geração de biodiesel seja vantajosa, em relação aos combustíveis fósseis, é inevitável a co-produção da glicerina impura e de baixo custo, numa proporção de cerca de 10% em massa.

Há uma ampla necessidade do aumento da investigação científico/tecnológica, referindo-se a purificação da glicerina oriunda de processos de produção de biodiesel, podendo esta se tornar uma importante matéria-prima para a indústria química, ocupando parcela considerável da nafta petroquímica na produção de plásticos e outros derivados químicos de maior valor agregado. Na literatura científica, foram encontradas informações de que a participação do biodiesel na matriz energética do Brasil tende a se elevar passando de 3% em 2008, o chamado B3, para 5% em 2013 (B5), com perspectivas de que esses índices aumentem até o B20 em 2020.

A crescente preocupação com o aquecimento global, incentiva discussões no mundo inteiro sobre novas fontes de energia menos poluentes.

A sociedade moderna é cada vez mais dependente do petróleo, mas já se discute a viabilidade dos combustíveis renováveis, que causariam um impacto muito menor no aquecimento do planeta, pois no balanço total, diminuem as emissões de CO₂, um dos principais vilões do efeito estufa.

- 5 Ainda existem algumas indefinições do que é o biodiesel, podendo ser considerado uma mistura de óleos vegetais e diesel, ou pode ser considerado como um mono-alquil éster de ácidos graxos derivados de fontes renováveis, como óleos vegetais e gordura animal, através de um processo no qual ocorre a quebra dos triglicérides, produzindo moléculas de menor peso molecular,
- 10 classificadas como ésteres de ácidos graxos ou ainda proveniente da transesterificação de óleos vegetais utilizados em frituras, no esgoto doméstico ou industrial.

Independente da definição, o biodiesel de óleos vegetais ou de origem animal gera cerca de 10% de glicerina bruta, de difícil tratamento.

- 15 A glicerina, conhecida como 1,2,3-propanotriol, é uma molécula biodegradável, proquiral e altamente funcionalizada. Pode ser encontrada em óleos vegetais, na forma de triglicérides graxos, ou como intermediário no metabolismo de organismos vivos.

- Usualmente, a glicerina é obtida através do processo de fabricação do
- 20 sabão, fermentação por microorganismo (geração de vinhos e bebidas), produção de ácidos graxos, podendo também ser obtida através do óxido de propileno no processamento dos derivados do petróleo.

- Com a introdução do biodiesel no mercado, cerca de 800 mil toneladas de glicerina foram negociadas no mundo em 2005, segundo Pagliaro em seu
- 25 artigo intitulado "From Glycerol to Value-Added Products". A previsão para o Brasil indica que haverá uma produção de 120 mil toneladas por ano de glicerina com a entrada do B3 e de 200 mil toneladas por ano a partir de 2013, com o uso do B5. Este excedente de glicerina é muito maior que a produção e consumo nacional, estimada hoje em torno de 30 a 40 mil toneladas por ano.

- 30 Para que o Programa Brasileiro de Tecnologia e Uso do Biodiesel tenha

pleno sucesso, é importante investigar soluções economicamente viáveis para a purificação da glicerina de forma a introduzi-la novamente na cadeia química como uma matéria-prima de maior valor agregado, visto que o preço deste co-produto na sua forma bruta está cada vez mais baixo.

- 5 Para purificação da glicerina, dois métodos descritos na literatura são os mais utilizados. Esses métodos são conhecidos como "processo convencional" e "troca iônica" e são os mais utilizados pelas indústrias. Entretanto, apresentam sérios problemas.

10 O processo convencional consiste na adição de HCl e FeCl_3 à glicerina bruta, de forma a manter o pH entre 4 e 4,5, com o objetivo de eliminar sabões e outras impurezas orgânicas. Em seguida, os ácidos graxos formados são filtrados e o filtrado é neutralizado com NaOH até o pH 6,5. Após este tratamento, a glicerina bruta conterá água, NaCl, metanol e resíduos de outras matérias orgânicas. O filtrado é então evaporado até se obter de 80 a 90% de
15 glicerina (em massa).

 Este procedimento é uma adaptação da patente americana US N° 4655879 e é uma das operações de maior consumo energético, geralmente, ocorrendo a pressões reduzidas (46,7 mm Hg no primeiro estágio e 18,67 mm Hg no segundo estágio), o que dificulta a degradação da glicerina acima dos
20 200°C.

 Durante a evaporação da água é inevitável a concentração de sais inorgânicos que começam a cristalizar e, por isso, precisam ser continuamente removidos do sistema, através do fundo do evaporador para evitar incrustações no equipamento. Em seguida, a glicerina recuperada é conduzida a uma
25 centrífuga. O sal restante dissolvido é sedimentado em tanques cônicos durante seis horas para separação. Depois a glicerina sobrenadante é armazenada e pode ser vendida como glicerina de grau técnico. Para obter uma glicerina com grau USP, efetua-se o refino da mesma por meio de destilação. Como a glicerina polimeriza e se decompõe a temperaturas
30 superiores a 200°C, a destilação deve ser realizada sempre à pressão

reduzida.

