



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 1104468-3

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 1104468-3

(22) Data do Depósito: 21/09/2011

(43) Data da Publicação Nacional: 13/08/2013

(51) Classificação Internacional: G06F 19/00.

(54) Título: PROCESSO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL E INSTRUMENTO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL

(73) Titular: UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAIBA. CGC/CPF: 12671814000137. Endereço: AV DAS BARAUNAS 351, BODOCONGÓ, CAMPINA GRANDE, PB, BRASIL(BR), 58429-500; EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA EMBRAPA. CGC/CPF: 00348003000110. Endereço: Parque Estação Biológica - PqEB, Plano Piloto, Brasília, DF, BRASIL(BR), 70770901

(72) Inventor: JOSÉ GERMANO VÉRAS NETO; ADENILTON CAMILO DA SILVA; ADIANO DE ARAÚJO GOMES; ANNA LUIZA BIZERRA DE BRITO; EVERALDO PAULO DE MEDEIROS; POLLYNE BORBOREMA ALMEIDA DE LIMA.

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 21/09/2011, observadas as condições legais

Expedida em: 07/06/2022

Assinado digitalmente por:

Alexandre Dantas Rodrigues

Diretor Substituto de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

"PROCESSO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL E INSTRUMENTO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL"

- [001] A presente invenção tem por objeto um método para classificação de biodiesel a partir da matéria-prima e o instrumento para essa classificação, pertencente ao campo dos equipamentos científicos, de uso mais precisamente na análise do biodiesel para a verificação da sua fonte vegetal.
- [002] Tem-se, portanto, no pedido de patente em questão, um processo e instrumento, especialmente projetado e desenvolvido para obter enorme praticidade e que traz grandes vantagens, tanto em sua utilização como em sua fabricação.
- [003] É ainda, objetivo do presente pedido, apresentar um processo para classificação de biodiesel e o instrumento para classificação de biodiesel com baixos custos para sua exequibilidade industrial, porém aliado aos requisitos de robustez, segurança e praticidade utilitária, oferecendo assim ao público consumidor, um inédito equipamento no mercado de instrumentos científicos, que oferece inúmeras possibilidades e benefícios a seus usuários, tornando-se um instrumento de grande aceitação no mercado consumidor.
- [004] Como é de conhecimento técnico a pesquisa sobre biodiesel vem crescendo continuamente nos últimos tempos, motivado pelos aspectos ambientais e político-estratégicos envolvidos na substituição, parcial ou total, do diesel combustível proveniente do petróleo, que é uma fonte energética esgotável e com maiores reservas em países com instabilidade política e social. Estes estudos passam pela obtenção de matérias-primas adequadas e politicamente estratégicas, pela produção por rotas economicamente viáveis e ambientalmente corretas, pelos aspectos econômicos e mercadológicos de viabilização comercial e pela logística de atendimento das demandas de consumo.
- [005] Entretanto, da mesma forma que os estudos e a própria produção cresce em todo o mundo, também surge a necessidade de um forte programa de controle de qualidade deste biocombustível, em atendimento aos requisitos técnicos impostos pelos órgãos fiscalizadores e pelo mercado.

- [006] Dentre os aspectos impostos pelos órgãos fiscalizadores, existentes devido aos fortes subsídios patrocinados, existem os requisitos técnicos, barreiras técnicas, associados com a qualidade propriamente dita do biodiesel, e as barreiras não tarifárias, que possuem fins protecionistas, em que se destaca a política do governo alemão, que permite apenas a produção e comercialização de biodiesel proveniente da colza, em detrimento de outras matérias-primas tais como a soja, algodão e girassol.
- [007] Entretanto, apesar de diversos países restringirem os subsídios estarem associados a definidas matérias-primas, não existe no mercado mundial um instrumento que permita classificar o biodiesel por matéria-prima através de técnica não invasiva e não destrutiva e que permita obtenção de resultado em menos de um minuto, com instrumento portátil e micro controlado.
- [008] Para atender a necessidade de classificação da natureza do biodiesel desenvolveu-se o objeto da presente patente, idealizando um processo e instrumento para classificação de biodiesel em que nem só as qualidades mecânicas e funcionais foram consideradas no projeto de sua fabricação, mas também a forma, a disposição e a localização de suas partes e componentes que, corretamente posicionadas, trouxeram um aumento de eficiência sem acarretar ônus algum.
- [009] Assim, a presente patente foi projetada visando obter um processo e instrumento de análise do biodiesel com menor número de peças possível, convenientemente configuradas e arranjadas para permitir que o processo e instrumento para classificação de biodiesel desempenhe suas funções com eficiência e versatilidade inigualáveis, sem os inconvenientes já mencionados.
- [010] Apresenta-se no presente pedido de patente, um processo e um prático instrumento para classificação de biodiesel com todas as qualidades estéticas e funcionais, projetado e desenvolvido segundo as mais modernas técnicas, possibilitando dessa maneira, a sua utilização imediata no mercado europeu, principalmente, na Alemanha, que já mantém uma forte política de embargar a entrada de biodiesel que não seja da fonte vegetal delimitada, com garantia da procedência do produto.

