



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA AMBIENTAL

**OBTENCIÓN DE BIODIESEL POR TRANSESTERIFICACIÓN A
PARTIR DE ACEITES DE COCINA USADOS CON UN
CATALIZADOR REGENERADO**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERO AMBIENTAL

AUTOR: BRYAN STEVEN ANRANGO MATANGO

DIRECTOR: Ing. PAÚL GUSTAVO PALMAY PAREDES PhD.

Riobamba – Ecuador

2023

© 2023, Bryan Steven Anrango Matango

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Bryan Steven Anrango Matango, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 26 de junio de 2023

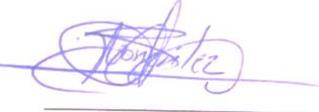


Bryan Steven Anrango Matango

C.I. 100422816-7

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA AMBIENTAL

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; tipo: Proyecto de Investigación, **OBTENCIÓN DE BIODIESEL POR TRANSESTERIFICACIÓN A PARTIR DE ACEITES DE COCINA USADOS CON UN CATALIZADOR REGENERADO**, realizado por el señor: **BRYAN STEVEN ANRANGO MATANGO**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Ing. María Fernanda Rivera Velásquez, PhD. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2023-06-26
Ing. Paúl Gustavo Palmay Paredes, PhD. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-06-26
Ing. Juan Carlos Gonzales García, MSc. ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-06-26

DEDICATORIA

El presente trabajo se lo dedico a Dios y mi familia por todo sus esfuerzos con lo cual llegue a culminar una gran etapa en mi vida, a mi padre Cecilio Anrango quien supo apoyarme y motivarme para culminar mis estudios y mi madre Zoila Matango quien supo aconsejarme y apoyarme, me demostró que con esfuerzo si se puede conseguir por lo que uno sueña, a mis hermanos Jonathan y Abigail por el apoyo incondicional que siempre me dieron durante la culminación de mi carrera, a mi prima Mirian que me ha apoyado desde mis estudios de secundaria, y todos mis familiares quienes me apoyaron mis tíos y primos, y sobre todo a mis amigos que hice en el transcurso de la etapa universitaria, que sin su apoyo incondicional no habría sido posible esta meta.

Bryan

AGRADECIMIENTO

Quiero agradecer a Dios y a mi familia por la culminación de una etapa en mi vida, a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo a esta institución la cual no solo me a brindado conocimientos para mi vida como profesional, sino también por todas las experiencias que he vivido con mi familia y amigos, agradezco en especial a Pedro mi gran amigo que supo estar en todo momento desde el inicio de la carrera, al ingeniero Paúl Palmay por el apoyo en la culminación de este trabajo y a todos los técnicos de los laboratorios de la ESPOCH quienes me brindaron su ayuda.

Bryan

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xii
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY.....	xiv
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	2
1.1. Planteamiento del problema.....	2
1.2. Objetivos.....	3
1.2.1. <i>General</i>	3
1.2.2. <i>Específicos</i>	3
1.3. Justificación.....	3
1.4. Hipótesis o pregunta de investigación.....	4

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	5
2.1. Antecedentes.....	5
2.2. Gestión de residuos con fin energético.....	6
2.3. Gestión de residuos de aceites de cocina usados.....	6
2.4. Aceites vegetales.....	7
2.5. Obtención de aceites vegetales.....	8
2.6. Características de aceites comestibles.....	8
2.7. Composición de aceites vegetales.....	9
2.7.1. <i>Triglicéridos</i>	10
2.7.2. <i>Colesterol</i>	10
2.7.3. <i>Ácidos grasos</i>	10
2.8. Alteraciones del aceite durante el proceso de fritura.....	11
2.9. Aceite de cocina usado como fuente de energía.....	12
2.10. Biocombustibles.....	12

2.10.1.	<i>Origen</i>	12
2.10.2.	<i>Los biocombustibles</i>	12
2.10.3.	<i>Tipos de biocombustibles</i>	14
2.11.	Biodiesel	14
2.11.1.	<i>Tipos de biodiesel según el porcentaje de biocombustible</i>	15
2.11.2.	<i>Características biodiesel B100</i>	15
2.12.	Proceso de obtención de biodiesel	17
2.12.1.	<i>Transesterificación</i>	17
2.12.2.	<i>Reacciones químicas</i>	18
2.12.3.	<i>Tipo de catálisis</i>	18
2.13.	Catalizadores empleados en la transesterificación de triglicéridos	21
2.13.1.	<i>Óxidos de metales alcalinotérreos</i>	21
2.13.2.	<i>Zeolitas ácidas</i>	22
2.13.3.	<i>Zeolitas básicas</i>	22
2.13.4.	<i>Heteropoliácidos (HPAs)</i>	22
2.14.	Uso de zeolitas en procesos industriales	22
2.14.1.	<i>Zeolitas en la transformación de biomasa en combustibles</i>	23
2.14.2.	<i>Zeolitas como catalizadores para la eliminación de contaminantes</i>	23
2.15.	Variables que afectan la reacción de transesterificación	23

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	25
3.1.	Caracterización del aceite usado	25
3.1.1.	<i>Determinación de acidez</i>	26
3.1.2.	<i>Determinación de densidad</i>	27
3.1.3.	Determinación de índice refracción	28
3.1.4.	<i>Determinación de viscosidad</i>	29
3.1.5.	<i>Determinación de índice de peróxido</i>	29
3.2.	Proceso de obtención de biodiesel	31
3.2.1.	<i>Proceso de transesterificación con NaOH</i>	32
3.2.2.	<i>Proceso de Transesterificación con catalizador regenerado (zeolita HY)</i>	37
3.3.	Caracterización del biodiesel obtenido (NaOH y Zeolita)	42
3.3.1.	<i>Determinación de densidad</i>	42
3.3.2.	<i>Determinación de viscosidad</i>	43
3.3.3.	<i>Determinación de punto de inflamación</i>	43

CAPÍTULO IV

4.	RESULTADOS	43
4.1.	Características del aceite de cocina usado	43
4.2.	Proceso de transesterificación y condiciones de operación	44
4.2.1.	<i>Ensayos de reacción con NaOH</i>	44
4.2.2.	<i>Ensayos de reacción con Catalizador regenerado</i>	45
4.3.	Características del biodiesel obtenido (NaOH y Zeolita HY)	47
4.4.	Análisis de FT-IR del combustible	48
4.4.1.	<i>Diesel comercial</i>	48
4.4.2.	<i>Biodiesel NaOH</i>	49
4.4.3.	<i>Biodiesel catalizador regenerado Zeolita HY</i>	50
4.5.	Análisis de cromatografía de gases y espectroscopia de masas GC-MS	51
4.5.1.	<i>Análisis GC-MS NaOH y catalizador regenerado</i>	51
4.5.2.	<i>Análisis neto de ésteres metílicos NaOH y catalizador regenerado</i>	53
4.5.3.	<i>Análisis de ésteres metílicos comunes NaOH y catalizador regenerado</i>	55
4.5.4.	<i>Análisis de ésteres metílicos diferentes NaOH y catalizador regenerado</i>	55
4.5.5.	Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje NaOH y Catalizador regenerado	57

CAPÍTULO V

5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	61
5.1.	Conclusiones	61
5.2.	Recomendaciones	63

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1:	Para los parámetros físico químicos.....	9
Tabla 2-2:	Propiedades de un biodiesel normas ASTM.....	15
Tabla 2-3:	Propiedades de un biodiesel Norma Europea 14214.....	16
Tabla 3-1:	Determinación de acidez.....	26
Tabla 3-2:	Determinación de densidad.....	27
Tabla 3-3:	Determinación de refracción.....	28
Tabla 3-4:	Determinación de viscosidad.....	29
Tabla 3-5:	Determinación de índice de peróxido.....	29
Tabla 3-6:	Determinación de densidad.....	42
Tabla 3-7:	Determinación de viscosidad.....	43
Tabla 3-8:	Determinación de flash point.....	43
Tabla 4-1:	Resultados de la caracterización del aceite.....	43
Tabla 4-2:	Ensayos de reacción NaOH.....	44
Tabla 4-3:	Ensayos de reacción catalizador regenerado.....	45
Tabla 4-4:	Datos de Diesel comercial.....	47
Tabla 4-5:	Resultados de biodiesel.....	47
Tabla 4-6:	Análisis GC-MS NaOH.....	51
Tabla 4-7:	Análisis GC-MS catalizador regenerado.....	52
Tabla 4-8:	Análisis GC-MS NaOH de ésteres.....	53
Tabla 4-9:	Análisis GC-MS Catalizador Regenerado de ésteres.....	54
Tabla 4-10:	Composición de ésteres comunes análisis GC-MS.....	55
Tabla 4-11:	Composición de ésteres diferentes análisis GC-MS.....	55
Tabla 4-12:	Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje NaOH.....	57
Tabla 4-13:	Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje Catalizador regenerado.....	57
Tabla 4-14:	Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje.....	58

