



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 01141**

(22) Data de depozit: **14.11.2011**

(41) Data publicării cererii:  
**30.08.2013** BOPI nr. **8/2013**

(71) Solicitant:  
• **INCDO-INOE 2000, FILIALA INSTITUTUL  
DE CERCETĂRI PENTRU  
INSTRUMENTAȚIE ANALITICĂ,  
STR.DONATH NR.67, CLUJ-NAPOCA, CJ,  
RO**

(72) Inventatori:  
• **ROMAN CECILIA, STR. PIAȚA ABATOR,  
BL.B, AP.58, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**  
• **GOG ADRIANA, STR.FLORILOR NR.184,  
BL.C 5, AP.51, COMUNA FLOREȘTI, CJ,  
RO;**  
• **SENILA LĂCRĂMIOARA, STR. BUCIUM  
NR.1, BL.B1, AP.30, ET.7, CLUJ-NAPOCA,  
CJ, RO;**  
• **ROMAN MARIUS, BD.MUNCII NR.87A,  
AP.52, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

## (54) TEHNOLOGIE DE OBȚINERE BIODIESEL DIN ULEI DE ALGE

(57) Rezumat:

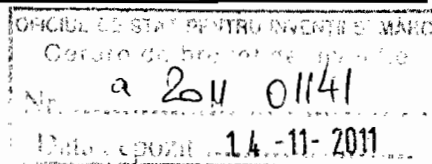
Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea unui combustibil biodiesel. Procedeu conform invenției constă din extragerea, din alge sub formă de pudră, a uleiului, cu hexan la o temperatură de 70...75°C, timp de 6...8 h, după care, la uleiul de alge, dizolvat în hexan, se adaugă metanol, conținând 5...10% acid sulfuric, și amestecul se termostatează la 50...55°C, timp de 1...2 h, și apoi se tratează cu o soluție de metoxid de sodiu în metanol 20...25%, la pH 10...13, se

termostatează la 50...55°C, timp de 1...2 h, fazele se separă și stratul superior, conținând esterii metilici ai acizilor grași din alge, se purifică prin distilare-spălare-uscare, rezultând un combustibil având un conținut de minimum 97% esterii metilici.

Revendicări: 1  
Figuri: 2



**DESCRIERE**



Invenția se referă la o tehnologie de obținere a unui combustibil pentru motoare tip Diesel, din ulei de alge printr-o reacție de transesterificare în două etape: prima etapă constând într-un pretratament în cataliză acidă iar a doua fiind transesterificarea propriu-zisă în cataliză bazică.

În străinătate există metode de obținere biodiesel din ulei de alge descrise de invențiile US 2007/0048848, US 2009/0071064, US 2009/0081748. Metoda descrisă de brevetul US 2007/0048848 se bazează pe extracția uleiului de alge folosind metode mecanice și transesterificarea uleiului în cataliză bazică folosind diferite condiții de reacție. Metoda descrisă de brevetul US 2009/0071064 se bazează pe hidroliza in-situ a lipidelor din compoziția algelor urmată de esterificarea acizilor grași rezultați în cataliză acidă. De asemenea invenția US 2009/0081748 descrie o metodă de transesterificare a uleiului de alge cu etanol și acetat de etil, precum și o variantă de obținere biodiesel prin hidrogenarea directă a trigliceridelor din biomasa de alge.

În țară, după informațiile noastre, nu s-a elaborat o tehnologie de obținere a biodieselului din uleiul de alge.

Scopul prezentei invenții este obținerea unui combustibil tip Diesel din ulei de alge din specia de microalge *Nannochloropsis oculata*. Tehnologia cuprinde următoarele etape: extracția uleiului din biomasa de alge, transesterificarea în două etape a uleiului obținut (cataliza acidă urmată de cataliză bazică), separarea biodieselului de glicerină și purificarea biodieselului.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este creșterea randamentului de extracție a uleiului din biomasa de alge prin folosirea instalației de extracție Soxhlet și a hexanului ca solvent (extracția dinamică) precum și creșterea randamentului de obținere biodiesel prin transesterificarea în două etape (o etapă de pretratament acid pentru transmetilarea acizilor grași liberi urmată de cataliza alcalină pentru transformarea trigliceridelor în esteri metilici). Tehnologia asigură extracția lipidelor de interes pentru obținerea de biodiesel (trigliceridele), evitându-se co-extracția componentelor lipidice insolubile (fosfolipide, steroli, alte componente polare). În plus, prin realizarea etapei de pretratament acid în care se realizează conversia acizilor grași liberi, se elimină formarea săpunurilor în etapa de cataliză bazică, ceea ce duce la o simplificare a etapelor de separare și purificare pentru biodieselul rezultat.

În figura 1 este prezentată reacția de transesterificare a uleiului de alge în două etape. Prin reacția de transesterificare a acizilor grași liberi cu alcool metilic în



cataliză acidă de obține un amestec de monometilesteri ai acizilor grași liberi corespunzători (fig. 1a). Fiind o reacție de echilibru este necesară deplasarea echilibrului spre formarea monometilesterilor, prin folosirea în exces a alcoolului metilic. Prin reacția de transesterificare a trigliceridelor acizilor grași cu număr par de atomi de carbon cu alcool metilic, în cataliză bazică, se obține un amestec de monometilesteri ai acizilor grași și glicerină (fig.1b). Conform stoechiometriei reacției, 1 mol de trigliceride reacționează cu 3 moli de alcool metilic. Pentru favorizarea deplasării echilibrului reacției spre formarea monometilesterilor se folosește un alcool metilic în exces.