[011] Entretanto, o mercado mundial, com o avanço da produção mundial também necessitará de tecnologias deste porte para implementar políticas tarifárias e não tarifárias para entrada em seus mercados consumidores.

[012] O objeto da presente patente, compreende um processo e um instrumento portátil para classificação de biodiesel, utilizando micro controlador para controle do processo, aquisição e tratamento dos dados e apresentação dos resultados, e utilização de faixa de radiação do visível ou do Infra Vermelho Próximo.

[013] É de se compreender assim que o processo e o instrumento em questão são extremamente simples em sua construtividade, sendo, portanto, de fácil exequibilidade, porém, são obtidos excelentes resultados práticos e funcionais, oferecendo um instrumento inovador sobre os modelos conhecidos.

[014] Idealizado com desenho inovador, resulta em um conjunto harmônico, de aspecto bastante peculiar e, sobretudo característico, sendo que, além do aspecto construtivo, o instrumento destaca-se pela sua versatilidade e comodidade de utilização.

[015] A seguir, para melhor entendimento e compreensão de como se constitui o "PROCESSO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL E INSTRUMENTO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL", que aqui se pleiteia, apresentam-se os gráficos em anexo, onde se vê:

A FIG. 1 – Média dos espectros das amostras de biodiesel de algodão, canola, girassol e soja, na região do infravermelho próximo.

A FIG. 2 – Média dos espectros pré-processados das amostras de biodiesel, na região do infravermelho próximo.

A FIG. 3 – Gráfico de escores PC1 x PC2 para o conjunto completo das amostras de biodiesel; onde ● = algodão; * = soja; ▲ = girassol; ■ = canola, na região do infravermelho próximo.

A FIG. 4 – Gráfico de "Coomans SIMCA" dos modelos de biodiesel de soja e algodão para o conjunto de teste, na região do infravermelho próximo.

A FIG. 5 – Média dos espectros das amostras de biodiesel de algodão, girassol e soja para a região do visível.

A FIG. 6 – Média dos espectros pré- processados das amostras de biodiesel para a região do visível.

A FIG. 7 – Gráfico de escores PC1 X PC2 X PC3 para o conjunto completo das amostras de biodiesel para a região do visível; onde ● = soja; ▲ = girassol; ■ = algodão.

A FIG. 8 – Gráfico de "Coomans SIMCA" dos modelos de biodiesel de algodão, girassol e soja para o conjunto de teste para a região do visível.

[016] De conformidade com o quanto ilustram as figuras acima relacionadas, que referem-se ao processo e instrumento para a classificação de biodiesel a partir da matéria prima.

[017] Exemplo 01. O espectro de refletância difusa de cada amostra do conjunto de classificação na região do infravermelho próximo, na faixa de 5.000 a 4.500 cm^{-1} , e região do visível, na faixa de 405 a 500 nm, foi medido em triplicata. Os espectros de cada urna das amostras foram tratados usando a primeira derivada com pontos ajustados por um polinômio de segunda ordem e janela de pontos pelo algoritmo Savitzky-Golay. As médias dos espectros de amostras de biodiesel são mostradas nas figuras 1 e 5, nas regiões das faixas espectrais de trabalho. Percebe-se uma forte sobreposição espectral das amostras de cada grupo de biodiesel nas duas regiões.

[018] Nas figuras 2 e 6 são visualizados os gráficos dos dados tratados pela primeira derivada com pontos ajustados por um polinômio de segunda ordem e janela de 21 pontos pelo algoritmo Savitzky-Golay. Este tratamento permite realçar as informações relevantes dos grupos de amostras.

[019] Exemplo 02. Análise de Análise de Componente Principal (PCA) Em seguida foi desenvolvida a análise por componentes principais das amostras para construção do modelo de classificação para cada um dos grupos (soja, algodão, girassol e canola), utilizando duas PCs para a região do infravermelho próximo e três PCs para a região do visível, com confiança estatística de 95%. O modelo foi testado utilizando validação cruzada "leave-one-out", Construído o modelo de classificação para cada grupo de biodiesel por matéria-prima, faz-se a medida em triplicata de amostras e verifica-se a distância da amostra em relação aos grupos formados.