No processo que envolve resinas iônicas, a glicerina bruta é tratada de forma similar ao processo convencional até a obtenção do filtrado neutralizado. Em seguida, a purificação é feita através de troca iônica, que consiste na

5 passagem do material filtrado por sucessivos leitos de resina catiônica forte, resina aniônica fraca e de resinas mistas de cátion e ânion fortes. Vale ressaltar que, as unidades de troca iônica funcionam com eficiência para soluções diluídas contendo de 20 a 40% de glicerina. O material é passado

10 através do leito de resinas (ver a patente americana US N° 0249338), ocorrendo a eliminação de traços de ácidos graxos livres, a cor, o odor e outras impurezas minerais presentes. Nesse estágio, a glicerina é purificada através da evaporação a vácuo, com o uso de evaporadores de múltiplo efeito, de modo a se obter no final uma glicerina com pureza de mais de 99%.

A patente francesa, FR N° 578306, descreve um processo por destilação

15 azeotrópica heterogênea que serviu de base para o desenvolvimento de um método que permite purificar glicerina bruta e obtê-la com alto teor de pureza. Neste processo, uma solução do material bruto é bombeada para uma câmara de aquecimento para geração de vapor que sofre condensação em pratos perfurados dispostos de forma planejada em uma coluna de destilação.

20 Embora, seja uma alternativa aparentemente prática para uso industrial, o procedimento demonstra dificuldades na reprodutibilidade dos resultados, pois todo trabalho está vinculado diretamente as variáveis de processo tais como: alimentação de glicerina (g/s), alimentação do vapor de tolueno (g/s), temperatura de alimentação da glicerina (°C), concentração inicial de glicerina

25 (% em massa), na concentração de saída de glicerina, além de fazer uso de solventes tóxicos como, por exemplo, o tolueno e benzeno.

Duas patentes americanas, US N° 0187281 e US N° 6548681, descrevem um procedimento para purificar polióis ou múltiplos polióis a partir de uma solução aquosa em diferentes concentrações através da ciclização

30 com aldeídos e cetonas contendo de 1 a 4 átomos de carbono. Os produtos

obtidos, denominados acetais e cetais, são separados em temperaturas elevadas. Mesmo apresentando ponto de ebulição mais baixo que os próprios polióis, a água ainda é um fator limitante para esse processo. O material recuperado é submetido a um reator onde ocorre a reação de hidrólise na
5 presença de ácidos minerais ou resinas de troca iônica. Outro processo semelhante ao descrito anteriormente, pode ser encontrado na patente francesa FR N° 833607.

A patente americana, US N° 5527974, relata um processo de purificação para glicerina obtida a partir da hidrogenação em alta pressão (100 bar e
10 temperaturas de 100° a 250°C) envolvendo gorduras naturais. Após hidrogenar a gordura, a glicerina contendo traços de ácidos graxos e outras impurezas são forçadas a passar por uma coluna contendo uma membrana que simula uma microfiltração. O processo é pouco eficiente, pois problemas de entupimentos são freqüentes ao longo da operação.

15 **Sumário da Invenção**

É um objeto da presente invenção, descrever um processo de purificação da glicerina loura, oriunda da produção do biodiesel, que compreenda duas etapas distintas sem a necessidade de destilação à pressão reduzida e completa recuperação dos agentes carbonilados. A reação que
20 serviu de base para os estudos desenvolvidos é a reação de acetaliação e/ou cetalização da glicerina utilizando diferentes cetonas e aldeídos. Vale ressaltar que, os documentos encontrados na literatura patentária não inviabilizam os estudos da respectiva invenção, servindo apenas como suporte para o desenvolvimento de um processo de fácil manipulação, reprodutível, rápido e
25 de baixo custo.

Descrição das Figuras

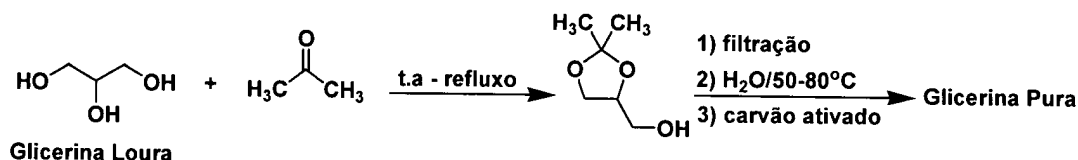
A **Figura 1** mostra o cromatograma referente ao acompanhamento da reação de hidrólise do cetal derivado da glicerina loura com quantidade equimolar de água destilada nos intervalos de tempo de 5 minutos, 30 minutos
30 e 75 minutos.

A **Figura 2** mostra o cromatograma referente ao cetel derivado da ciclohexanona.