În figura 2 este prezentată tehnologia de obținere biodiesel din ulei de alge cu metanol prin transesterificare în două etape: pretratament acid urmat de cataliză bazică.

Extracția uleiului de alge constă în extracția a „m” g pudra alge *Nannochloropsis oculata* cu „V” ml hexan, încălzit la 70...75°C, timp de 6...8h. Se evaporă solventul din uleiul de alge. Transesterificarea uleiului de alge se realizează în două etape după cum urmează:

#### 1. Pretratamentul acid:

Se prepară amestecul de reacție supus reacție de transesterificare prin dizolvarea uleiului de alge în „V” ml hexan cu „V” ml metanol, care conține 5...10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (m/m). Amestecul este termostatat la 50...55°C, timp de 1...2h.

#### 2. Transesterificarea bazică:

Amestecul de reacție obținut anterior este tratat cu o soluție de metoxid de potasiu în metanol 20...25% (m/m) la pH de 10...13. Amestecul de reacție este termostatat la 50...55°C, timp de 1...2h. Se separă fazele. La partea inferioară se depune glicerolul iar la partea superioară se găsesc esterii metilici ai acizilor grași (biodieselul).

Biodieselul obținut este purificat prin etape de distilare – spălare – uscare cu 1...3%. Magnesol (m/m) pentru îndepărtarea metanolului folosit în exces, a hexanului folosit ca și solvent, precum și a altor compuși secundari eventual formați. Magnesolul se îndepărtează prin decantare/centrifugare și se obține biodiesel pur.

Biodieselul obținut se analizează ca și conținut de esterii metilici prin cromatografia de gaze. Se obține un conținut de esterii metilici de 97,8% (m/m).

## REVENDICARE

Tehnologie de obținere a unui combustibil pentru motoare Diesel din ulei de alge **caracterizată prin aceea că** are la bază extracția uleiului de alge prin metoda de extracție cu hexan (temperatura 70...75°C, timp 6...8h), urmată de pretratamentul acid a uleiului de alge (de 5...10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (m/m), temperatura 50...55°C, timp de 1...2h), transesterificarea în cataliză acidă cu metanol (metoxid de potasiu în metanol 20...25% (m/m), pH de 10...13, temperatura 50...55°C, timp 1...2h), în final separarea biodieselului de glicerină și purificarea biodieselului cu magesol.

Director ICIA,  
CS II Mircea Chintoanu



## DESENE

Fig. 1 Reacția de transesterificare în două etape a uleiului de alge

- (a) Reacția de transesterificare a acizilor grași liberi în cataliză acidă
- (b) Reacția de transesterificare a trigliceridelor în cataliză bazică

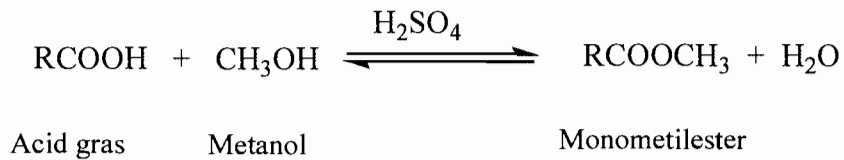
Fig. 2 Schema procesului tehnologic de obținere biodiesel din ulei de alge cu metanol prin transesterificare în două etape: pretratament acid urmat de cataliză bazică.



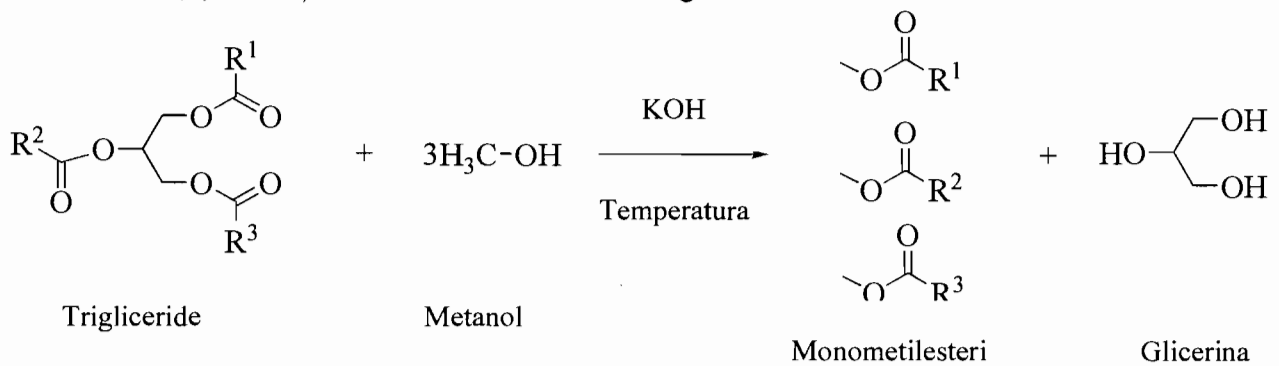
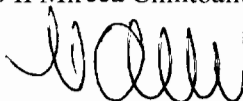
17

## Fig. 1 REACȚIA DE TRANSESTERIFICARE ÎN DOUĂ ETAPE A ULEIULUI DE ALGE

(a) Reacția de transesterificare a acizilor grași liberi în cataliză acidă



(b) Reacția de transesterificare a trigliceridelor în cataliză bazică

**Fig. 2 SCHEMA PROCESULUI TEHNOLOGIC DE OBTINERE BIODIESEL DIN ULEI DE ALGE CU METANOL PRIN TRANSESTERIFICARE ÎN DOUĂ ETAPE: PRETRATAMENT ACID URMAT DE CATALIZĂ BAZICĂ**