A distância da amostra em relação ao grupo é computada pela raiz quadrada da variância residual da amostra comparado à variância residual do grupo pelo teste F de Snedecor, pelos graus de liberdade, igual ao número de medidas menos um para cada uma das variâncias. Na figura 3 é apresentado o gráfico de PC1 por PC2 para as amostras de biodiesel estudadas, com 93% e 6% de variância explicada, demonstrando que são formados quatro agrupamentos das amostras de biodiesel. Este resultado permite averiguar a possibilidade de classificação das amostras de biodiesel pelo procedimento desenvolvido. PC1 separa o biodiesel de algodão do biodiesel de soja. A diferença entre os dois biodiesel é a presença dos ésteres dos ácidos graxos linolênico, eicosanoico e eicosanoico no óleo de soja. PC2 pode separar as amostras de biodiesel de canola, girassol e algodão/soja. A diferença está na proporção dos ésteres dos ácidos graxos oléico e linoléico nas amostras de soja e de girassol e linoléico na soja/ algodão.

[020] Na figura 7 é apresentado o gráfico de PC1 X PC2 X PC3 para as amostras de biodiesel estudadas, com 80%, 15% e 3% de variância explicada, demonstrando que são formados três agrupamentos das amostras de biodiesel. Este resultado permite averiguar a possibilidade de classificação das amostras de biodiesel pelo procedimento desenvolvido.

[021] O conjunto de classificação para cada um dos grupos de biodiesel foi baseado em 21 medidas espectrais. O conjunto de teste foi constituído de seis espectros para cada tipo de biodiesel. Foi verificado que em todos os casos, as amostras do conjunto foram classificadas corretamente, sem erros de tipo I ou de tipo II. Como exemplo da separação de classe, o gráfico de Coomans a 95 % de nível de confiança, que mostram a distância ortogonal das amostras do conjunto de teste do modelo de biodiesel de algodão pelo biodiesel de girassol, são apresentadas na figura 4. Resultados similares são obtidos com os outros gráficos de Coomans. Nos gráficos S_i/S_0 vs H_i dos modelos SIMCA para as amostras de biodiesel na região do visível, Figura 8, é possível verificar as distâncias ortogonais das amostras dos conjuntos de teste, indicando os limites para classificação dentro de cada classe, a 95 % de confiança estatística.

Os gráficos mostram os dois limites utilizados para classificar uma amostra a um dado modelo, em que S_i/S_0 é a distância relativa de amostras ao modelo por meio do desvio padrão residual e o leverage (H_i) é a distância da nova amostra ao centro do modelo, que indica o nível de influência da amostra no modelo.

[022] Nesta descrição é proposto um instrumento para classificação de biodiesel a partir da matéria-prima, óleo, de origem. O protocolo de tratamento dos dados é baseado em modelagem quimiométrica, conduzida por espectroscopia NIR ou visível. Os resultados de PCA mostram a formação de distintos grupamentos para cada tipo de biodiesel, demonstrando que o grupo de canola difere consideravelmente dos demais. Também foi mostrado nos modelos SIMCA para classificação das amostras de biodiesel baseado nos óleos de origem não possuem erros do tipo I ou do tipo II.

[023] Os componentes do instrumento, fonte de radiação, foto transdutor, recipiente para acondicionar cubeta, display de cristal líquido, botões, são encontrados comercialmente. O circuito eletrônico desenvolvido permite converter proporcionalmente a radiação eletromagnética na região de trabalho em fluxo de elétrons no tempo, corrente elétrica, que por sua vez é transformada em diferença de potencial (ddp). Esta ddp é filtrada em termos de ruídos de alta e baixa frequência, e amplificada para trabalhar em toda a faixa permitida do micro controlador, 0 a 5 V.

[024] Todo o controle do instrumento, tratamento dos dados ocorre com o controle do micro controlador, circuito integrado que atua como memória RAM, possibilitando gravar programa computacional. O sinal purificado e amplificado pode ser lido no display de cristal líquido que apresenta os resultados, sendo utilizando como interface do instrumento com o analista. O instrumento pode ser alimentado eletricamente pela rede elétrica ou por meio de baterias, permitindo sua portabilidade para trabalhos in situ.

[025] Os resultados apresentam-se promissores para transferência de tecnologia para empresas de construção de instrumentos analíticos, mesmo de baixo custo, associadas a desenvolvedores de programas computacionais e empresas de design. Este instrumento pode ter utilização imediata no mercado europeu, principalmente na Alemanha, que já mantém uma forte política de embargar a entrada de biodiesel que não seja da fonte vegetal delimitada, com garantia da procedência do produto.

Entretanto, o mercado mundial, com o avanço da produção mundial também necessitará de tecnologias deste porte para implementar políticas tarifárias e não tarifárias para entrada em seus mercados consumidores.

