



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

(21) BR 102020021169-2 A2



(22) Data do Depósito: 15/10/2020

(43) Data da Publicação Nacional: 26/04/2022

(54) Título: PROCESSO PARA TRATAMENTO DA ÁGUA RESIDUAL PROVENIENTE DA PRODUÇÃO DE BIODIESEL

(51) Int. Cl.: C02F 1/52; C02F 9/00; C02F 101/32; C02F 103/36.

(52) CPC: C02F 1/5263; C02F 9/00; C02F 2101/32; C02F 2103/365.

(71) Depositante(es): UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO.

(72) Inventor(es): KÁTIA APARECIDA DA SILVA AQUINO; ALICE SABRINA FERREIRA DA SILVA; RÔMULO SIMÕES CEZAR MENEZES.

(57) Resumo: PROCESSO ALTERNATIVO PARA TRATAMENTO DA ÁGUA RESIDUAL PROVENIENTE DA PRODUÇÃO DE BIODIESEL. O processo, objeto desta invenção, tem como base um método alternativo para tratamento e reuso da água proveniente da produção de biodiesel. Durante a etapa de purificação do biodiesel é utilizada água tratada gerando um efluente que apresenta altos teores de contaminantes e de acordo com a legislação vigente não deve ser descartada sem tratamento prévio. A presente invenção apresenta um tratamento alternativo que consiste em quatro etapas, sendo uma delas a base de um resíduo do agronegócio, que juntas removem os principais contaminantes da água deixando-a própria para reuso.



PROCESSO PARA TRATAMENTO DA ÁGUA RESIDUAL PROVENIENTE DA PRODUÇÃO DE BIODIESEL

→ Campo da invenção

1. A presente patente de invenção requisita um processo de tratamento de água residual proveniente da produção de biodiesel que é completamente imprópria para reuso devido à grande quantidade de contaminantes presentes. Especificamente, refere-se à utilização de um método alternativo denominado que consiste em seis etapas apresentadas na Figura 1. Que são caixa de gordura, decantação, correção de pH, coagulação/floculação, sedimentação e filtração. As três etapas iniciais são métodos já estabelecidos e utilizados, partes de domínio público. A inovação encontra-se na quarta etapa onde utilizamos um floculante natural, proveniente da agroindústria, no processo de coagulação/floculação, a farinha do maracujá, uma ação não óbvia e altamente sustentável. A farinha do maracujá é extraída da casca do maracujá e apresentou a mesma ação quando misturada ao sulfato de alumínio, um conhecido coagulante químico. Desta forma, a invenção propõe um processo que faz de forma inovadora o aproveitamento dos resíduos industriais, proporcionando valor agregado ao resíduo e menor impacto socioambiental. As etapas juntas apresentaram um processo com alta capacidade para remoção de impurezas da água proveniente da lavagem de biodiesel, que após o tratamento apresentado nesta invenção, pode ser reutilizada em um novo ciclo de produção de biodiesel ou descartada em pilhas de compostagem sem ocasionar danos ao meio ambiente.

→ Fundamentos da invenção

2. O estudo em torno do tratamento e reuso de água residual tem sido destaque na comunidade científica. Esses tratamentos, em sua maioria, utilizam substâncias inorgânicas como coagulantes químicos, para remoção de materiais em suspensão por meio de processos de coagulação e floculação de águas residuais, como mostra a patente WO 2009 087259 A1, que utiliza sulfato de alumínio e cloreto férrico no processo de clarificação de águas residuais provenientes de indústrias agrícolas, este promove uma limpeza na água, deixando-a apropriada para reuso no sistema ou descarte seguro. Um outro estudo utilizou cloreto de polialumínio no tratamento de águas residuais de aterros sanitários, os resultados apontaram ótimos resultados na remoção de turbidez, estando dentro dos parâmetros pré-estabelecidos para descarte (Zouboulis, 2010). Outros estudos utilizam sulfato de alumínio em conjuntos com goma de semente *Cassia obtusifolia* (Wennie, 2015), quitosana também foi usada no tratamento de água residual proveniente da indústria de biodiesel (Pitakpoolsil e Hunsom, 2013), mostrando resultados satisfatórios quanto à purificação da água residual. Contudo, aplicações do fruto maracujá são verificadas em diferentes ramos da indústria, como nas áreas farmacêutica e médica, conforme patentes WO 2014 117236 A1 e WO 2017 219101 A1, respectivamente. Deste modo, nas fontes pesquisadas, não foram encontrados registros da utilização da farinha do maracujá, *Passiflora edulis*, como floculante natural (coagulação/floculação) ou juntamente com o sulfato de alumínio no processo de tratamento e reuso da água residual proveniente da indústria de biodiesel.