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 2-1:	Reacción de transesterificación.....	18
Ilustración 2-2:	Mecanismo de transesterificación catalizada por base.....	20
Ilustración 3-1:	Instalación del equipo.....	32
Ilustración 3-2:	Reacción de transesterificación.....	33
Ilustración 3-3:	Separación de biodiesel y glicerina.....	34
Ilustración 3-4:	Lavado de biodiesel.....	35
Ilustración 3-5:	Secado de biodiesel.....	35
Ilustración 3-6:	Centrifugado de biodiesel.....	36
Ilustración 3-7:	Filtración de biodiesel.....	36
Ilustración 3-8:	Reacción incompleta 4h.....	38
Ilustración 3-9:	Reacción incompleta 5h y 6h.....	38
Ilustración 3-10:	Reacción completa 8h.....	38
Ilustración 3-11:	Destilación de metanol.....	39
Ilustración 3-12:	Separación de biodiesel y catalizador.....	40
Ilustración 3-13:	Filtración de biodiesel.....	41
Ilustración 4-1:	Análisis del FT-IR del Diesel comercial.....	48
Ilustración 4-2:	Análisis del FT-IR del Biodiesel NaOH.....	49
Ilustración 4-3:	Análisis del FT-IR del Biodiesel Catalizador Regenerado.....	50
Ilustración 4-4:	Porcentaje de ésteres NaOH-Catalizador regenerado.....	58
Ilustración 4-5:	Composición de biodiesel obtenido con NaOH.....	59
Ilustración 4-6:	Composición de biodiesel con catalizador regenerado.....	59

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL ACEITE

ANEXO B: PROCESO DE TRANSESTERIFICACIÓN NAOH

ANEXO C: PROCESO DE TRANSESTERIFICACIÓN CON CATALIZADOR
REGENERADO

ANEXO D: BIODIESEL FINAL

ANEXO E: DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES DEL BIODIESEL

RESUMEN

La presente investigación tuvo como objetivo la obtención de biodiesel con un catalizador regenerado, con la finalidad de observar su poder de conversión de aceite de cocina usado en biodiesel para eso se comparó el biodiesel obtenido con el catalizador regenerado con biodiesel obtenido mediante el empleo de NaOH. Para el proceso de transesterificación se partió de las características que posee el aceite con la finalidad de conocer la cantidad de reactivos a emplear, para el NaOH se usó 3,5g por L de aceite con un periodo de reacción de 1h, para la obtención de biodiesel con catalizador se empleó 15g por L de aceite con un tiempo de reacción de 4 a 8 h mostrando una mejor reacción con un periodo de 8 h ya que el tiempo empleado menor a este género reacciones incompletas. Los resultados presentados para el uso de NaOH muestra un rendimiento superior al 80% con un porcentaje de FAME 93.78 % así como las propiedades físicas: viscosidad, densidad, poder calórico y punto de inflamación están dentro de las normas ASTM, mientras que el biodiesel obtenido con el catalizador presenta un rendimiento superior al 80 % llegando incluso al 90%, sin embargo la composición de FAME es baja de 38.98%, las propiedades físicas como la viscosidad, densidad, punto de inflamación, están dentro de las normas ASTM, el poder calórico es bajo a comparación del biodiesel obtenido con hidróxido de sodio por lo que es recomendable usarlo en combinación del diésel comercial para que no se vea afectado el desempeño del combustible en el motor de un vehículo. Se concluye que el uso del catalizador regenerado no es muy efectivo para el proceso de transesterificación, pese a poseer la ventaja de no generar glicerina en el proceso.

Palabras clave: <TRANSESTERIFICACIÓN>, <BIODIESEL>, <CATALIZADOR>, <FAME >, < ANÁLISIS GS-MC >, < PUNTO DE INFLAMACIÓN >, <PODER CALÓRICO >, <ZEOLITA >.

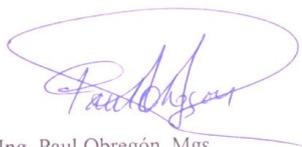
1465-DBRA-UPT-2023



SUMMARY

The objective of this research was to obtain biodiesel with a regenerated catalyst to observe its power to convert used cooking oil into biodiesel, for which the biodiesel obtained was compared with the regenerated catalyst with biodiesel obtained through NaOH. For the transesterification process, the oil's characteristics were used to know the amount of reagents to be used. For NaOH, 3.5g per L of oil was used with a reaction period of 1 h. To obtain biodiesel with a catalyst, 15g per L of oil was used with a reaction time of 4 to 8 h, showing a better reaction with a period of 8 h since the time used was less than this incomplete reaction. The results presented for the use of NaOH show a yield greater than 80% with a percentage of FAME 93.78%, as well as the physical properties: viscosity, density, caloric power and flash point are within ASTM standards, while the biodiesel obtained with the catalyst, it presents a yield greater than 80%, even reaching 90%. However, the composition of FAME is low, at 38.98%. The physical properties, such as viscosity, density, and flash point, are within ASTM standards, and the caloric value is low compared to biodiesel obtained with sodium hydroxide, so it is advisable to use it in combination with commercial diesel so that it does not show affected fuel performance in a vehicle engine. It is concluded that using the regenerated catalyst is not very effective for the transesterification process, despite having the advantage of not generating glycerine in the process.

Keywords: <TRANSESTERIFICATION>, <BIODIESEL>, <CATALYST>, <FAME>, <GS-MC ANALYSIS>, <FLASH POINT>, <CALORIC POWER>, <ZEOLITE>.



Ing. Paul Obregón. Mgs
0601927122

INTRODUCCIÓN

En la actualidad el uso de los combustibles fósiles ha sido una de las principales fuentes de energía de las cuales el ser humano depende para subsistir ya que a partir de este recurso se obtienen múltiples productos que facilitan la vida cotidiana, lo cual ha generado una explotación masiva de las fuentes fósiles causando la escases de los mismos, además de generar afecciones al medio ambiente en el proceso de explotación de este recurso, como es el aumento del calentamiento global y las emisiones de los gases de efecto invernadero, por esta razón se han buscado nuevas fuentes de energías renovables para sustituir los combustibles tradicionales con la finalidad de disminuir los efectos que se generan al medio ambiente (Castellar et al., 2014, pp. 90-104).

Los biocombustibles son alternativas para sustituir el consumo de combustibles fósiles, en los últimos años estos combustibles han representado una fuente potencial de energía (Zura et al., 2021, pp. 1-22). Se puede llegar a producir biocombustibles sólidos, líquidos generados mediante el bioetanol, bio-aceite o biogás, además se puede conseguir de otras fuentes como es de plantas oleaginosas que producen aceites de las cuales se llega a obtener biocombustibles (Jim et al., 2020, pp. 200-2014).

El biodiesel es un biocombustible que se puede obtener a partir de aceites vegetales y grasas de animales, ya sean estos usados o no, mediante procesos denominados esterificación y transesterificación, el biodiesel posee características similares al diésel tradicional en propiedades de combustión con los beneficios de estar libre de azufre por lo que es un combustible más limpio (Jim et al., 2020, pp. 200-2014). Según National Biodiesel Board, industria de EE.UU. de biodiesel, determino que la combustión del biodiesel emite 48% menos monóxido de carbono, 47% menos material particulado y un 67% menos hidrocarbano al ambiente (Medina et al., 2013, pp. 1-104).

El proceso de esterificación es un método común para la obtención de biodiesel mediante el cual se sintetiza un éster por medio de la reacción de los ácidos carboxílicos y alcoholes, la transesterificación consiste en la reacción catalítica de los aceites vegetales o grasas con un alcohol lo cual produce ésteres y glicerina, en estos procesos se usan catalizadores ácidos y básicos permitiendo simplificar el proceso de obtención del biocombustible (Dávila et al., 2021, p.15).

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Planteamiento del problema

En la mayor parte de América Latina el manejo de los residuos y desechos está bajo la responsabilidad de cada uno de los gobiernos municipales, sin embargo, existe una gran decadencia en el manejo por lo cual algunos desechos son gestionados de manera incorrecta y llegan a terminar en mares, suelos, ríos y lagos, etc. El aumento del consumo de aceites vegetales se ha visto progresivo en hogares, centros e instituciones, hoteles y restaurantes, los aceites usados en procesos de frituras de alimentos sufren cambios con lo cual se busca su gestión de manera apropiada buscando obtener beneficios como es la disminución de consumo de materia prima y generar una economía amigable (Andrade y Moncada 2020, pp. 185-198).