As **Figuras 3 e 4** mostram os espectros de infravermelho referentes à glicerina PA e glicerina loura, após ser tratada segundo o procedimento descrito nessa invenção.

Descrição Detalhada da Invenção

Esta invenção descreve as reações de cetalização e acetalização da glicerina loura na presença de propanona, ou ciclo-hexanona, ou 3-metil-2-butanona, ou formaldeído, ou acetaldeído, ou benzaldeído, entre outros reagentes de ciclização, como é mostrado a seguir:



15

As amostras de glicerina obtidas após o processo de transesterificação do biodiesel vieram de diferentes oleaginosas, tais como: óleo de soja, óleo de dendê, óleo de girassol, óleo de canola, óleo de pinhão manso, óleo de algodão, sebo, girassol, babaçu, nabo forrageiro, coco, colza, dentre outros, além de glicerina gerada a partir de blendas. As diferentes amostras de glicerina investigadas apresentavam alto teor de ácidos graxos, traços de catalisadores e álcoois.

A reação de ciclização envolvendo as diferentes cetonas e aldeídos ocorreu em temperaturas que variaram entre 25 e 100°C , sob agitação em sistema aberto sem que fosse necessário a adição de um catalisador ácido pois as amostras de glicerina já possuíam acidez suficiente ($\text{pH} \sim 1.0$) para que a reação ocorresse, mesmo que parcialmente, a temperatura ambiente. Esta reação não exclui o uso de glicerina purificada, glicerina grau farmacêutico, glicerina branca, bidestilada, desde que na presença de um catalisador.

Em todos os experimentos aqui apresentados, a melhor razão molar

referente aos reagentes de ciclização (aldeídos e cetonas) ficou entre 1.0 e 3.0. Para os reagentes de maior ponto de ebulição, as razões molares mais adequadas foram 1.05, 1,10 e 1,20. Em todos os exemplos estudados, o tempo de reação não excedeu 60 minutos. A melhor faixa encontra-se entre 5 e 45 minutos, mais especificamente entre 20 e 30 minutos.

Após a constatação do término da reação por GCMS (Gas chromatography-mass spectrometry), os intermediários cíclicos foram diluídos com uma pequena quantidade de acetona e filtrados para completa remoção das impurezas precipitadas ao longo da reação, concentrados e postos para hidrolisar com quantidades equimolares de água destilada, numa proporção que variou de 1,0 a 3,0. A faixa de temperatura utilizada encontra-se entre 50 e 90°C. O intervalo de tempo para completa clivagem dos intermediários cíclicos, não ultrapassou 120 minutos. A solução límpida de glicerina recuperada foi posta para agitar na presença de carvão ativado e/ou terra diatomácea por um período de 10 minutos e filtrada em seguida. Após a filtração, o material foi posto num rota evaporador, sendo possível recuperar a cetona ou aldeído, quando estes apresentavam baixo ponto de ebulição. A glicerina foi recuperada em rendimentos que variaram entre 85 e 99,9% com grau de pureza acima de 90% e o pH variando de 6,5 a 7,2.

Os exemplos a seguir ilustram, sem limitar, o escopo da presente invenção, de forma a detalhar a metodologia utilizada.

Exemplo 1

Em um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, foi acoplado um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada numa faixa de 40 – 60°C. Em seguida, o sistema foi carregado com 2,000 g (21,74 mmol) de glicerina loura (pH = 1,0) e 10 mL de acetona PA, permanecendo sob agitação por um período de tempo que variou de 5 a 20 minutos. O acompanhamento da reação por cromatografia em fase gasosa revelou um único produto derivado da ciclização. Após a constatação do consumo total do material de partida, a acidez foi monitorada e

o pH ~ 5,0. Logo nos primeiros minutos de reação, foi possível observar a precipitação das impurezas contidas na glicerina loura, sendo facilmente removidas através de uma simples filtração. A solução de característica límpida foi concentrada, dando origem a um óleo com rendimento quantitativo.

- 5 O material recuperado foi transferido para um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, acoplado a um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada para 75°C e o meio tratado com 1,10 a 1,50 equivalente de água destilada, permanecendo sob agitação constante por um período de 50 a 80 minutos.
- 10 Após a constatação do consumo total do material de partida, a solução foi tratada com carvão ativado, permanecendo sob agitação por um tempo adicional de 10 minutos. Em seguida, a solução foi filtrada e concentrada, dando origem a glicerina com grau de pureza de 99,9% e rendimento químico quantitativo. A figura 1 mostra os cromatogramas referentes ao cetil e a
- 15 glicerina após ser concluída a hidrólise. Já na figura 3, é possível observar o espectro de infravermelho da glicerina PA sendo confrontado com o espectro de infravermelho da glicerina purificada.