3. A problemática de uso consciente, tratamento e reuso de águas residuais é um tema de preocupação mundial, pois a escassez de água tem sido uma realidade cada vez mais próxima, assim como em outras

áreas como os combustíveis fósseis que apresentam cada vez menos disponibilidade no planeta. A busca por sustentabilidade tem sido uma discussão muito frequente na ciência, principalmente na produção de biocombustíveis, como é o caso do biodiesel. Porém, o que poucas pessoas sabem é que para produzir 1 litro de biodiesel são consumidos aproximadamente de 3 a 10 litros de água, apenas durante o processo de purificação do produto final (Nilva *et al.*, 2017). A água residual de biodiesel (ARB) não pode ser descartada nem reusada sem ser submetida anteriormente a tratamentos, pois a mesma possui diversas impurezas capazes de contaminar severamente solo e lençóis freáticos. Os resultados do tratamento da água residual da lavagem de biodiesel, apresentados neste relatório técnico, apontam que as fases utilizadas no processo, com inovação na fase quatro com farinha do maracujá, é altamente promissora para utilização em larga escala no tratamento de efluentes provenientes da indústria de biodiesel. Os flocculantes naturais podem substituir o uso total ou parcial de coagulantes químicos (CQ), produtos comumente utilizados no tratamento de águas residuais, porém seu uso contínuo pode ocasionar problemas ambientais e de saúde pública, entre eles estão câncer, doenças intestinais e neurológicas. Artigos científicos também relacionam o aumento dos casos de Alzheimer na população ao uso contínuo de CQ. Além dos riscos ambientais causados pelo uso direto desses materiais, outro fator determinante é a quantidade de iodo inorgânico gerado durante a utilização de CQ. Esses problemas poderiam ser amenizados pela substituição de CQ por flocculantes naturais. Nesta invenção, sugerimos o uso de um flocculante natural obtido através de um resíduo orgânico na quarta fase do processo de tratamento da água proveniente da lavagem de biodiesel. Alternativamente, um leve aumento na eficiência do processo foi observado quando foi utilizada uma mistura da farinha do maracujá com o sulfato de alumínio para coagulação/floculação. O uso

do floculante natural pode diminuir a utilização do CQ e com isso acarretar diversos benefícios, dentre eles, utilizar a farinha da casca do maracujá como floculante natural no processo não oferece custos com matéria-prima e principalmente diminui os custos com a compra de CQ e com a destinação desse resíduo que poderia estar contribuindo com a degradação ambiental. O uso de um resíduo para tratamento de um efluente industrial pode revolucionar a forma de tratamento da ARB. Desta forma, uma vasta variedade de coagulantes e floculantes são utilizados industrialmente, na tentativa de reduzir o efeito do uso de CQ e manter a qualidade da água. Todavia, muitos coagulantes utilizados são incompatíveis com aplicações que são voltadas para o reuso da água no processo industrial ou descarte ambientalmente correto. Assim, é importante o estudo de novos floculantes principalmente naturais que sejam menos tóxicos, que reduzam os custos de processo e sejam seguros para o meio ambiente e saúde da população.

→ **Breve descrição dos desenhos**

4. A Figura 1 apresenta o esquema do processo de tratamento da água proveniente da lavagem de biodiesel proposto nesta invenção. O processo consiste em seis etapas distintas.

5. A Figura 2 apresenta a caracterização da água proveniente da lavagem do biodiesel.

6. A Figura 3 apresenta a diminuição de óleos e graxas (OG), DQO e DBO após o efluente passar pelas etapas 1 e 2 do tratamento proposto nesta invenção.

7. A Figura 4 apresenta resultados preliminares para obtenção da melhor concentração do sulfato de alumínio.

8. A Figura 5 apresenta resultados preliminares para obtenção da melhor concentração da farinha da casca de maracujá.

9. A Figura 6 apresenta os resultados comparativos entre os tratamentos realizados utilizando a proporção 30/70 sulfato de alumínio (SA) e farinha da casca do maracujá (FCM) e apenas a FCM na etapa quatro do nosso processo inventivo.

10. A Figura 7 ilustra o RMN¹H do biodiesel após ser lavado com a água tratada no nosso processo inventivo, mostrando que picos relativos a impurezas não foram encontrados.

11. A Figura 8 mostra a qualidade do biodiesel após ser lavado com a água tratada no nosso processo inventivo, mostrando que a qualidade do biodiesel não foi alterada.

12. A Figura 9 mostra os resultados comparativos para a lavagem de biodiesel com diferentes tipos de água.

→ Descrição da invenção

13. Tendo em vista a necessidade do tratamento da água residual proveniente da fabricação de biodiesel, este relatório refere-se a um novo procedimento de tratamento da água residual proveniente da produção de biodiesel. Este método é aplicável à purificação de biodiesel produzido por qualquer rota, seja ela metílica ou etílica, e também se aplica a diversas matérias-primas, sejam elas gorduras vegetal ou animal. Os resultados obtidos mostraram que é possível deixar a água residual proveniente da lavagem do biodiesel (ARB) dentro dos parâmetros estabelecidos pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) para descarte, além de sua viabilidade no reuso em um novo ciclo de fabricação de biodiesel. De modo que, esse invento possui repercussão imediata na indústria de biocombustíveis, especificamente na indústria de biodiesel, por se tratar de um método

alternativo, sustentável e de baixo custo, que não promove aumento no custo final do produto, pelo contrário, pode promover redução de custos com a não compra de coagulantes químicos e diminuição no consumo de água para a indústria de biodiesel.