Si los aceites usados son desechados a desagües y tuberías sin ser tratados estos generan problemas en redes de saneamiento y altos costos para las estaciones depuradoras de aguas residuales (EDAR), cuando estos aceites llegan a las EDAR y se combinan con detergentes y jabones domésticos forman las denominadas bolas de grasas lo cual llegan a generar taponamientos de las tuberías y déficit de funcionamientos de las plantas de tratamientos de aguas, además de esto los aceites usados que llegan a terminar en los rellenos sanitarios sin un tratamiento previo llegan generar la permeabilidad de lixiviados y estos pueden contaminar los suelos y fuentes de agua, tanto superficiales como subterráneas generando un gran problema a las personas, las enfermedades producidas en las personas no presentan efectos inmediatamente ya que es un proceso lento de contaminación (González Canal y González Ubierna, 2015, pp. 1-8).

Por eso es necesario un tratamiento alternativo para los aceites de cocina usados (ACU) en donde se busca darles un valor agregado generando una economía circular y disminuyendo los impactos ambientales, además de generar fuentes nuevas de empleo, entre los productos que se pueden generar a partir de este tipo de residuo es la producción de: jabón, betún, velas, cera, fertilizantes, tensoactivos y el biodiesel que es una de las alternativas más llamativa en los últimos años (Villabona Ortíz et al., 2017, pp. 21-29).

1.2. Objetivos

1.2.1. General

- Obtener biodiesel por transesterificación a partir de aceites de cocina usados con un catalizador regenerado.

1.2.2. Específicos

- Caracterizar el aceite de cocina para la obtención de biodiesel.
- Determinar las condiciones de la reacción de transesterificación.
- Evaluar el rendimiento de un catalizador regenerado en el proceso de transesterificación.
- Determinar las características que posee el biocombustible obtenido.

1.3. Justificación

Los combustibles fósiles y los derivados del petróleo son la mayor fuente de aportación de energía hacia la población humana, estos recursos no son renovables y en las últimas décadas la explotación excesiva ha causado el consumo acelerado de estos recursos llevando a su agotamiento paulatinamente, por lo cual en un futuro la demanda de la población no será abastecida por completo (Zura et al., 2021, pp. 1-22).

Es por eso que se han buscado nuevas alternativas de combustibles que sean sostenibles y amigables con el medio ambiente, por esa razón los biocombustibles son muy importantes ya que son fuentes renovables y pueden ser producidos a partir de desechos o residuos generados por diversas instituciones, empresas o localidades, lo cual tiene un bajo costo en su producción (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

El biodiesel es uno de los combustibles renovables obtenidos a partir de aceites vegetales y grasas animales, ya sean usados o desechados después de su empleo en cocción de alimentos, los beneficios que ofrece este tipo de combustible es que no produce grandes emisiones de gases como el diésel proveniente del petróleo, además de que se puede usar en motores de diésel sin ser modificados e incluso prolonga la vida de los mismos teniendo un mayor rendimiento (Avilés et al., 2018, 33-346).

1.4. Hipótesis o pregunta de investigación

La transesterificación catalítica mediante la ayuda de un catalizador permite realizar un proceso más eficaz el cual permite la obtención de biodiesel en un lapso de tiempo corto, además de ofrecer un biocombustible más limpio que las de fuentes fósiles.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes

El aumento de la demanda de energía y el deterioro del medio ambiente son factores que conducen a la búsqueda de combustibles alternativos, que reemplacen total o parcialmente los combustibles fósiles convencionales. En 2013 cerca del 80% el consumo mundial de energía fue suministrado por los combustibles fósiles, mientras que al rededor del 20% fue derivado de energías renovables, el uso de biocombustibles supone algunos beneficios como la mejora de la combustión interna de los motores y la reducción de la emisión de gases de efecto invernadero. Con el fin de no utilizar materias primas alimenticias para producción de combustibles, se han considerado alternativas tales como el reciclaje de materiales residuales, lo que ha sido considerado como una importante estrategia en el campo de la innovación ambiental de productos. Un claro ejemplo de material residual potencialmente reutilizable es el aceite vegetal usado (AVU), también llamado aceite de fritura o de cocina. La reacción química que mejores resultados ha demostrado tener para obtener biocombustible es la transesterificación. Esta consiste en la reacción entre un triglicérido (compuesto por una molécula de glicerol esterificada por tres moléculas de ácidos grasos), contenido en el aceite vegetal o grasa animal y un alcohol ligero (metanol o etanol) utilizando un catalizador, obteniéndose como productos glicerina y ésteres derivados de los tres ácidos grasos de partida, es decir, biocombustible (María et al., 2017, pp. 17-30).

Se realizaron pruebas de obtención de biodiesel desde el punto de extracción de aceite hasta obtener biodiesel como se presentó de manera experimental la obtención de biodiésel por transesterificación in situ a partir de *Jatropha curcas* L. donde obtuvo se trabajó bajo las siguientes condiciones: 44 °C, con 1,2 % p/p de catalizador y una relación molar de metanol: aceite de 135:1, con 650 rpm de agitación durante 3 horas de reacción En estas condiciones se obtuvo un rendimiento de 71,99 % de biodiésel con 90,36 % de FAME (ésteres metílicos de ácidos grasos)(Gómez-Delgado et al., 2022, pp.21-38). El aprovechamiento del glicerol que se produce en la transesterificación posterior al proceso de esterificación, a fin de disminuir los costos de servicios, también disminuirán los costos de inversión por el uso de la bomba de calor, operativos y de servicios externos, aunque, de todos modos, desde el punto de vista del medioambiente esta alternativa es altamente satisfactoria. El rendimiento energético del proceso es positivo, lo que pone de manifiesto la viabilidad del proceso puesto que convierte un residuo altamente contaminante en una materia prima con menores cargas ambientales para un proceso que va

camino de convertirse en fundamental desde el punto de vista de demanda de energía para el transporte (Vidal-Benavides et al., 2017, pp. 155-162).

2.2. Gestión de residuos con fin energético

El incremento de los residuos urbanos se ha visto incrementada en los últimos años debido al aumento de la población, así como en conjunto con el avance de la tecnología y el crecimiento de industrias las cuales generan grandes cantidades de desechos y residuos. La gestión de residuos y desechos tiene la finalidad de aprovechamiento de estos recursos como materia prima para la obtención de nuevas fuentes alternas de energía y generando una economía circular, lo cual busca el concepto de las 3R (Mutz et al., 2017, pp. 1-23).

- **Reducir**

Busca la reducción de la generación de residuos alimenticios, el empaquetado y el uso de materias primas durante el proceso de producción.

- **Reutilizar**

Se enfoca en la utilización de materiales obtenidos al final de procesos con la finalidad de ser utilizados en nuevos procesos.

- **Reciclar**

Se recolecta los residuos con finalidad de convertirlas en materia prima secundaria.

Para el aprovechamiento de estos recursos es necesario que cumplan ciertas características dependiendo la tecnología que se aplique para su aprovechamiento en las cuales tenemos: recolección de gas de rellenos sanitarios, incineración, gasificación, etc.

2.3. Gestión de residuos de aceites de cocina usados

Los aceites de cocina son muy demandados por parte de la sociedad para suplementar sus necesidades alimenticias, los cuales después de cumplir su fin en la cocción de alimentos pasan a ser residuos y si estos no poseen un manejo adecuado pueden generar problemas ambientales y de salud (Pino-Fan et al., 2018, pp.1407-1434). Dando un manejo adecuado a los residuos de los aceites usados se puede llegar a obtener fuentes alternativas que presenten un beneficio para la sociedad.

Para poder llevar a cabo una correcta gestión es necesario la separación de los desechos, recolección, transporte, almacenamiento, tratamiento y/o eliminación de los residuos (Universidad Autónoma del Occidente, 2017, pp. 34).

2.4. Aceites vegetales

Son compuestos orgánicos obtenidos a partir de plantas o semillas que pueden ser consumidas por el ser humano, como es el aceite de girasol, palma, etc. Los cuales están constituidos por triglicéridos o conocidos como ácidos grasos (García et al. 2017, pp. 3-27).

Entre los aceites vegetales más conocidos tenemos:

- **Aceite de soja**

Producido a nivel mundial debido a su aporte nutricional ya que posee ácido alfa linolénico y ácidos grasos poliinsaturados.