- Após todos os parâmetros reacionais terem sido determinados, novos experimentos foram realizados com o intuito de aumentar a quantidade de glicerina loura. As massas investigadas variaram de 10 a 1000g e a razão molar de acetona usada foi otimizada de 6,25 para 1,10.
- 20

Exemplo 2

- Em um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, foi acoplado um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada numa faixa de 80 – 100°C. Em seguida, o sistema foi carregado com 2,000 g (21,74 mmol) de glicerina loura (pH = 1,0) e 2,240 g (22,82 mmol) ou 2,36 mL de ciclohexanona, permanecendo sob agitação por um período de tempo que variou de 10 a 30 minutos. O acompanhamento da reação por cromatografia em fase gasosa revelou dois produtos isoméricos derivados da ciclização. Após a constatação do consumo
- 25
- 30

total do material de partida, a acidez foi monitorada e o pH ~ 4,5. Logo nos primeiros minutos de reação, foi possível observar a precipitação das impurezas contidas na glicerina loura, sendo facilmente removidas através de uma simples filtração. A solução de característica límpida foi concentrada, dando origem a um óleo com rendimento quantitativo.

O material recuperado foi transferido para um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, acoplado a um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada para 80°C e o meio tratado com 1,00 a 1,30 equivalente de água destilada, permanecendo sob agitação constante por um período de 95 a 120 minutos. Após a constatação do consumo total do material de partida, a solução foi tratada com carvão ativado, permanecendo sob agitação por um tempo adicional de 30 minutos. Em seguida, a solução foi filtrada e concentrada, dando origem a glicerina com grau de pureza de 95% e rendimento químico quantitativo.

Exemplo 3

Em um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, foi acoplado um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada numa faixa de 90 – 100°C. Em seguida, o sistema foi carregado com 2,000 g (21,74 mmol) de glicerina loura (pH = 1,0) e 1,872 g (21,74 mmol) ou 2,32 mL de 3-metil-2-butanona, permanecendo sob agitação por um período de tempo que variou de 25 a 40 minutos. O acompanhamento da reação por cromatografia em fase gasosa revelou dois produtos isoméricos derivados da ciclização. Após a constatação do consumo total do material de partida, a acidez foi monitorada e o pH ~ 5,0. Logo nos primeiros minutos de reação, foi possível observar a precipitação das impurezas contidas na glicerina loura, sendo facilmente removidas através de uma simples filtração. A solução de característica límpida foi concentrada, dando origem a um óleo com rendimento quantitativo.

O material recuperado foi transferido para um balão de duas bocas com

capacidade para 50 mL, acoplado a um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada para 80°C e o meio tratado com 1,10 a 1,40 equivalente de água destilada, permanecendo sob agitação constante por um período de 30 a 80 minutos.

- 5 Após a constatação do consumo total do material de partida, a solução foi tratada com carvão ativado, permanecendo sob agitação por um tempo adicional de 15 minutos. Em seguida, a solução foi filtrada e concentrada, dando origem a glicerina com grau de pureza de 90% e rendimento químico quantitativo.

10 **Exemplo 4**

- Em um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, foi acoplado um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada numa faixa de 80 – 100°C. Em seguida, o sistema foi carregado com 2,000 g (21,74 mmol) de glicerina loura (pH = 1,0) e
- 15 2,31 g (21,74 mmol) ou 2,20 mL de benzaldeído, permanecendo sob agitação por um período de tempo que variou de 30 a 40 minutos. O acompanhamento da reação por cromatografia em fase gasosa revelou dois produtos isoméricos derivados da ciclização. Após a constatação do consumo total do material de partida, a acidez foi monitorada e o pH ~ 4,0. Logo nos primeiros minutos de
- 20 reação, foi possível observar a precipitação das impurezas contidas na glicerina loura, sendo facilmente removidas através de uma simples filtração. A solução de característica límpida foi concentrada, dando origem a um óleo com rendimento quantitativo.

- O material recuperado foi transferido para um balão de duas bocas com
- 25 capacidade para 50 mL, acoplado a um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada para 90°C e o meio tratado com 1,10 a 1,30 equivalente de água destilada, permanecendo sob agitação constante por um período de 50 a 70 minutos. Após a constatação do consumo total do material de partida, a solução foi
- 30 tratada com carvão ativado, permanecendo sob agitação por um tempo

adicional de 30 minutos. Em seguida, a solução foi filtrada e concentrada, dando origem a glicerina com grau de pureza de 93% e rendimento químico quantitativo.

Exemplo 5

5 Em um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, foi acoplado um condensador para refluxo. O sistema foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada numa faixa de 30 – 45°C. Em seguida, o sistema foi carregado com 2,000 g (21,74 mmol) de glicerina loura (pH = 1,0) e 1,43 g (32,61 mmol) ou 1,83 mL de acetaldeído, permanecendo sob agitação
10 por um período de tempo que variou de 50 a 70 minutos. O acompanhamento da reação por cromatografia em fase gasosa revelou dois produtos isoméricos derivados da ciclização. Após a constatação do consumo total do material de partida, a acidez foi monitorada e o pH ~ 5,0. Logo nos primeiros minutos de reação, foi possível observar a precipitação das impurezas contidas na
15 glicerina loura, sendo facilmente removidas através de uma simples filtração. A solução de característica límpida foi concentrada, dando origem a um óleo com rendimento quantitativo.