[026] Pode-se assim, constatar através do exposto que o "PROCESSO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL E INSTRUMENTO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL" processo e instrumento de grande utilidade, apresentando todas as qualidades práticas e de funcionalidade que justificam plenamente o pedido de patente de privilégio de invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. "PROCESSO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL", **caracterizado por** ser um método que utiliza o espectro de reflectância difusa de cada amostra do conjunto de classificação na região do infravermelho próximo, em uma faixa que compreende de 5.000 a 4.500 cm^{-1} , sendo medido em triplicata; os espectros de cada uma das amostras são tratados usando a primeira derivada com pontos ajustados por um polinômio de segunda ordem e janela de 21 pontos pelo algoritmo Savitzky-Golay; seguida da análise por componentes principais das amostras para construção do modelo de classificação de cada amostra, utilizando duas "PCs", com confiança estatística de 95 %; o modelo é testado utilizando validação cruzada "leave-one-out", construído o modelo de classificação para cada grupo de biodiesel por matéria-prima, faz-se a medida em triplicata de amostras e verifica-se a distância da amostra em relação aos grupos formados; a distância da amostra em relação ao grupo é computada pela raiz quadrada da variância residual da amostra comparado à variância residual do grupo pelo teste F de Snedecor, pelos graus de liberdade, igual ao número de medidas menos um para cada uma das variâncias;

2. "INSTRUMENTO PARA CLASSIFICAÇÃO DE BIODIESEL", **caracterizado por** ser constituído a partir de uma fonte de radiação, fototransdutor, recipiente para acondicionar cubeta, display de cristal líquido, botões, encontrados comercialmente e um circuito eletrônico, que permite converter proporcionalmente a radiação eletromagnética na região de trabalho em fluxo de elétrons no tempo, corrente elétrica, que por sua vez é transformada em diferença de potencial (ddp) que é filtrada em termos de ruídos de alta e baixa frequência, e amplificada para trabalhar em toda a faixa permitida do micro controlador, de 0 a 5 V;

todo o controle do instrumento, tratamento dos dados ocorre com o controle do micro controlador, circuito integrado que atua como memória "RAM", possibilitando gravar programa computacional; o sinal purificado e amplificado pode ser lido no display de cristal líquido que apresenta os resultados, sendo utilizando como interface do instrumento com o analista; o instrumento pode ser alimentado eletricamente pela rede elétrica ou por meio de baterias.