- **Aceite de cártamo**

Semejante al del girasol, contiene grasas no saturadas, además de brindar beneficios de combatir artritis, esclerosis, enfermedades cardiovasculares.

- **Aceite de colza**

Usado como aceite de cocina, pero en la actualidad no es recomendada debido a su punto de fusión bajo en la fritura de alimentos.

- **Aceite de uva**

Obtenido de las semillas, poder antioxidante, posee vitamina E y ácidos de omega 3 y 6, no contiene colesterol.

- **Aceite de girasol**

Extraída a partir de sus semillas, posee vitaminas beneficiosas para la salud, es más utilizada para fritura de alimentos.

- **Aceite de oliva**

Usado en la gastronomía debido a que posee antioxidantes naturales como la vitamina E, ácidos grasos monoinsaturados, además suele ser usado en la industria cosmética.

- **Aceite de coco**

Rico en grasas saturadas, usado tanto en cocción de alimentos como en la industria cosmética por ser hidratante y nutritiva.

- **Aceite de maíz**

Usado en productos de comida para aliñar ensaladas o realizar frituras, además de ser usada para la producción de biodiesel.

2.5. Obtención de aceites vegetales

El aceite vegetal puede obtenerse mediante las siguientes técnicas:

- **Método mecánico**

Son sometidos a un proceso de prensado las semillas y frutos de las plantas que se desea obtener aceite.

- **Método Químico**

Se utiliza disolventes químicos que resultan económicos y con menor tiempo de empleo en la obtención, además de poseer un mejor rendimiento, generalmente se usa Hexano.

2.6. Características de aceites comestibles

Los aceites deben poseer una consistencia de fluides y una turbiedad definida a una temperatura de 15° C, entre los parámetros organolépticos que se pueden apreciar son:

- **Aspecto**

El líquido debe mantenerse fluido, claro y libre de sedimentos.

- **Olor y sabor**

Mantener los aromas y características de cada semilla o de la materia prima obtenida.

Tabla 2-1: Para los parámetros físico químicos

Requisito	Unidad	Min	Max	Método de ensayo
Densidad relativa (50° C/agua a 20° C)	-	0,895	0.910	NTE INEN 35 ISO 6883
Índice de yodo	Cg/g	60	72	NTE INEN 37 ISO 3961
Índice de refracción (n_D^{50}) a 40° C	-	1,4591	1,4617	NTE INEN 42 ISO 6320
Punto de fusión, deslizamiento	° C	-	27	NTE INEN 474 ISO 6321
Caroteno	Mg/kg	400		NTE INEN 2 422 BS 684 Sección 2.20
Humedad y materia volátil	%	-	0,05	NTE INEN 39 ISO 662
Acidez (oleico)	%	-	0,30	NTE INEN 38 ISO 660
Índice de peróxido	meqO ₂ /kg	-	10,00	NTE INEN 277 ISO 3960

Fuente: Norma NTE INEN 2421:2012

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

2.7. Composición de aceites vegetales

Los aceites o grasas de animales están constituidos por lípidos los cuales son compuestos orgánicos naturales, se pueden denominar ésteres o ácidos grasos con glicerina denominados comúnmente como triglicéridos, son sustancias químicas más ligeras que el agua e insolubles en la misma. Los aceites de origen vegetal pertenecen a triglicéridos que contienen ácidos grasos insaturados (Zapata, 2010, pp. 1-76).

2.7.1. Triglicéridos

Están formados por tres moléculas de ácidos grasos unidos con una molécula de glicerol, esta funciona como reserva energética, existen una gran variedad de ácidos grasos.

2.7.2. Colesterol

Es un esteroide, conforma la membrana celular y es precursor de la testosterona y la aldosterona, es transportado por la sangre en conjunto con las proteínas, formando así las lipoproteínas de baja densidad (LDL) denominado como colesterol malo y las lipoproteínas de alta densidad (HDL) conocido como colesterol bueno.

2.7.3. Ácidos grasos

Componentes de los lípidos que generan energía en el cuerpo y permite el desarrollo de tejidos, estos pueden ser saturados, poliinsaturados o monoinsaturados.

Ácidos grasos saturados

Todos los átomos de carbono están unidos a dos de hidrogeno, proviene de grasas de animal.

Ácidos grasos insaturados

Abarca a los ácidos monoinsaturados y los poliinsaturados son líquidos a temperatura ambiente.

- **Ácidos monoinsaturados**

Capaces de fijar hidrogeno debido a los dos átomos de carbono unidos a uno de hidrogeno.

- **Ácidos poliinsaturados**

Disminuye el colesterol total y la concentración de LDL ya que posee dos o más pares de átomos de carbono

- **Ácidos grasos isomericos**

Se producen cuando los insaturados se hidrogenan y generan grasas sólidas, plásticas o más estables. Generan isómeros cis y trans

- **Ácidos grasos cis**

Ácidos grasos insaturados el cual sus dos átomos de H del doble enlace están junto a la misma molécula, la mayoría d ellos ácidos grasos naturales están en posición cis.

- **Ácidos grasos trans**

Los dos átomos de H están uno a cada lado del doble enlace haciendo a la molécula rectilíneos, en alimentos hidrogenados con el fin de solidificarlos.

2.8. Alteraciones del aceite durante el proceso de fritura

Los aceites son sometidos a altas temperaturas por grandes periodos de tiempo en las cuales son sumergida los alimentos lo que conlleva a la alteración de los ácidos grasos, el uso de altas temperaturas durante las frituras de alimentos acelera la degradación química del aceite y más si hay sustancias o residuos que llegan a funcionar como catalizadores (Lázaro, 2018, pp. 1-44).

Los factores que actúan en la alteración del aceite en el proceso de fritura son: altas temperaturas, exposición al oxígeno del aire, presencia de agua en el alimento, largo periodos uso del aceite, etc.

Procesos de alteración:

- **Hidrólisis**

Se produce cuando el aceite entra en contacto con el agua y la temperatura no sobrepasa los 100oC y el agua no se evapora, por la hidrolisis se genera mayores ácidos grasos que produce la autooxidación del aceite.

- **Oxidación**

Ocurre durante la elaboración y el almacenamiento del aceite cuando entra en contacto con el aire libre, lo que provoca la formación de hidroperóxidos lo cual altera el olor y sabor.

- **Polimerización**

Se forma monómeros y dímeros lo que ayuda a incrementar el proceso oxidativo aumentando la viscosidad generando capas de polímeros en la superficie del aceite difíciles de eliminar, se tiene polímeros oxidativos y térmicos.

2.9. Aceite de cocina usado como fuente de energía

La implementación una gestión adecuada de los aceites usados para la obtención de energía permite el uso de residuos para que luego pasen a ser recursos, evitando daños ambientales, en la obtención de combustibles limpios como el biodiesel que puede ser empleado en motores de vehículos ya que tiene bajas emisiones de CO₂ y NO_x, el combustible obtenido si se implementa tratamientos físicos sencillos y sin elevados costes de depuración y filtrado se los puede usar directamente como combustible de motores generando calor y electricidad (Tejedor López, 2013, p.1).

Existen tratamientos químicos los cuales ayudan a la obtención de biocombustibles, los cuales son la transesterificación, hidrotratamiento y esterificación.

2.10. Biocombustibles

2.10.1. Origen

Se origino a finales del siglo XIX, nació de la creación de los motores a diésel por Dr. Rudolf Diesel, el cual estaba previsto usar como fuente de energía los aceites vegetales (Torroba, 2020, pp. 1-44).

2.10.2. Los biocombustibles

Son combustibles que se obtienen a partir de la biomasa (materia orgánica proveniente de plantas, o de desechos metabólicos provenientes de animales (estiércol)), también se denomina biomasa a los productos energéticos y materias primas que sean renovables (Quezada y Gasca, 2010, pp. 75-82).

Tipos de biomasa:

- **Primaria**

Materia orgánica formada de seres fotosintéticos, la biomasa vegetal comprende residuos agrícolas y forestales.

- **Secundaria**

Generada de seres heterótrofos, constituye la materia fecal o la carne de los animales.

- **Terciaria**

Producida por seres que se alimentan de la biomasa secundaria, como los animales carnívoros que se alimentan de herbívoros y generan desechos de su alimento.

- **Natural**

Generado a partir de sistemas silvestres, el 40% proviene de los océanos.

- **Residual**

Extraída de residuos agrícolas, forestales y desechos de las actividades humanas.

- **Cultivos energéticos**

Los cultivos agrícolas que generan biomasa con finalidad de producir biocombustibles. Los biocombustibles actualmente proceden de semillas oleaginosas, trigo, maíz, azúcar, etc. Esto tiene la finalidad de sustituir el consumo excesivo de combustibles fósiles.