14. O presente relatório traz evidências de que a utilização de um floculante natural, a farinha de maracujá (não óbvia), no processo de coagulação/floculação (etapa 4), além de retirar impurezas da água residual, seu reuso em um novo ciclo de produção de biodiesel não oferece risco de contaminação ou diminuição da eficiência na sua qualidade, mantendo suas características físico-químicas e contribuindo para a redução do uso de água no processo. Inicialmente a água de lavagem foi caracterizada para definição do tratamento mais eficaz, como podemos observar na Figura 2, a água de lavagem do biodiesel apresenta-se fora das especificações para descarte ambientalmente correto e por esse motivo necessita de tratamento adequado. Após caracterização do efluente foi possível constatar que em todas as análises os valores para metais pesados estão abaixo do indicado pela legislação vigente. O que comprova que nesse tipo de efluente os metais pesados não são os principais contaminantes. Os valores de pH encontram-se muito abaixo dos valores máximos permitidos, sendo necessário correção por procedimento de neutralização. A correção do pH consiste na adição de uma base ou ácido forte. A turbidez também está fora dos parâmetros estabelecidos pela resolução do CONAMA, que são 40 NTU; o valor encontrado foi de 1.500 NTU, valor muito acima do especificado. Assim como os óleos e graxas (OG) também necessitam de tratamento específico. O OG é um dos parâmetros mais importantes, pois segundo a legislação vigente, o valor máximo permitido para descarte de OG é de 50mg/L (CONAMA 430/2011). A água residual encontrada nesse estudo possui 11.661mg/L de OG, um valor muito superior, que torna o efluente ainda mais perigoso. Para tratamento da

água de lavagem oriunda da produção do biodiesel utilizamos um método alternativo, produto desta invenção, composto por seis etapas, como mostra a Figura 1. Na etapa 1 - caixa de gordura, o efluente fica em repouso por aproximadamente 2 h, tempo suficiente para que a parte mais densa nesse caso a água se deposite no fundo do recipiente, já o óleo não emulsionado localizado na parte superior pode ser retirado com o auxílio de pás. Como essa etapa só retira a primeira camada de óleo é necessário a utilização da etapa 2. A etapa 2 consiste do método de decantação, em recipiente de formato cônico o efluente fica em repouso por cerca de 30 minutos a 1 hora. Nestas duas etapas iniciais são retiradas a fração mais grosseira de óleo do efluente, consistindo em uma remoção de OG em 94,1%, como podemos observar na Figura 3. Em seguida na etapa 3, o pH é corrigido utilizando uma solução de NaOH ou HCl (0,1 M) a depender do pH inicial. Nesta etapa é importante que o pH esteja entre 5-8 para que a próxima etapa não sofra nenhum tipo de alteração. O processo de coagulação e floculação, da etapa 4, consiste em utilizar a farinha da casca de maracujá ou sua mistura com sulfato de alumínio (vamos mostrar que os resultados são bem semelhantes) homogenizados na amostra de água de lavagem sob rotação controlada de 1000 rpm. Após a coagulação/floculação da amostra segue a etapa de sedimentação dos flocos gerados (etapa 5), onde a água residual permanece por cerca de 60 min em cones de Imhoff. Na última etapa (6), a mistura sobre o processo de filtração que consiste em reter as partes sólidas residuais, utilizando funis de plástico ou de vidro e papel de filtro qualitativo, gramatura 80g/m² velocidade de filtração norma DIN 53137: 20-25 segundos. Para produção da farinha da casca do maracujá (FCM), foi necessário coletar tais resíduos em residências e em centros de abastecimento público. As cascas do maracujá foram lavadas em água corrente para retirada das impurezas e resíduos de polpa, após lavagem as cascas (compostas de mesocarpo e

epicarpo) foram imersas em água a 100 ° C por 3 min. Seguido de resfriamento em banho de gelo, processo denominado branqueamento. As cascas foram acondicionadas em bandejas de alumínio e secas em estufa com circulação de ar a 65 ° C até obtenção de peso constante. Em seguida, foram trituradas em um macro moinho tipo Willy, e passadas por uma peneira de 0,250 mm. Após trituração, as amostras foram acondicionadas em sacos plásticos e armazenadas sob refrigeração em geladeira, segundo metodologia descrita por Oliveira e colaboradores (2016).