FIGURAS

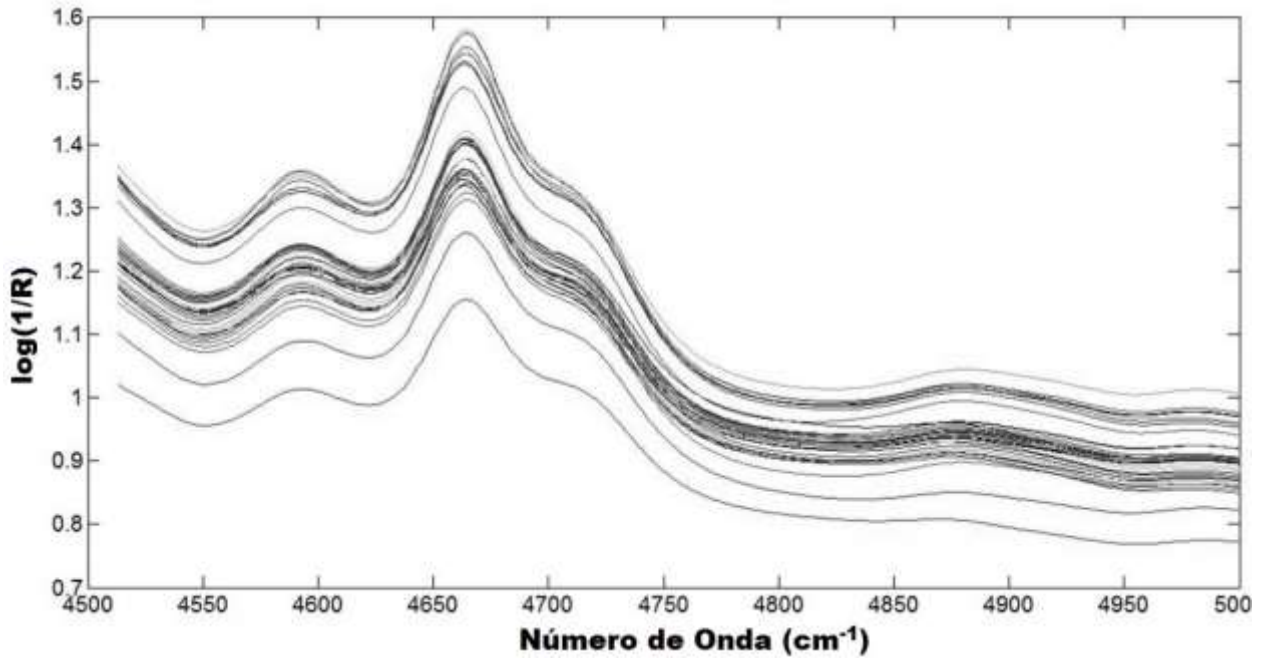


Figura 1

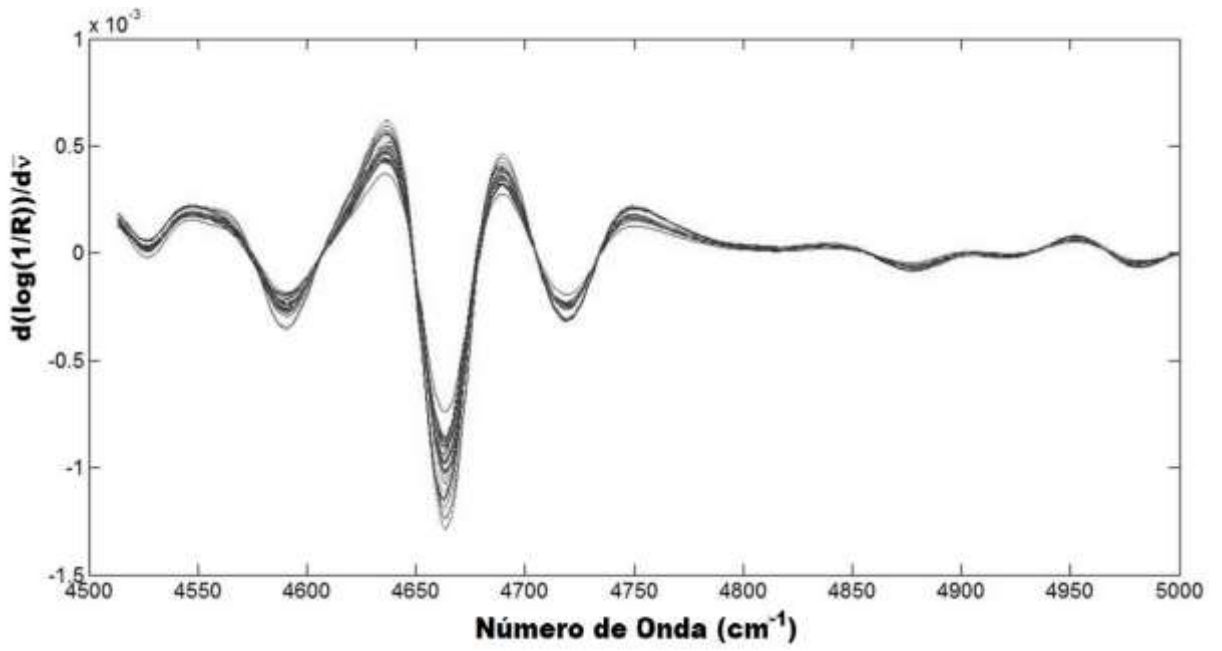