2.10.3. Tipos de biocombustibles

Biocombustibles de primera generación

Son producidos a partir de cultivos como la soja o palma, se desarrolla en suelos de cultivos agrícolas, por lo que es necesario el uso de una gran cantidad de agua lo que se ve una gran desventaja, además de que para su producción es necesario el uso de agroquímicos lo cual genera problemas al suelo y tiene altos costes de producción (Quezada y Gasca, 2010, pp. 75-82).

Biocombustibles de segunda generación

Obtenida de vegetales que no implicanafección en el sistema alimentario, pueden ser usados los desechos de cultivos y usa nuevas tecnologías que son más ecológicas, la biomasa obtenida se puede mezclar con otros biocombustibles lo cual permite la reducción de CO₂ (Quezada y Gasca, 2010, pp. 75-82).

Biocombustibles de tercera generación

Estos combustibles se obtienen a partir de algas que poseen aceites naturales en un 50%, es una tecnología que no se ha llevada a gran escala a nivel mundial.

2.11. Biodiesel

El biodiesel es un combustible que está compuesto por ésteres de mono alquílicos conformado de cadenas largas de ácidos grasos provenientes de aceites vegetales o animales por medio de reacciones químicas como es la esterificación y transesterificación con ayuda de alcoholes en presencia de catalizadores (Instituto Mexicano del Petróleo, 2017, p.1).

También definimos el biodiesel como un combustible de color amarillo-ámbar con propiedades similar al diésel proveniente del petróleo, no es inflamable ni explosivo, tiene un punto de inflamación superior, es biodegradable lo cual al ser empleado las emisiones de gases tóxicos son mínimas (Castellar et al., 2014, pp. 90-104).

En los últimos años la producción y uso de los biocombustibles se han visto en aumento en especial la producción de biodiesel y bioetanol. En los inicios del año 2000 la generación de biodiesel era poca estudiada, sin embargo, a lo largo de los años se ha visto con un enfoque más llamativo debido a que esta fuente de energía renovable podría ayudar a sustituir el combustible

obtenido de fuentes de hidrocarburos esto gracias que a través del proceso de transesterificación la obtención de la producción de biodiesel se desarrolla de manera eficaz con buenos resultados, la producción de este combustible proviene principalmente de fuentes de vegetales, a partir de la generación de aceites como es el de palma, soja y colza. La producción de biodiesel ha tenido un crecimiento de un 140% en la última década (2010-2019), lo principales productores de este combustible renovable son Indonesia con 16%, Estados Unidos con 13%, Brasil con 11%, Alemania 8% y Francia con un 5% de producción, el resto está en los distintos países con un 47% (Torroba, 2020, pp. 1-44).

2.11.1. Tipos de biodiesel según el porcentaje de biocombustible

El uso convencional del biodiesel condujo a la nomenclatura para la identificación de concentración de pureza permitiendo conocer el porcentaje de mezcla de la siguiente manera BXX, donde XX representa el volumen de biodiesel.

El biodiesel se puede usar en conjunto con el diésel tradicional sin que afecte su funcionamiento dentro de los motores de combustión, por lo que se puede encontrar gran variedad de combinaciones en las cuales tenemos: B20 (20% de biodiesel y el otro 80% de diésel de fuentes fósiles), B30, B50, adicional a eso se puede usar B5 como aditivo, B2 como aditivo lubricante. entre otras, la cual destaca más es el B100 debido a que tiene un contenido puro de biodiesel sin adición del diésel tradicional (Castellar et al., 2014, pp. 90-104).

2.11.2. Características biodiesel B100

Norma ASTM (American Society for Testing and Materials)

Para la caracterización del biodiesel se destaca la Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM), LA ASTM D6751 especifica la calidad del biodiesel puro B100 (Knothe, 2010, pp. 162-171).

Tabla 2-2: Propiedades de un biodiesel normas ASTM

Propiedades	Limite		Unidad	Método de prueba
	Min	Max		
Punto de inflamación	120		°C	D93
Densidad 15 °C	860	999	Kg/m ³	D 14214
Control de alcohol cumplir con: 1.Contenido de metanol	130	0,2	Masa% °C	En 14110 D93

2.Punto de inflamación				
Agua y sedimento		0,050	% volumen	D2706
Número de ácido		0,50	mg KOH/g	D664
Ceniza sulfatada		0,020	% masa	D874
Corrosión lámina de cobre		No.3		D130
Residuo de carbono		0,050	% masa	D4530
Viscosidad cinemática	1.9	6,0	mm ² /s	D445
Número de cetano	47			D613
Punto de turbidez	Reporte		°C	D2500
Filtrabilidad de impregnado en frío		360	Segundos	A1
Estabilidad de oxidación	3		Horas	En 14112
Glicerina libre		0,020	% masa	D6584
Glicerina total		0,240	% masa	D6584
Sodio y potasio, combinados		5	ppm (ug/g)	En 14538
Calcio y magnesio, combinados		5	ppm (ug/g)	En 14538
Azufre		0,0015 0,05	% masa (ppm)	D5453
Contenido de fósforo		0,001	% masa	D4951
Temperatura destilación Temperatura atmosférica equivalente, 90% recuperado		360	°C	D1160

Fuente: Calidad del combustible biodiesel y la norma ASTM. (PALMAS, 2010)

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Norma Europea 14214 (European Committee for Standardization)

Esta norma publicada por el Comité Europeo de Normalización describe los métodos requisitos de ensayos o pruebas en el biodiésel más común, la última versión publicada fue en noviembre de 2008 y es denominada EN 14214:2008, la tabla representada se tuvo del estudio de (Knothe 2010, pp. 162-171).

Tabla 2-3: Propiedades de un biodiesel Norma Europea 14214

Propiedades	Limite		Unidad	Método de prueba
	Min	Max		
Contenido de éster	96.5		-	En 14103
Punto de inflamación	101		°C	En iso 2719 En iso 3679
Contenido de metanol		0,2	Masa%	En 14110
Contenido de agua		500	Mg/kg	En iso 12937
Valor ácido		0,50	mg KOH/g	En 14104
Ceniza sulfatada		0,020	% masa	iso 3987

Corrosión lámina de cobre	No.1			En iso 2160
Residuo de carbono		0,30	% masa	En iso 10370
Contaminación total		24	mg/kg	En 12662
Densidad 15 °C	860	900	Kg/m ³	En iso 3675 En iso 12185
Viscosidad cinemática	3.5	5,0	mm ² /s	En iso 3104
Número de cetano	51			En iso 5165
Estabilidad de oxidación 10°C	6		Horas	En 14112
Glicerina libre		0,020	% masa	En 14105 En 14106
Glicerina total		0,240	% masa	En 14105
Contenido de monoglicéridos		0.80	% masa	En 14105
Contenido de diglicéridos		0.20	% masa	En 14105
Contenido de triglicéridos		0.20	% masa	En 14105
Índice de yodo		120	g yodo/100g	En 14111
Contenido de ácido linoléico		12	% masa	En 14103
Contenido fame de 4 enlaces dobles		1	% masa	
Metales Grupo I (Na + K)		5	mg/g	En 14108 En 14109 En 14538
Metales Grupo II (Ca + Mg)		5	mg/g	En 14538
Azufre		10	mg/kg	En iso 20846 En iso 20884
Contenido de fósforo		4	mg/kg	En 1407

Fuente: Calidad del combustible biodiesel y la norma ASTM. (PALMAS, 2010)

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

2.12. Proceso de obtención de biodiesel

Los procesos más comúnmente empleados para la obtención de biodiesel son la esterificación y transesterificación usando catalizadores tanto ácidos como básicos, en los últimos años el proceso transesterificación ha sido el más empleado debido a que ofrece mayores resultados (García-Muentes et al. 2018, pp. 281-297).