15. Os processos de coagulação e floculação combinados na etapa 4 propiciam a formação de agregados que se depositam no fundo do recipiente sedimentando óleos, graxas e impurezas em geral. O seu uso é comumente empregado em tratamento de águas, especialmente águas oleosas por apresentar alta eficiência para aglomerar e sedimentar colóides e outros. Para esta invenção, foi utilizado o coagulante químico (CQ) mais usual, o sulfato de alumínio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), representado por (SA). Tendo em vista que a água residual proveniente do biodiesel possui características complexas e distintas das demais águas residuais, inicialmente fizemos vários testes com relação às concentrações ótimas tanto de FCM quanto de SA para uso na etapa 4 do processo de purificação. Para isso iniciamos os testes a partir das concentrações de 0,1, 0,3 e 0,6 g.L⁻¹ de sulfato, baseados na literatura para outros tipos de efluentes (Bina *et al.*, 2009; ANASTASAKIS *et al.*, 2009; Marin *et al.*, 2019). De acordo com a Figura 4, a concentração 0,3g.L⁻¹ para o sulfato de alumínio apresentou melhor resultado para modificação dos parâmetros estudados, como destacado na referida Figura. Sendo assim a concentração 0,3 g/L foi adotada como a concentração ideal para o coagulante químico. Após detectar a melhor concentração para o SA foram realizados testes para determinar as melhores concentrações para o floculante natural. A farinha da casca do maracujá (FCM)

utilizada nesse estudo foi testada em 3 concentrações distintas, 1, 2 e 4g/L. Apesar das proporções divergirem significativamente entre si os valores são bastante próximos. O valor de turbidez é relativamente menor na concentração 4g/L, porém o número de sólidos totais cresce consideravelmente devido ao acúmulo de resíduos sólidos proveniente da farinha do maracujá, que em contrapartida apresenta menor índice de turbidez. Apesar disso a concentração escolhida como melhor foi 2g/L, pois apresenta o segundo menor valor de turbidez sem o agravante dos sólidos totais e ainda apresenta menor valor de condutividade elétrica e pH padrão. Além disso, na concentração de 2 g/L a FCM deixa o efluente dentro dos padrões físico químicos requeridos pela legislação. Todas as análises foram realizadas em triplicata para garantir a confiabilidade dos dados. Em seguida iniciamos os testes de proporções das misturas entre SA e FCM com o intuito de diminuir ao máximo a utilização de CQ no tratamento de águas residuais. As proporções utilizadas foram para SA/FMC: 30/70, 50/50 e 70/30. Os resultados, que estão mostrados na Figura 6, mostram que na proporção de 30% de SA e 70% de FCM alcançou uma redução de 99,1% de remoção de turbidez e 97,2% de óleos e graxas. Resultados semelhantes aos encontrados por Lima e colaboradores (2011) em trabalho com efluente oleoso da indústria pesqueira conseguiram remoção de 52% de OG com o auxílio de bactérias. Estudos com águas oleosas da indústria de reciclagem e subprodutos de matadouros constataram uma diminuição de 76,42% usando um biorreator específico para tratamentos de água (Junior Tonhato *et al.*, 2019). Por outro lado, Gonçalves e colaboradores (2017) conseguiram reduzir em 82% o valor de óleos e graxas nas amostras de ALB, após tratamento de coagulação utilizando sulfato de alumínio. Então podemos dizer que para fase quatro da nossa invenção é possível chegar ao mesmo resultado quando é usada a 30/70 (0,3 g/L) de SA/FCM ou a utilização do FCM na

concentração 2g/L, ou seja, utilizando o floculante/coagulante nestas concentrações é suficiente para promover a limpeza do efluente, deixando-o dentro das especificações para reuso e descarte ambientalmente seguro. A vantagem de usar a mistura de SA e FCM é a menor quantidade de matéria orgânica disponível no produto final. Este é um resultado que difere das patentes US 6488835 B1, US 7758742 B2 e US 6719894 B2, que utilizam eletrocoagulação para tratamento de águas residuais. Assim, percebe-se que todas as patentes citadas, tratam de processos comerciais de tratamento de água, processos esses que geram custos altos e demandam muita energia, diferentemente da utilização de um método alternativo sustentável desta invenção que, apesar das etapas 1, 2, 3 já serem conhecidas no estado da técnica, utilizadas para outros tipos de efluente a etapa 4, que utiliza um resíduo orgânico como floculante natural, traz um novo conceito, não óbvio, muito mais sustentável e econômico. Até o momento não foram encontrados registros de outras patentes com o mesmo conceito inventivo.

16. Esta invenção apresenta como concretização um novo processo de purificação da água residual proveniente de produção de biodiesel. O conceito inventivo demonstra a viabilidade econômica, social e ambiental deste tratamento, método alternativo e sustentável. Além disso, permite o seu reuso na lavagem de biodiesel proveniente de um novo ciclo de produção. Análises de ressonância magnética nuclear de prótons (H^1 RMN) e físico-químicas de uma amostra de biodiesel lavado com água tratada segundo o processo descrito nesta invenção (Figura 1) foram realizadas. A Figura 7 mostra o espectro de H^1 RMN do biodiesel lavado com a água tratada segundo nosso método e apresentou todos os picos característicos e nenhum pico que caracterizasse contaminação. A análise físico-química do biodiesel se encontra na Figura 8, comprovando a sua eficiência e qualidade, ou seja, encontra-se dentro dos parâmetros exigidos pela legislação