O material recuperado foi transferido para um balão de duas bocas com capacidade para 50 mL, acoplado a um condensador para refluxo. O sistema
20 foi posto em um banho de óleo de silicone com a temperatura ajustada para 75°C e o meio tratado com 1,05 a 1,20 equivalente de água destilada, permanecendo sob agitação constante por um período de 60 a 80 minutos. Após a constatação do consumo total do material de partida, a solução foi tratada com carvão ativado, permanecendo sob agitação por um tempo
25 adicional de 20 minutos. Em seguida, a solução foi filtrada e concentrada, dando origem a glicerina com grau de pureza de 97% e rendimento químico quantitativo.

REIVINDICAÇÕES

1) Processo de purificação da glicerina loura, oriunda da transesterificação do biodiesel, **caracterizado** por compreender as seguintes etapas:

5 a) reagir glicerina loura com um reagente de ciclização sob agitação constante, em temperatura de 25 a 100°C, em um sistema aberto sem adição de um catalisador;

 b) após o término da etapa a), diluir os intermediários cíclicos com acetona;

10 c) filtrar os intermediários cíclicos para remoção das impurezas precipitadas ao longo da etapa de reação;

 d) hidrolisar o material que foi filtrado na etapa c) obtendo-se assim uma solução límpida;

 e) agitar a solução obtida em d) na presença de carvão ativo e/ou terra diatomácea por um período de tempo entre 10 e 30 minutos; e

 f) filtrar e concentrar a solução da etapa e) obtendo-se assim uma glicerina com alto grau de pureza.

2) Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da glicerina loura vir do óleo de soja, óleo de dendê, óleo de girassol, óleo de canola, óleo de pinhão manso, óleo de algodão, sebo, girassol, babaçu, nabo forrageiro, coco, colza, entre outras oleaginosas, ou ainda proveniente da transesterificação de óleos vegetais utilizados em frituras, de gordura animal, esgoto doméstico ou industrial.

3) Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato dos reagentes de ciclização serem propanona (acetona), ciclo-hexanona, 3-metil-2-butanona, formaldeído, acetaldeído, benzaldeído.

4) Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da razão molar entre o reagente de ciclização e a glicerina estar entre 1 e 3.

5) Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pelo fato da razão molar entre o reagente de ciclização e a glicerina ser

preferencialmente 1,05, 1,10 e 1,20.

6) Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do tempo da etapa a) não exceder 60 minutos.

5 7) Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da razão molar entre o material filtrado na etapa c) e água estar na faixa de 1,0 a 3,0.

8) Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da temperatura durante a etapa d) se manter na faixa de 50 a 90°C e do intervalo de tempo para a completa hidrólise não ultrapassar 120 minutos.

10 9) Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 ou 8, **caracterizado** pelo fato do processo de recuperação da glicerina possuir um rendimento entre 85 e 99,9%.

15 10) Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 ou 9, **caracterizado** pelo fato da glicerina obtida apresentar um grau de pureza acima de 90%.