2.12.1. Transesterificación

Es la reacción de un triglicérido con un alcohol (metanol) para formar ésteres y glicerol, la reacción que se produce durante la transesterificación de un triglicérido con acción del catalizador se da la ruptura de las moléculas de aceites y de esta manera una molécula de alcohol se une con una de éster ya separada, con esto se logra obtener el biodiesel o metil ésteres y como subproducto

glicerina. Para este proceso se ha demostrado que la utilización de ésteres provenientes de aceites vegetales es la más óptima en conjunto con el catalizador KOH o NaOH que son los más usados (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

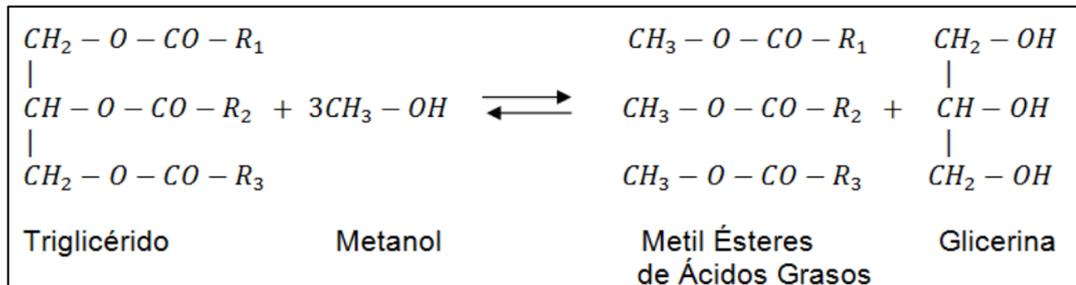


Ilustración 2-1: Reacción de transesterificación

Fuente: Sánchez y Huertas, 2012.

2.12.2. Reacciones químicas

Los ésteres (triglicéridos) pueden reaccionar junto con un alcohol y en presencia de catalizadores a este proceso se lo conoce como transesterificación, el metanol es uno de los alcoholes más usados para este proceso con finalidad de obtener biodiesel. La transesterificación es una reacción reversible y procede mediante la mezcla de reactivos, si se añade un catalizador (un ácido o una base fuerte) ayuda acelerar el proceso (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

El primer paso es la conversión de triglicéridos a diglicéridos, seguido por la conversión de diglicéridos a monoglicéridos y finalmente de monoglicéridos a glicerol, produciendo una molécula de éster de metilo por mol de glicérido en cada paso.

2.12.3. Tipo de catálisis

Procesos de transesterificación que se pueden usar para sintetizar biodiesel (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

- Transesterificación catalizada por base
- Transesterificación catalizada por ácido
- Transesterificación catalizada por enzimas
- Transesterificación supercrítica con alcohol

Transesterificación con catalizador básico

Este proceso es llevado a cabo por catálisis de alcóxidos de metales alcalinos y los hidróxidos incluido los carbonatos de sodio o potasio. Los catalizadores que presentan mayor rendimiento en la obtención de aceite son los alcalinos, aunque presentan cantidades de ácidos grasos libres significativos. Los triglicéridos son transesterificados de manera sencilla con catalizadores alcalinos a temperaturas de alrededor de 60-70 °C con el empleo de metanol, a presión atmosférica, este proceso requiere de varias horas para que sea completa.

Los alcóxidos de metales alcalinos (como CH_3ONa para la metanólisis) son los catalizadores más activos, ya que dan rendimientos muy altos (> 98%) en cortos tiempos de reacción (30 min), incluso se aplican a bajas concentraciones molares (0.5% mol). Los hidróxidos de metales alcalinos (KOH y NaOH) son más baratos que los alcóxidos de metales, pero menos activos.

En este proceso se puede lograr recuperar un parte del metanol empleado y la glicerina que es un subproducto y puede ser usado en productos farmacéuticos, es necesario retirar la glicerina ya que conlleva a formar formaldehído o acetaldehído que pueden llegar a generar riesgos para la salud. El mecanismo de transesterificación con catalizador básico se muestra en la **Ilustración 2-2**. El paso:

- (1) describe la reacción de la base con el alcohol, produciendo un alcóxido y el catalizador protonado.
- (2) El ataque nucleofílico del alcóxido al grupo carbonilo del TAG genera un intermediario tetrahédrico, a partir del cual,
- (3) el éster alquílico y el correspondiente anión del diglicérido son formados.
- (4) Este último desprotona el catalizador, regenerándose así las especies reactivas.

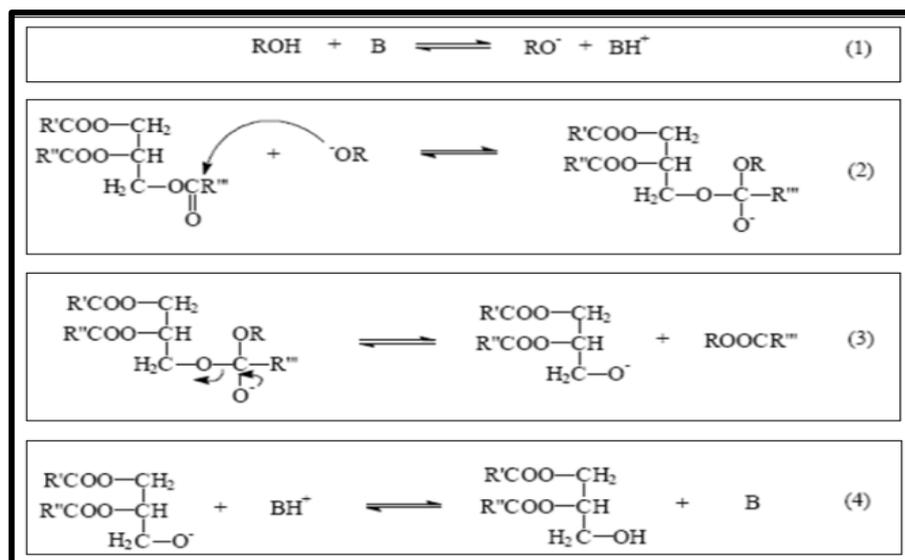


Ilustración 2-2: Mecanismo de transesterificación catalizada por base

Fuente: Sánchez y Huertas, 2012.

Transesterificación con catalizador ácido

Realizada por ácidos de Bronsted, más usados el ácido sulfónico y ácido sulfúrico, aunque poseen reacciones bajas y requieren de temperaturas muy altas para llegar a tener altos rendimientos en la generación de productos. mecanismo de reacción de la protonación **Ilustración 2-3**. del grupo carbonilo del éster forma un carbocatión (II), el cual, después del ataque nucleofílico del alcohol, produce un intermediario tetrahédrico (III), que elimina el glicerol, formándose un nuevo éster (IV) y regenerándose el catalizador H^+ . De acuerdo a este mecanismo, ácidos carboxílicos pueden formarse por la reacción del carbocatión (II) con agua presente en la mezcla.

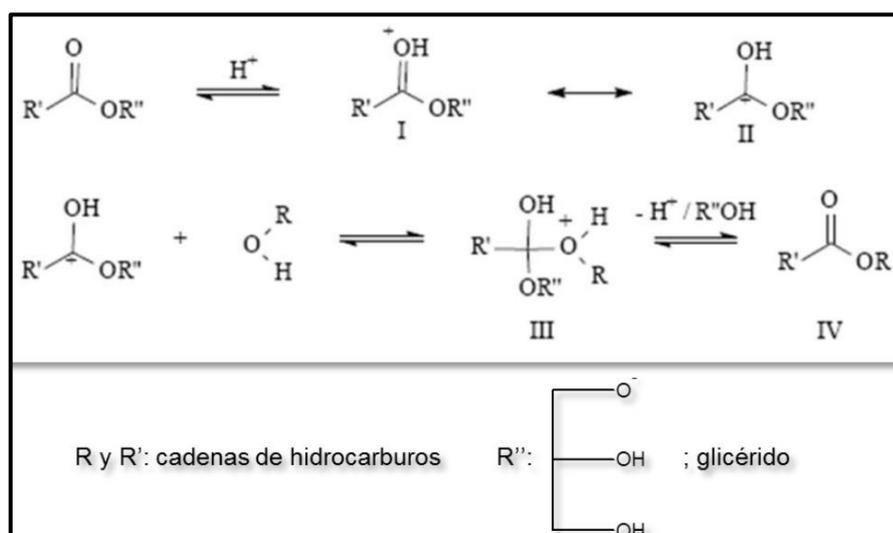


Ilustración 2-3: Mecanismo de transesterificación catalizada por ácido.

Fuente: Sánchez y Huertas, 2012.

Transesterificación catalizada por enzimas

Procesos no desarrollados comercialmente, los estudios realizados presentan aspectos en la cual implica la optimización de condiciones de la reacción en relación de disolventes, temperatura, pH, tipos de microorganismos generadores de enzimas entre otros aspectos. Esto con la finalidad de establecer condiciones óptimas para una aplicación a nivel industrial, no obstante, la reacción no presenta un rendimiento y tiempo favorable a diferencia de los catalizados por una base.