vigente. O biodiesel analisado possui um rendimento de 93%, valor considerado ótimo pela literatura. O rendimento obtido nesse estudo corrobora com outros estudos da área, que também alcançaram mais de 90% de rendimento, chegando até 96% (Ouanji *et al.*, 2016) e a 90,2% (Reahb *et al.*, 2020). Vale a pena ressaltar que os resultados apresentados pela literatura são de biodiesel lavado com água potável, proveniente do abastecimento local e não com água residual como neste estudo. Uma análise comparativa foi realizada com a qualidade de amostras de biodiesel lavadas com a água proveniente da companhia de abastecimento local e com água proveniente de uma lavagem sem tratamento algum. Os resultados são mostrados na Figura 9. No geral, as amostras lavadas com a água tratada segundo o processo desta invenção e com a água proveniente da companhia de abastecimento local apresentaram comportamentos semelhantes em relação a sua qualidade. Por outro lado, a água sem tratamento nenhum, proveniente de uma lavagem de outra amostra de biodiesel, apresenta resultados insatisfatórios quanto a sua qualidade, mostrando a sua inviabilidade de reuso dentro da própria planta de produção de biodiesel e muito menos para descarte conforme já discutido. Um teste utilizando a água residual da lavagem do biodiesel tratada pelo nosso processo inventivo (apenas a FCM) duas vezes foi realizado. Ao lavar o biodiesel com a água tratada duas vezes (FCM 2), a amostra apresentou diminuição na DBO e DQO, além de aumentar o pH. Porém ao analisar a qualidade do biodiesel foi possível observar que as propriedades qualitativas do biodiesel como estabilidade oxidativa e ponto de fulgor apresentam valores fora dos padrões estabelecidos pela legislação vigente (ANP, 2020), o que inviabiliza seu uso. Esses resultados mostram que tratar e reusar a água de lavagem do biodiesel apenas com 2g/L de farinha da casca do maracujá (FCM 1) já é suficiente para tratá-la e usá-la no processo sem interferir na qualidade do biodiesel produzido, como

mostra a Figura 9. Após tratamento, reuso apenas uma vez em uma planta de biodiesel e novo tratamento, a água poderá ser então descartada de forma ambientalmente segura ou encaminhada para outros fins. Uma alternativa viável é descartar a água tratada conforme nosso processo inventivo em pilhas de compostagem, já que o valor maior de DBO e DQO não é um impedimento, ao contrário, é muito bem-vindo dentro do processo. Todas as análises apresentadas neste relatório técnico indicam a eficiência do uso da farinha da casca de maracujá, misturada ou não ao sulfato de alumínio, no tratamento de água residual proveniente da indústria de biodiesel. O déficit de pesquisas na área torna este relatório ainda mais necessário para que novas pesquisas e formulações na área venham a contribuir com os impactos desta cadeia produtiva ao meio ambiente diminuindo ou substituindo totalmente o uso de coagulantes químicos, por alternativas mais sustentáveis e descartando toda a água gerada no processo de forma segura no meio ambiente.

→ Referências

17. ANASTASAKIS, K.; KALDERIS, D.; DIAMADOPOULOS, E. **Flocculation behavior of mallow and okra mucilage in treating wastewater.** *Desalination*, 249:786-791, 2009.
18. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Site oficial da ANP, disponível em: <<http://www.anp.gov.br/producao-de-biocombustiveis/biodiesel/simp-biodisel>>. Acessado em 26/07/2020.
19. Bina, B. M. H.; Mehdinejad, M.; Kikaeen, H.; Attar, H. M. **Effectiveness of chitosan as natural coagulant aid in treating turbid water.** *Iranian Journal Environmental Health Science and Engineering*, 6:247-252, 2009.

20. Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Resolução Normativa 430, de 13/05/2011**. Dispõe sobre condições e padrões de lançamento de efluentes e complementa a Resolução 357/05.

21. Diaz, A. M.; Canada, M. J. A.; Cordova, M. L. F.; Rubio, G. M.; Regueira, M. P.; Medina, A. R. **Method for the treatment of water originating from the washing of agricultural products**. WO 2009087259 A1, 2009.

22. Gavrel, T. G.; Otto, D. W.; Vinson, I. B. **Processo para eletrocoagulação de fluidos residuais**. US 671984 B2, 2004.

23. Gonçalves, R. B.; Borges Neto, W.; Machado, H. E. A.; Trovó, G. A. **Biodiesel wastewater treatment by coagulation-flocculation: evaluation and optimization of operational parameters**. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 28:800-807, 2017.

24. Junior, T. A.; Morejon, M. F. C.; Hasan, M. D. S. **Study of the operation of a continuous modular bioreactor used for treatment of wastewater from a recycling industry of by-products from slaughterhouses**. *Water, Air & Soil Pollution*, 230:1-22, 2019.

25. Lima, F. K. L.; Rosano, G. H. E.; Pinto, F. M. **Cultivation of *rubrivivax* gelatinous in fish industry effluent for depollution and biomass production**. *World Journal of Microbiology*, 27:2553-2558, 2011.

26. Mansur, C. R. E.; Junior Ricci, E.; Campos, V. E. B.; Senna, J. P. **Nanoemulsão óleo em água e seu processo de produção**. WO 2014117236 A1, 2014.