FIGURA 1

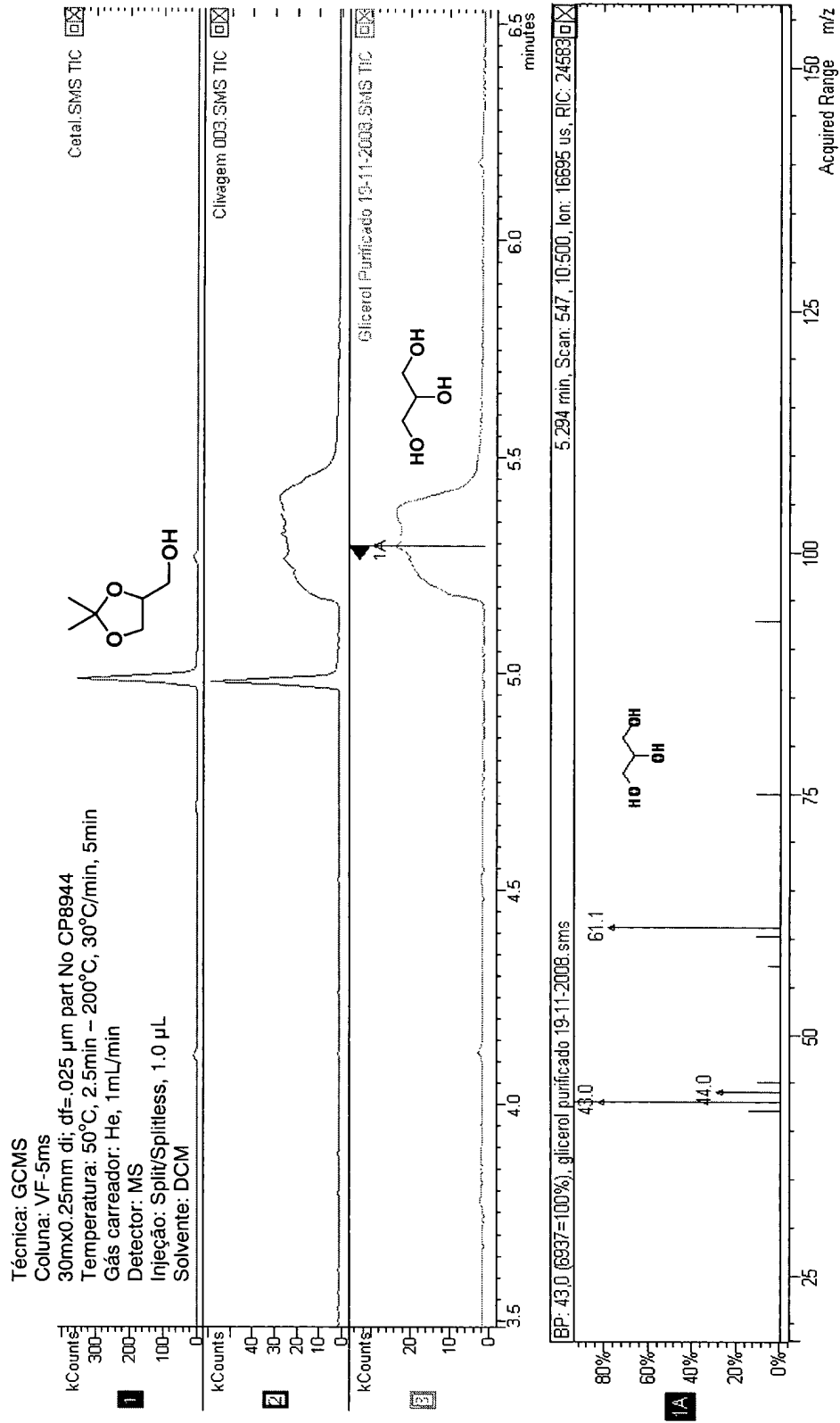


FIGURA 02

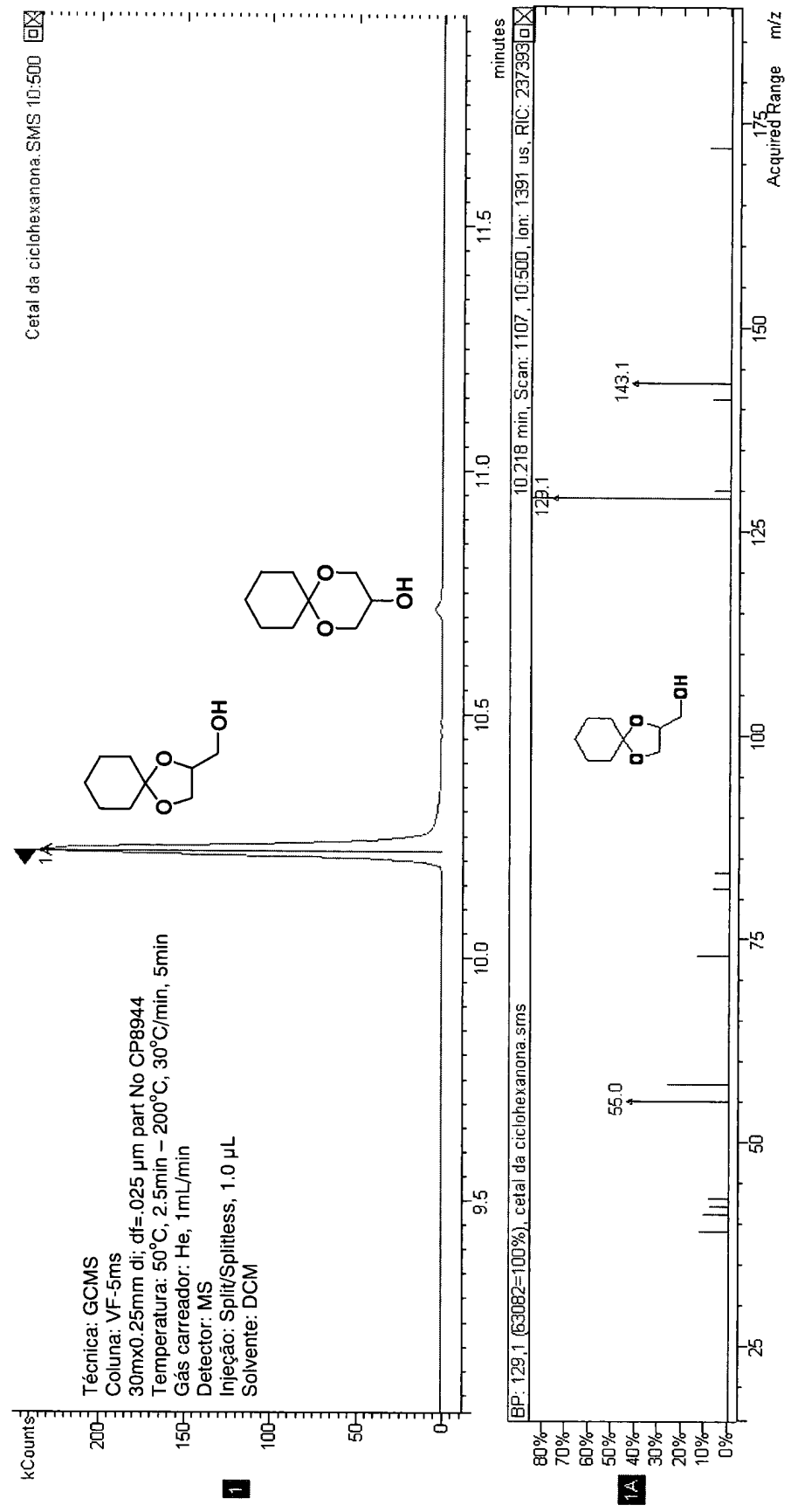


FIGURA 03

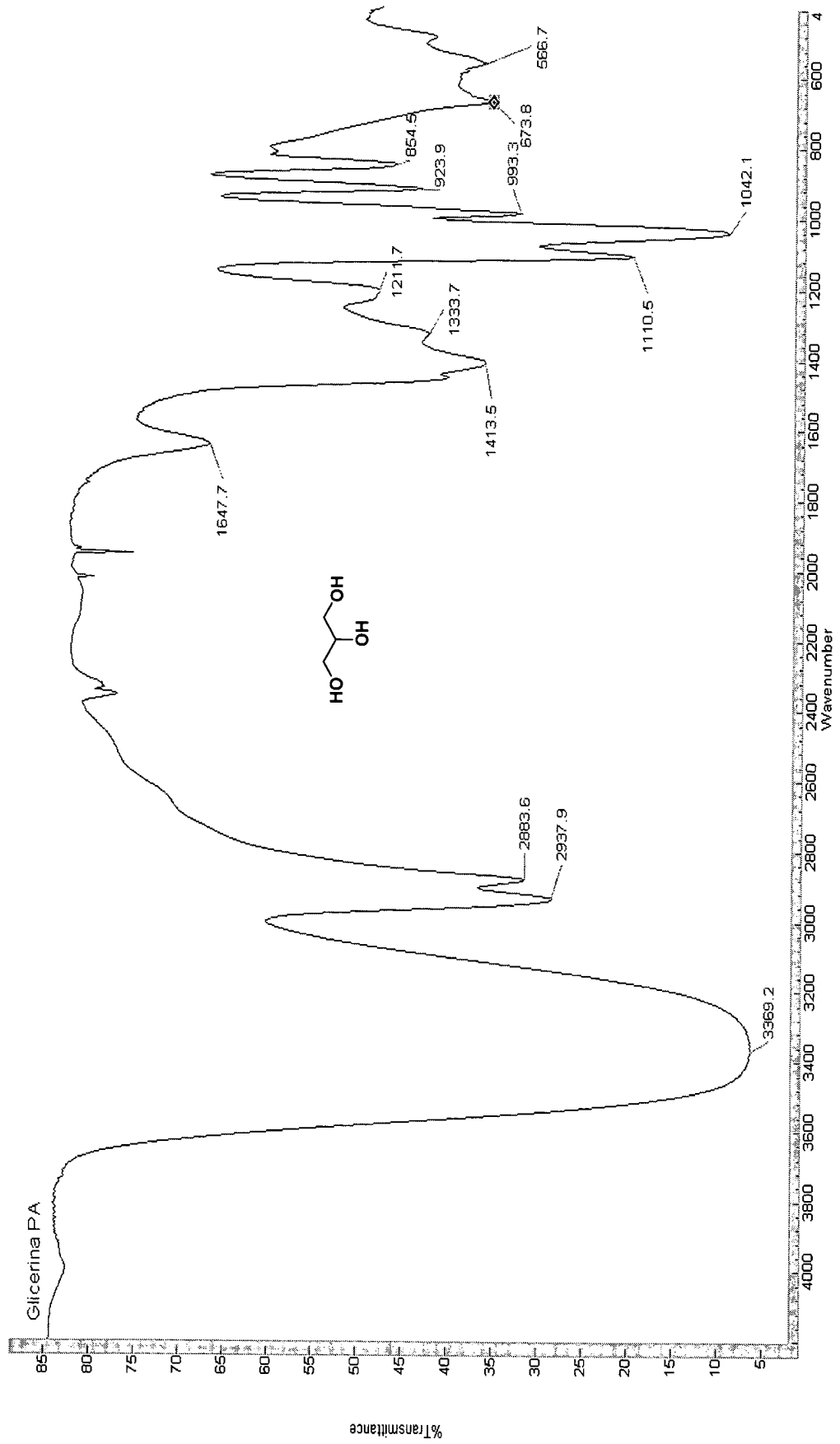
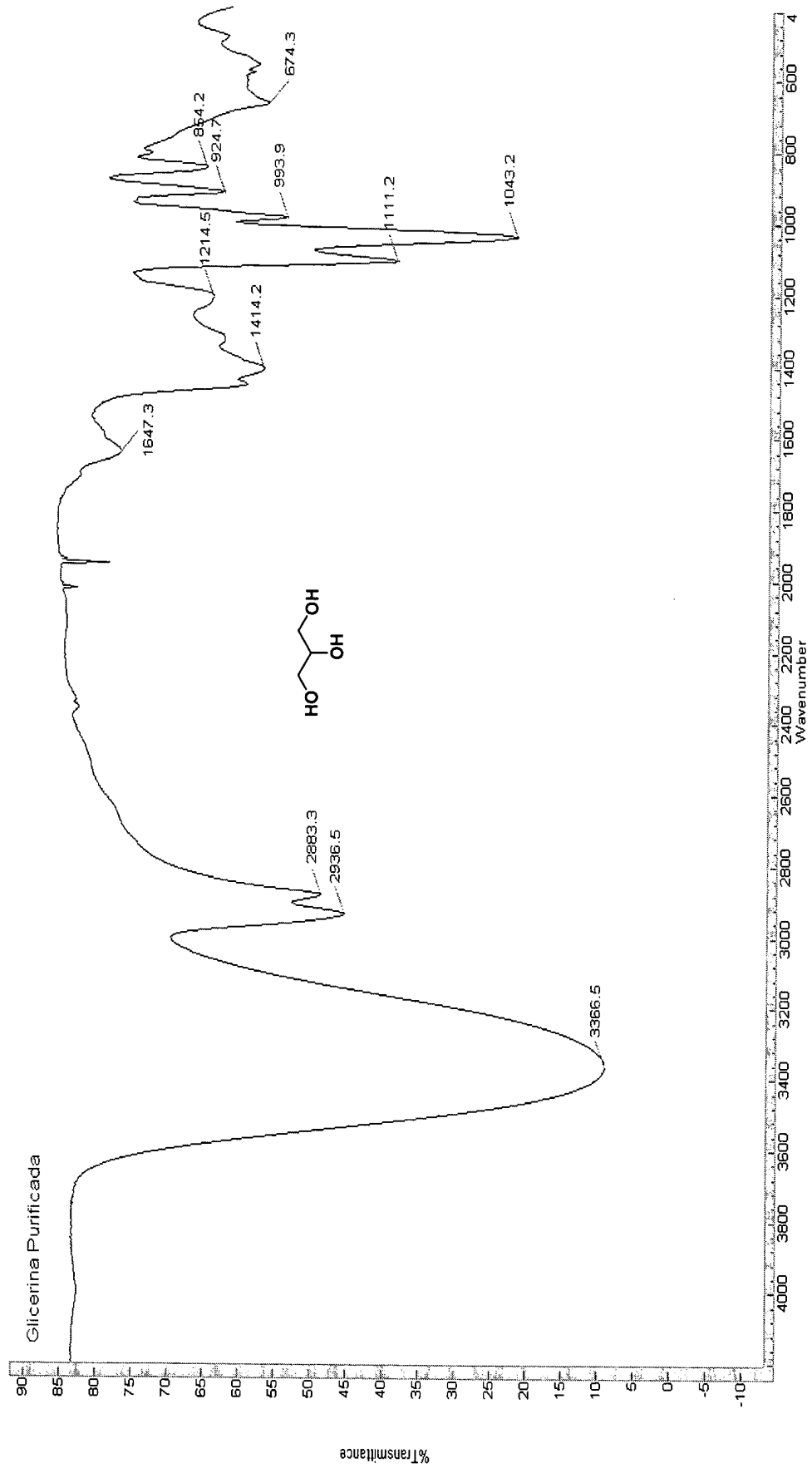


FIGURA 04



Resumo

P1 090 255 0-2

**PROCESSO DE PURIFICAÇÃO DA GLICERINA LOURA, ORIUNDA DA
TRANSESTERIFICAÇÃO DO BIODIESEL**

A presente invenção descreve um método prático de purificação da
5 glicerina loura, oriunda da produção do biodiesel, isento de destilação à
pressão reduzida e sem a necessidade de neutralização do meio via agentes
químicos classificados como bases orgânicas ou inorgânicas. No presente
processo de purificação, acetais e cetais são produzidos a partir da ciclização
do respectivo triol na presença de diferentes aldeídos e cetonas na ausência de
10 catalisadores ácidos adicionais. Os adutos ciclizados são hidrolisados em
diferentes concentrações de água destilada e a glicerina é recuperada com
grau de pureza que varia de 90 a 99,9%, além de o rendimento químico ser
quantitativo.