Figura 2

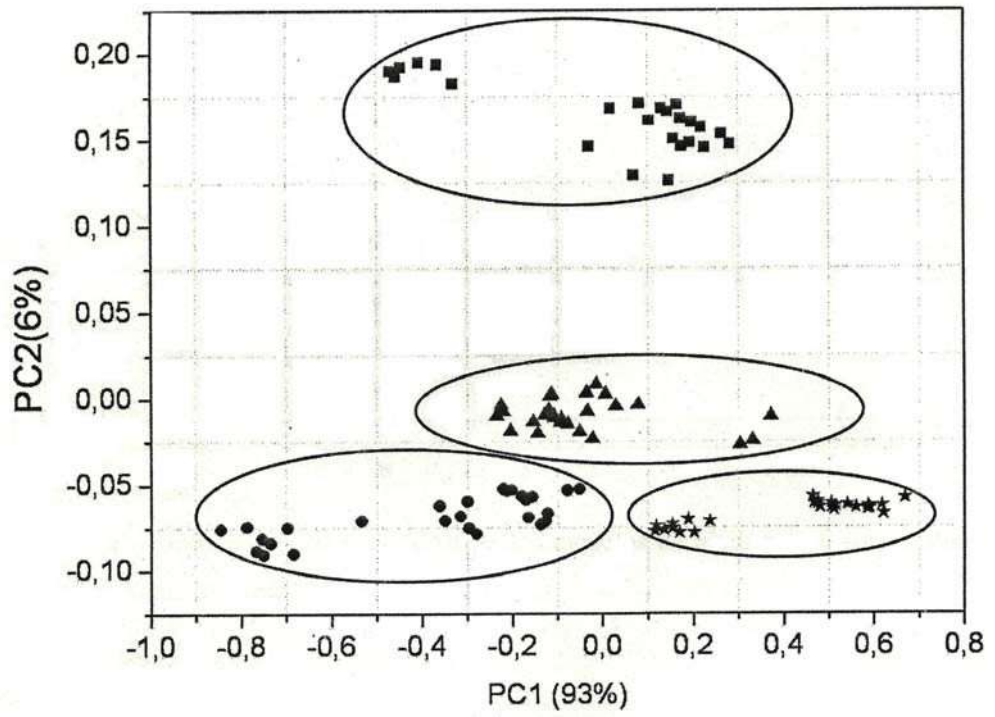


Figura 3

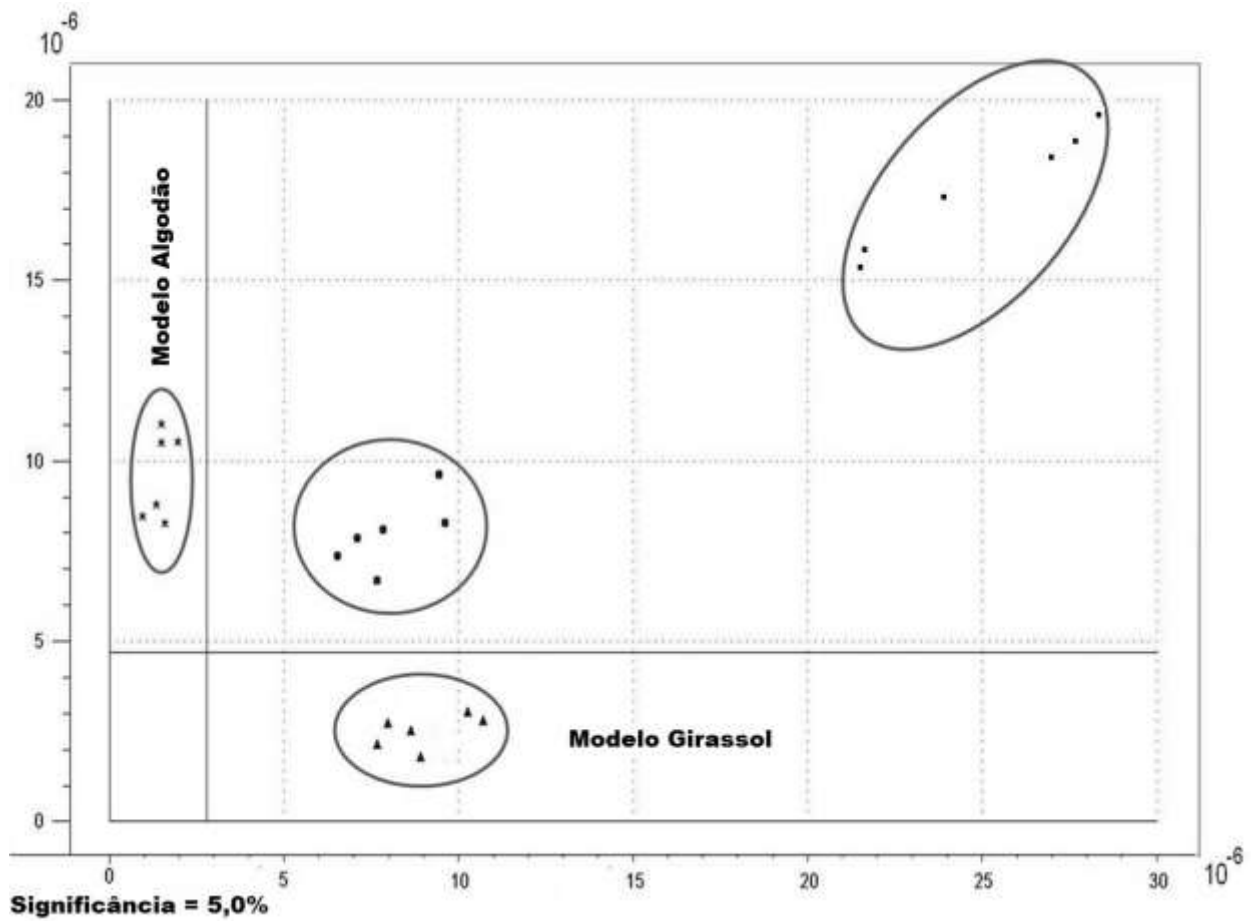