El proceso de transesterificación es catalizado por lipasas producidas por microorganismos: *Candida antártica*, *Candida rugosa*, *Pseudomonas cepacia*, lipasa inmovilizada (*Liposyme RMIM*), *Pseudomonas sp*, y *Rhizomucor miehei*. Se estudió la alcoholólisis enzimática de aceite de soja con metanol y etanol usando una lipasa inmovilizada comercial (*Liposyme RMIM*). se obtuvieron mejores condiciones en un sistema libre de disolvente con una relación molar de etanol/aceite de 3.0, una temperatura de 50 °C, y una concentración de enzima de 7.0 % (p/p), un rendimiento de 60% después de 1 h de reacción.

Transesterificación supercrítica con alcohol

La transesterificación de triglicéridos con metanol (MSC), se lleva mediante alcoholes, etanol, propanol, y butanol, ha tenido grandes resultados lo que llega a ser uno de los procesos más prometedor, este proceso se lleva a cabo a 350 °C 43MPa y 240 s con una relación molar de 42 metanol lo que proporciona condiciones óptimas para el proceso de obtención de biodiesel a partir del aceite de colza, la ventaja que se presenta es que los ácidos grasos libres pueden ser esterificados simultáneamente en el disolvente supercrítico.

2.13. Catalizadores empleados en la transesterificación de triglicéridos

La producción de biodiesel se da por el proceso de transesterificación de triglicéridos donde se emplea un sin número de catalizadores entre algunas podemos mencionar:

2.13.1. Óxidos de metales alcalinotérreos

Los óxidos de metales alcalinotérreos (MgO, CaO, SrO y BaO) son conocidos como catalizadores tipo óxidos metálicos básicos; en consecuencia, son susceptibles de utilizar los en reacciones de

transesterificación de aceites vegetales, estos presentan un ion metálico que se comporta como un ácido de Lewis y el oxígeno como un básico de Bronsted (Ortega et al., 2016, pp. 90-104).

2.13.2. Zeolitas ácidas

Las zeolitas son una clase de aluminosilicatos cristalinos basados en un esqueleto estructural aniónico rígido, con canales y cavidades bien definidas. Estas cavidades contienen cationes metálicos intercambiables (Na⁺, K⁺, etc.) y pueden retener moléculas removibles y reemplazables. La actividad catalítica depende de la presencia de unidades tetrahedicas de [AlO₄] ya el ácido se comporta con un carácter de tipo Lewis o (Ortega et al., 2016, pp. 90-104)

2.13.3. Zeolitas básicas

Las zeolitas pueden modificarse por intercambio de cationes alcalinos o por descomposición de una sal alcalina de un metal ocluido convirtiéndose en sólidos básicos interesantes. La presencia de cationes alcalinos aumenta la densidad electrónica del oxígeno en el armazón, actuando de esta manera como sitio básico, la capacidad de producción de biodiesel durante la reacción depende de la estructura, composición química y la naturaleza de interacciones (Ortega et al., 2016, pp. 90-104).

2.13.4. Heteropoliácidos (HPAs)

Los heteropoliácidos son ácidos complejos formados a partir de heteropoli aniones que tienen como unidad básica octaedros metal-oxígeno. Los tipos Keggin son los principalmente usados en el diseño de una variedad de catalizadores ácidos. Son considerados ácidos fuertes de Bronsted acercándose a ser considerados como superácidos, tienen gran estabilidad a temperaturas altas, son reutilizables y de fácil manejo (Ortega et al., 2016, pp. 90-104)

2.14. Uso de zeolitas en procesos industriales

La investigación para nuevos catalizadores con el fin de solventar problemas en elaboración de procesos industriales ha llevado a cabo el estudio de productos sostenibles y medioambientales aprovechando de mejor manera los recursos, para ello es necesario la síntesis y modificación de poros y cavidades de zeolitas que actúan como tamices moleculares (Corma, 2011, pp. 83-102).

2.14.1. Zeolitas en la transformación de biomásas en combustibles

Las zeolitas en el campo de la biomasa como catalizadores tipo ácido Brønsted o Lewis y como catalizadores redox es todavía limitada. Se pueden sintetizar catalizadores zeolíticos con centros activos bien definidos y con polaridad controlada (desde materiales hidrófobos a materiales hidrófilos) hace de las zeolitas y, en general de los tamices moleculares, materiales especialmente interesantes en este campo. La transformación de biomasa en combustibles líquidos, la pirólisis rápida de lignocelulosa en presencia de una zeolita ZSM-5 permite producir aromáticos del tipo benceno, tolueno y xileno (Corma, 2011, pp. 83-102)

2.14.2. Zeolitas como catalizadores para la eliminación de contaminantes

La emisión de óxidos de nitrógeno (NO_x) provenientes de fuentes móviles (automóviles) o fijas (fábricas de amoníaco, y plantas de generación de electricidad), son responsables de la lluvia ácida y de un aumento de ozono en la troposfera. Resulta evidente que, para tener bajos niveles de emisiones, se deberá reducir el contenido en moléculas nitrogenadas en el combustible con el fin de disminuir la formación de NO_x durante la combustión generada en los motores de combustión interna con el fin de eliminar los NO_x antes de que sean emitidos a la atmósfera. Se pueden encontrar revisiones literarias que describen el papel clave de la catálisis heterogénea en la eliminación de NO_x en la formación de biocombustibles (Corma, 2011, pp. 83-102)

2.15. Variables que afectan la reacción de transesterificación

Las variables más importantes que afectan el rendimiento del éster de metilo durante la reacción de transesterificación (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

- **Presencia de ácidos grasos libres**

Los ácidos grasos libres (AGL) y la humedad producen efectos negativos en el proceso por la formación de jabón ya que el catalizar es consumido, reduciendo su efectividad, dificultando la separación del glicerol.

- **Contenido de agua**

El alto contenido de agua en el proceso de transesterificación a altas temperaturas hidroliza los triglicéridos y diglicéridos y forman AGL, a temperaturas medias se forma jabón en cantidad excesiva.

- **El catalizador**

La clasificación de catalizadores usados en el proceso de transesterificación: ácidos, alcalinos, catalizadores enzimáticos o heterogéneos, los más eficaces para este proceso son catalizadores alcalinos: NaOH, KOH, este tipo de catalizadores son preferidos en procesos a nivel industrial debido a que son poco corrosivos para el equipo.

- **Temperatura y tiempo de reacción**

Estas variables están estrechamente relacionadas ya que con esto se da la velocidad de reacción, este tipo de reacción tiene un empleo de una temperatura de 60-70 °C que es el punto de ebullición del etanol y a presión atmosférica. Si la reacción se lleva a altas presiones (9000kPa) y altas temperaturas (240 °C) no requiere de un pretratamiento, dando un rendimiento máximo para los procesos esterificación y transesterificación.

- **Pureza de los reactivos**

El material suspendido que contenga el aceite provoca impactos negativos en la conversión, la utilización de aceites vegetales crudos genera una conversión de 65- 84% mientras que el uso de aceite refinado tiene una conversión de 94-97%, por lo que es recomendable trabajar a temperaturas y presiones altas para prevenir este tipo de inconvenientes.

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

La experimentación de este proyecto se realizó en las siguientes etapas:

La primera parte se llevó a cabo en la obtención o recolección de la materia prima, la cual se usó para la obtención del combustible, la muestra recolectada pertenece a uno de los restaurantes de comida rápida POLLO EJECUTIVO perteneciente a la ciudad de Riobamba, esto debido a que este tipo de locales tienden a generar mayor cantidad de aceite de cocina usado la cual sirve para ser usada como materia prima para el proceso de obtención del biodiesel.

Una vez obtenido el aceite es necesario realizar pasos previos de purificación antes de realizar el proceso de transesterificación con la finalidad de obtener un aceite limpio de restos de comida presentes en el aceite.

- ***Filtración de aceite de cocina usado***

Para esto es necesario que las condiciones del aceite recolectado cumplan con ciertos parámetros, el aceite debe estar limpio de impurezas, lo que hace necesario un tratamiento para la eliminación de restos de comidas contenidos en el aceite, para este proceso se lo puede realizar mediante una filtración lo cual consiste en pasar el aceite a través de una media nilón. Además de eso se realizó las siguientes pruebas: índice de acidez, índice de refracción, índice de peróxidos, viscosidad y densidad.

- ***Eliminación del agua presente en el aceite***

En el proceso de transesterificación es necesario la eliminación de agua con la finalidad de evitar problemas en el proceso, para esto requiere llevar el aceite a 100 °C una temperatura para poder eliminar el agua, mientras disminuye el vapor es necesario subir la temperatura a 130 por unos 10 minutos, posteriormente su enfriamiento.