27. Marin, R. A.; Lopes, C. Y.; Garcia, N. A.; Lória, Z. C. J.; López, D. A. L.; Celorio, S. L. M.; Alvarez, C. J.; Villena, G. E.; Toyos, A. P. **Harvesting *Scenedesmus obliquus* via flocculation of *Moringa olifera* seed extract from urban wastewater: proposal for the integrated use of oil and flocculant**. *Energies*, 12:1-14, 2019.

28. Nilva, R. U.; Polloni, A.; Paliga, M.; Veneral, G. J.; Quadri, B. M.; Oliveira, V. J. **Acidity reduction of enzymatic biodiesel using alkaline washing.** *Renewable Energy*, 113:393-396, 2017.
29. Oliveira, F. C.; Giordani, D.; Gurak, D. P.; Marcdzak, F. D. G. **Extraction of pectin from passion fruit peel using moderate electric field and conventional heating extraction methods.** *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 29:201-208, 2015.
30. Ouanji, F.; Klachani, M.; Boualag, M.; Kacimi, M.; Zeyad, M. **Large-scale biodiesel production from moroccan used frying oil.** *Hydrogen Energy*, 41:21022-21029, 2016.
31. Pitakpoolsil, W.; Hunsom, M. **Adsorption of pollutants from biodiesel wastewater using chitosan flakes.** *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 44:963-971, 2013.
32. Powell, S. W. **Método de eletrocoagulação para líquidos.** US 6488835 B1, 2002.
33. Rehab, M. A.; Marwa, R. E.; Hesham, A. H. **Highly active and stable magnetically recyclable CuFe_2O_4 as a heterogeneous catalyst for efficient conversion of waste frying oil to biodiesel.** *Fuel*, 268, 2020.
34. Vigano, J.; Martinez, J. **Processo de extração sequencial de compostos bioativos.** WO 2017219101 A1, 2017.
35. Wennie, S.; Wu, T. Y.; Chai, S. P. **An application of response surface methodology for optimizing coagulation process of raw industrial effluent using *Cassia obtusifolia* seed gum together with alum.** *Industrial Crops and Products*, 70:107-115, 2015.
36. Zouboulis, A. L.; Tzoupanos, N. **Alternative cost-effective preparation method of polyaluminium chloride (PAC) coagulant agent: characterization and comparative application for water, wastewater treatment.** *Desalination*, 250:339-344, 2010.