Figura 4

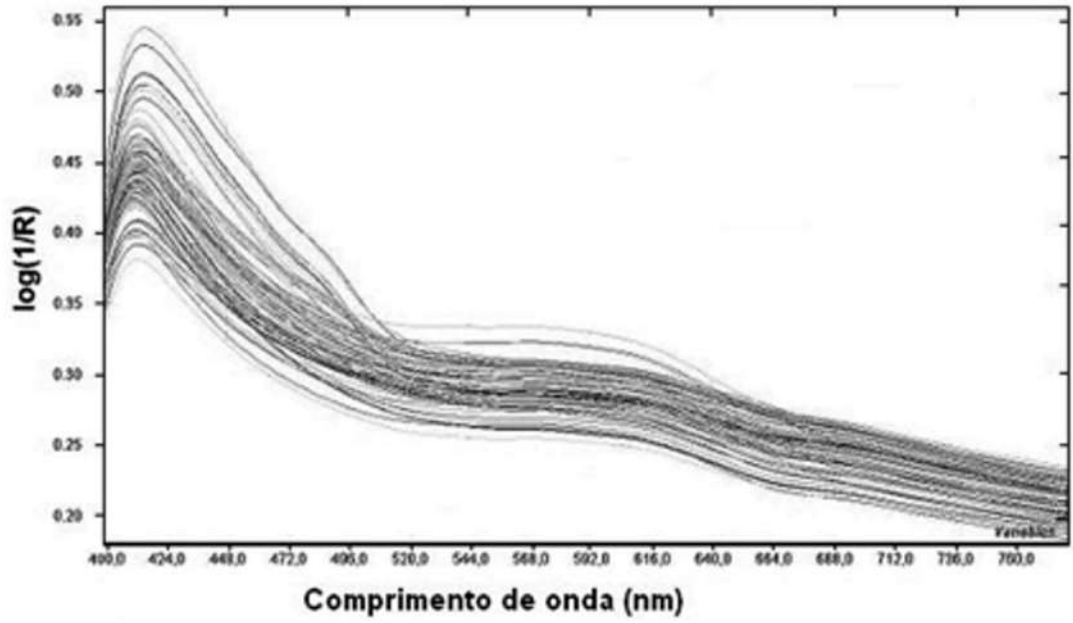


Figura 5

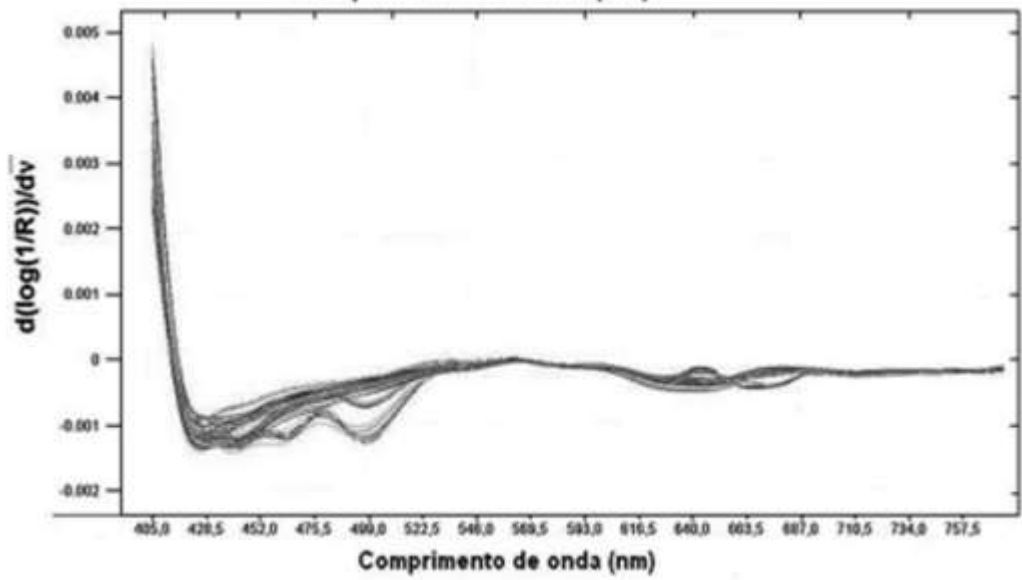


Figura 6

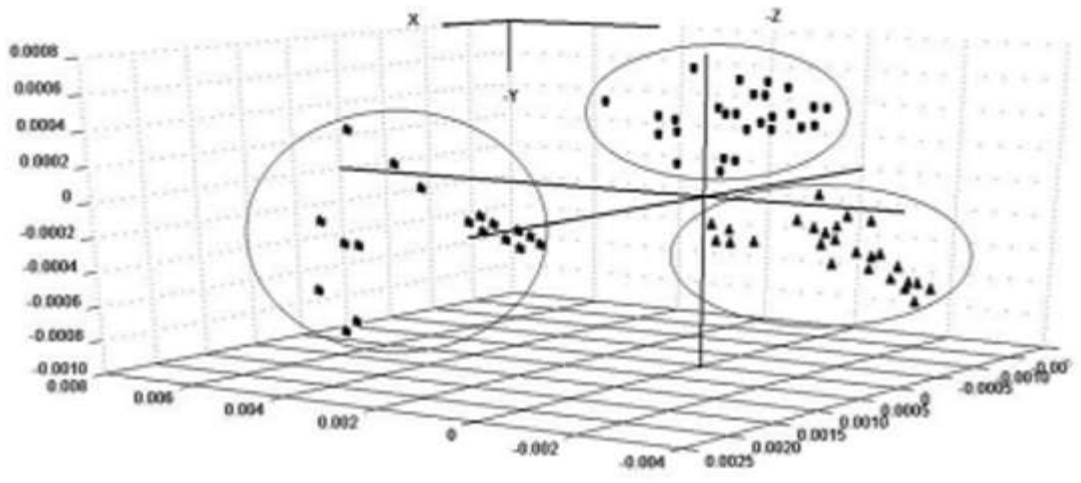


Figura 7

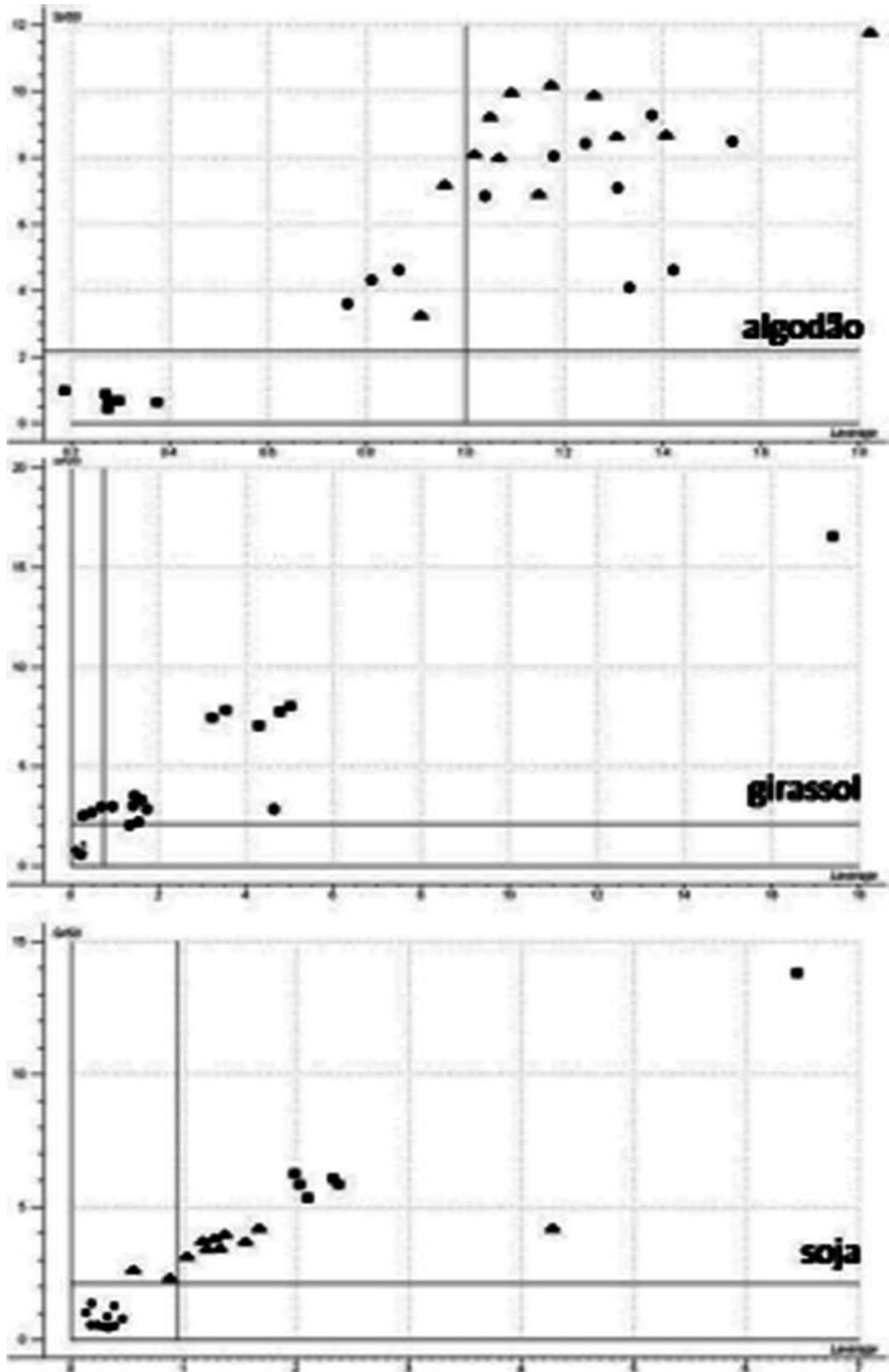


Figura 8