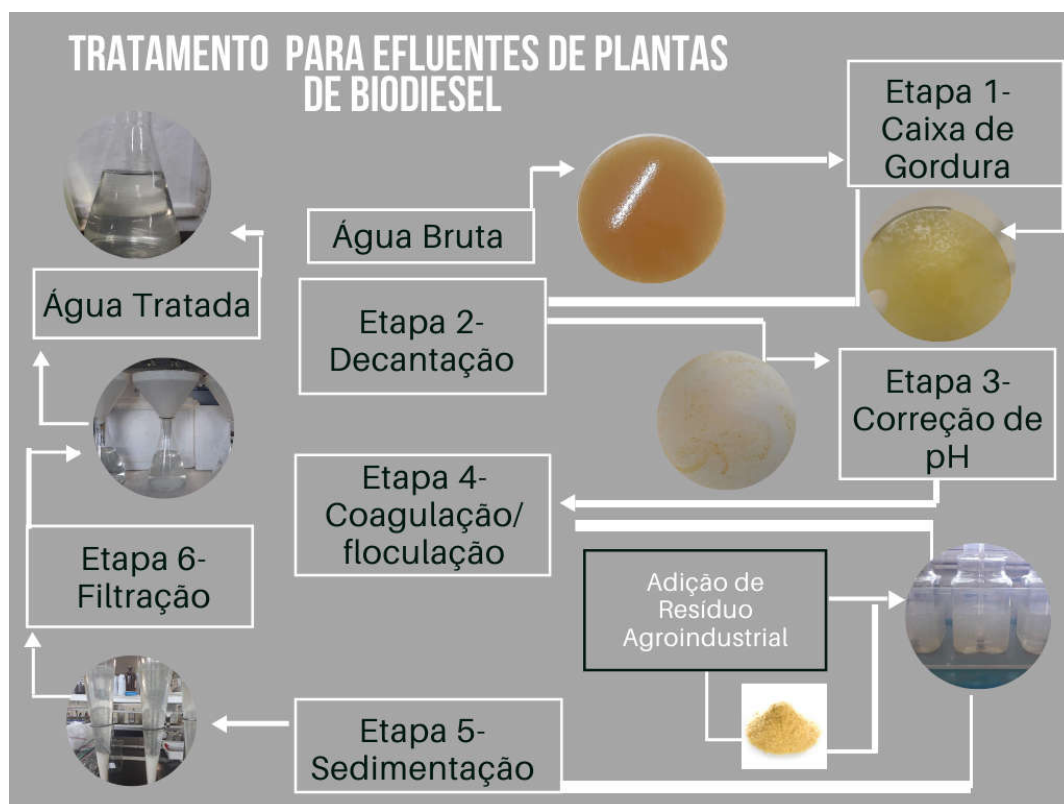
REIVINDICAÇÕES

1) Método de purificação da água proveniente da lavagem de biodiesel, **caracterizado pelo** fato de que compreende as seguintes etapas sequenciais: a) a água passa pela caixa de gordura, nesta etapa, o efluente fica em repouso por aproximadamente 2 horas, tempo suficiente para que a parte mais densa, nesse caso a água, se deposite no fundo do recipiente, já o óleo não emulsionado, localizado na parte superior, pode ser retirado com o auxílio de pás; b) o produto da etapa A sofre separação pelo processo de decantação que pode ser em grandes filtros de decantação tanto de vidro como de material plástico por um período de 30 minutos a 1 hora; c) o produto sobrenadante da etapa B passa por um processo de ajuste de pH para que permaneça na faixa entre 5-9 utilizando uma solução (0,1 M) de um ácido ou uma base forte a depender do pH inicial; d) o produto da etapa C sofre um processo de coagulação/floculação através do uso de 2g farinha (para cada 1 litro de água a ser tratada) proveniente da casca do maracujá, *Passiflora edulis*, obtida após secagem em estufa com circulação de ar a 65°C até peso constante, trituradas em macro moinho, peneiradas em peneira de 0,250 mm e armazenadas em refrigerador a 18°C, sendo que a água é misturada com o coagulante/floculante sob rotação controlada que pode ser de até 1000 rpm; e) o produto da etapa D sofre sedimentação dos flocos gerados por 1 hora; f) filtração com filtro qualitativo e filtros de vidro ou plástico para obtenção da água tratada.

2) Método de purificação da água proveniente da lavagem de biodiesel, de acordo com a Reivindicação 1, **caracterizado pela** substituição da farinha proveniente da casca do maracujá, na etapa D, por uma mistura composta por sulfato de alumínio e farinha proveniente da casca do maracujá na proporção de 30/70 (m/m) para obtenção da concentração final de 0,3 g/L.

FIGURAS

Figura 1



Etapas para o tratamento para efluente proveniente da lavagem de biodiesel

Figura 2

Parâmetros	Valores	Valor de referência
pH	2,5	5 a 9
Turbidez (NTU)	1500	40
Condutividade Elétrica (mS/cm)	11,9	**
DQO (mg O ₂ L ⁻¹)	121.048	**
DBO (mg O ₂ L ⁻¹)	13.366	120
OG (mg L ⁻¹)	11.661	50
Sólidos Totais (mg L ⁻¹)	***	**
Sólidos S. Totais (mg L ⁻¹)	80	**
Sólidos S. Voláteis (mg L ⁻¹)	0	**
Sólidos S. Fixos (mg L ⁻¹)	80	**
Sólidos Sedimentáveis (mg L ⁻¹)	<0,1	1,0
Ferro (mg L ⁻¹)	4,8	15,0
Cobre (mg L ⁻¹)	0,3	1,0
Cádmio (mg L ⁻¹)	<0,1	0,2
Chumbo (mg L ⁻¹)	0,4	0,5
Zinco (mg L ⁻¹)	0,3	5,0

Caracterização da água residual de biodiesel

Figura 3

Parâmetros	Valores iniciais	Valores após tratamento etapas 1 e 2	Valores de referência
DQO (mg O ₂ L ⁻¹)	121.048	59.779	**
DBO (mg O ₂ L ⁻¹)	13.366	25.880	120
OG (mg L ⁻¹)	11.661	682,4	50
Valores após o tratamento da água residual de biodiesel após as etapas 1 e 2			

Figura 4

Variáveis	Tratamentos			p
	Sulfato de Alumínio			
	0,1 (g/L)	0,3 (g/L)	0,6 (g/L)	
Turbidez	8,9 a	5,3 b	2,2 c	<0,0001
Condutividade elétrica	7,1 a	7,1 a	7,2 a	0,1573
pH	6,5 a	4,9 b	4,6 c	<0,0001
Sólidos totais	0 c	20,6 a	19,0 b	<0,0001
Concentrações estudadas para o coagulante químico sulfato de alumínio				

Figura 5

Variáveis	Tratamentos/Maracujá			p	CV (%)
	1 (g/L)	2 (g/L)	4 (g/L)		
Turbidez	30,9 b	30,0a	23,6 c	<0,0001	1,87
Condutividade elétrica	7,6 a	6,6 b	7,8 a	<0,0001	2,82
pH	6,8 a	6,7 b	5,2 c	<0,0001	0,53
Sólidos totais	3,6 c	7,6 b	25,6 a	<0,0001	4,68

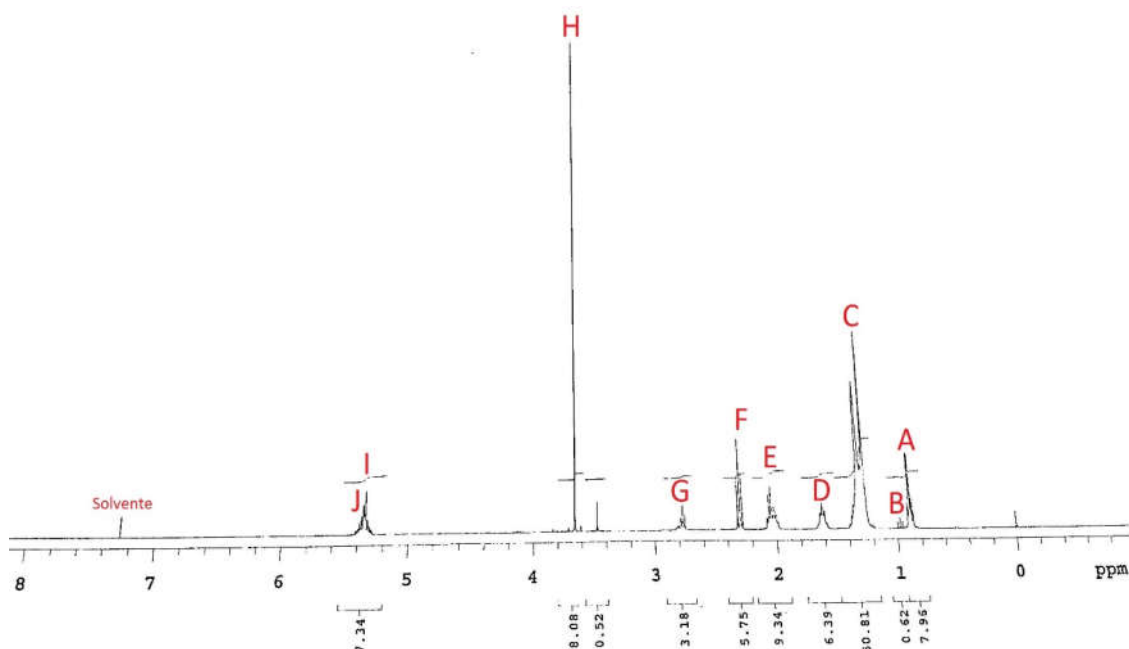
Concentrações estudadas para floculante natural a Farinha da Casca do Maracujá (FCM)

Figura 6

Tratamento	Proporção	Variáveis		
		Turbidez	Condutividade	Sólidos
SA/FMC	30/70	0,54 c	6,9 c	19,3 a
SA/FMC	50/50	0,39 c	6,9 c	7,6 d
SA/FMC	70/30	0,17 c	6,7 cd	18,3 a
FCM	2g/L	30,9 b	6,6 cd	7,6 d
Água de abastecimento local	Controle	0,02c	0,250 e	-
Água sem tratamento	-	250 a	28 a	-
p	--	<0,0001	0,0004	<0,0001
CV (%)	--	7,04	2,18	6,13

Comparação entre os tratamentos realizados utilizando a proporção 30/70 sulfato de alumínio (SA) e farinha da casca do maracujá (FCM) e apenas a FCM. As letras indicam as comparações estatísticas pelo teste T-student.

Figura 7



Resultados do RMN do biodiesel após lavagens com água residual tratada pelo processo apresentado nesta invenção

Figura 8

Variáveis	Métodos de Análise	
	Físico Química	
	Valores obtidos	Valores de referência (ANP, 2020)
Massa específica	884,7 KG/m ³	850 a 900 KG/m ³
Corrosividade ao cobre	1	1
Estabilidade oxidativa	12,7h	Mín. 12h
Viscosidade	4,1 mm ² /s	3,0 a 6,0mm ² /s
Índice de acidez	0,37 KOH/g	0,5 KOH/g
Rendimento (%)	93%	-

Análises do biodiesel lavado com água residual após tratamento desta invenção

Figura 9

Parâmetros	Água (Companhia de abastecimento)	Água sem tratamento	SA/FCM (30/70)	FCM 1	FCM 2	Valores de referência
pH	5,0	2,5	5,0	5,0	7,0	5 a 9
DQO (mg de O ₂ /L)	3.92	121.04	97.54	103.61	21.46	-
DBO (mg de O ₂ /L)	< 5	13.366	31.95	46.32	8.20	120
OG (mg/L)	*	11,661	23,4	29,2	6,3	50
Turbidez (NTU)	0,02	1.500	0,54	30,9	32,0	40

Resultados comparativos para a lavagem de biodiesel com diferentes
tipos de água

RESUMO**PROCESSO PARA TRATAMENTO DA ÁGUA RESIDUAL PROVENIENTE DA
PRODUÇÃO DE BIODIESEL**

O processo, objeto desta invenção, tem como base um método alternativo para tratamento e reuso da água proveniente da produção de biodiesel. Durante a etapa de purificação do biodiesel é utilizada água tratada gerando um efluente que apresenta altos teores de contaminantes e de acordo com a legislação vigente não deve ser descartada sem tratamento prévio. A presente invenção apresenta um tratamento alternativo que consiste em quatro etapas, sendo uma delas a base de um resíduo do agronegócio, que juntas removem os principais contaminantes da água deixando-a própria para reuso.