3.1. Caracterización del aceite usado

Estas caracterizaciones se realizaron mediante pruebas establecidas bajo las normas técnicas ecuatorianas NTE INEN específicas para cada propiedad como se muestra en las siguientes tablas.

3.1.1. Determinación de acidez

Tabla 3-1: Determinación de acidez

Determinación de índice de acidez			
Fundamento	Materiales	Técnica NTE INEN 38	Cálculo
<p>Permite determinar el contenido de ácidos grasos libres, expresados convencionalmente como gramos de ácido oleico, láurico por cada 100 g de sustancia.</p> <p>La acidez es un índice que nos indica la calidad del aceite y sirve para clasificar el aceite en aceite lampante, aceite de virgen o aceite extra virgen.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Balanza analítica Erlenmeyer de 250ml Vasos de precipitación Bureta 30ml, pinza y soporte Pipetas Probetas NaOH al 99% 	<ul style="list-style-type: none"> Valoración ácido-base Preparar una solución estándar al 0.1N de NaOH previamente ya estandarizada, fenolftaleína se usa como un indicador. Pesar entre 5 y 10g de muestra con aproximación de 0.01g Agregar 100 ml de mezcla alcohol-éter a los g de muestra. Colocar la solución de NaOH en la bureta y valorar. 	$A = \frac{M \cdot V \cdot N}{10 \cdot m}$ <p>A= acidez del producto M= masa del ácido usado (oleico) V= volumen de solución de NaOH ocupada N= normalidad de la solución preparada m= masa de la muestra analizada en g</p>

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.1.2. Determinación de densidad

Tabla 3-2: Determinación de densidad

Determinación de densidad a 25°C			
Fundamento	Materiales	Técnica NTE INEN 35	Cálculo
<p>Este método permite determinar la densidad de un fluido en referencia a la densidad de un fluido conocido como el agua.</p> <p>En línea general la densidad relativa de la mayor parte de los aceites, tanto minerales como vegetales, se encuentra entre 0.840 y 0.960. La densidad del aceite cambia con la temperatura.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Balanza analítica Probetas Picnómetros de 10ml 	<ul style="list-style-type: none"> Pesar el picnómetro vacío y registrar su peso Colocar 10ml de muestra en un picnómetro y pesar su peso y registrar De la misma manera pesar un picnómetro vacío y registrar el valor Colocar 10ml de agua en el picnómetro y pesar 	$d = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$ <p>d= densidad relativa 25°C m₀= masa en g del picnómetro vacío m₁= masa en g del picnómetro lleno de agua m₂= masa en g del picnómetro lleno de la muestra</p>

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.1.3. Determinación de índice refracción

Tabla 3-3: Determinación de refracción

Determinación de índice de refracción			
Fundamento	Materiales	Técnica NTE INEN 35	Cálculo
Se define como la razón de la velocidad de la luz en el vacío con respecto a la velocidad de la luz en el aceite evaluado.	<ul style="list-style-type: none"> • Refractómetro RA-620 • 	<ul style="list-style-type: none"> • Colocar una gota de muestra dentro del equipo durante un aproximado de 15 segundos. • Anotar el valor dado para realizar la corrección del dato 	$R = R' + K(t' - t)$ <p>R= índice de refracción a t °C R'= índice de refracción a t °C t= temperatura a la cual se realizado la determinación en °C K= 0.000365 grasas y 0.000385 aceites</p>

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.1.4. Determinación de viscosidad

Tabla 3-4: Determinación de viscosidad

Determinación de viscosidad			
Fundamento	Materiales	Técnica	Equipo usado
Es la propiedad que poseen los líquidos a fluir, esto demuestra que tanto puede fluir el aceite dependiendo la temperatura en la que se encuentre, los aceites son más viscosos en relación con el aumento de temperatura.	<ul style="list-style-type: none"> Vaso de precipitación 250 ml Probeta 	<ul style="list-style-type: none"> Colocar en un vaso de precipitación de 250ml la muestra. Preparar el equipo para la prueba y dejar durante un aproximado de 5 min Anotar el valor obtenido. 	

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.1.5. Determinación de índice de peróxido

Tabla 3-5: Determinación de índice de peróxido

Determinación de índice de peróxido			
Fundamento	Materiales	Técnica NTE INEN 277	Cálculo
Es un parámetro que ayuda a determinar las condiciones y calidad en las que se encuentra el aceite comestible, permitiendo determinar la oxidación del	<ul style="list-style-type: none"> Erlenmeyer de 250ml Vasos de precipitación Bureta 30ml, pinza y 	<ul style="list-style-type: none"> Pesar 5g de muestra con aproximación de 0.1 Colocar 30ml de solución de cloroformo y ácido acético con la muestra. Añadir 0.5cm³ de solución yoduro de potasio, 	$I = \frac{vN}{m} 1000$

<p>aceite cuando los ácidos grasos insaturados reaccionan con el oxígeno dando lugar a los peróxidos.</p> <p>Es el número de miliequivalentes de oxígeno por kilogramo de muestra.</p>	<p>soporte</p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipetas • Probetas • Balón de aforo 	<p>agregar 30ml de agua destilada</p> <ul style="list-style-type: none"> • Valorar con tiosulfato de sodio 0.1N, hasta que cambie de color • Agregar 0.5 de solución indicadora de almidón • Valorar con tiosulfato de sodio hasta que desaparezca el color azul. 	<p>I= índice del peróxido en meq de O₂ por Kg del producto.</p> <p>v= volumen de la solución de tiosulfato de sodio empleado</p> <p>N= normalidad de la solución de tiosulfato de sodio</p> <p>m= masa en g de la muestra</p>
--	--	--	--

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.2. Proceso de obtención de biodiesel

Reactivos

- Hidróxido de sodio (NaOH) al 99% de pureza
- Metanol anhidro al 98% o superior
- Aceite de cocina usado 10L
- Catalizador regenerado en base de zeolita

Características del catalizador regenerado

La selección del catalizador se realizó esperando que muestre los siguientes criterios en la obtención de biodiesel: actividad (altas conversiones para poca cantidad de catalizador adicionado), selectividad (producciones altas del producto deseado suprimiendo las reacciones consecutivas y competitivas), estabilidad (pequeños cambios del catalizador durante el tiempo de uso y regeneración). Reproducibilidad (facilidad en su preparación), regeneración y toxicidad y costo.

La caracterización de este catalizador se realizó mediante una operación de tamizado, además de pruebas analíticas, como Difracción de Rayos X, para verificar la composición en el reactivo adquirido. El área superficial, volumen de poro y distribución de poros, se realiza por medio de la adsorción de Nitrógeno gaseoso (Cardeño et al., 2010, pp. 83-94).

El catalizador regenerado empleado en este trabajo se obtuvo mediante la regeneración de catalizadores agotados realizado por (Andrade Ávila, 2020, pp. 1-96) En donde presenta la composición del Catalizador regenerado usado en base zeolita FCC (BCCB8476) zeolita, las propiedades de este catalizador son las siguientes: composición de Si (23,56%), Al (20,55%), La (3,08%), Ti (1,10%), Fe (0,66%), V (0,17%), Nb (0,16%), P (0,13%), Ca (0,10%), Ni (0,09%), Mg (0,09%). En la cual los 3 primeros elementos son los de mayor composición del catalizador. Los tamaños de los poros del catalizador van desde 0.2098 a 0.2530mm además de poseer un área superficial de 66 a 115 m²/g lo que promete ser un catalizador adecuado para el proceso de transesterificación.

3.2.1. *Proceso de transesterificación con NaOH*

Instalación experimental

El sistema de reacción consiste en un balón de vidrio de 500 ml de capacidad, con dos bocas esmeriladas. Se colocó un refrigerante a reflujo en una de las bocas esmeriladas para evitar la pérdida del metóxido de sodio por evaporación, en la segunda se colocó un corcho con un termómetro para controlar la temperatura durante el proceso de reacción y la misma se usó para la colocación del metóxido, el equipo para el proceso de transesterificación que se usó fue una plancha de calentamiento y agitación, para la ayuda de agitación se usó un magneto para realizar la mezcla durante la reacción, la velocidad para este proceso fue de aproximadamente de 100rpm una vez alcanzada la temperatura adecuada, para la realización de este proceso se basó en base al proceso descrito por (Espinoza y Palmay, 2009, pp. 1-109).



Ilustración 3-1: Instalación del equipo

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Preparación del metóxido

La preparación se realizó en un recipiente aparte donde se diluyó el NaOH (preferencia que este triturado en polvo para una dilución más rápida) con metanol al 98% para ser agregado al reactor una vez alcanzada la temperatura necesaria para el proceso de transesterificación, las relaciones que se tomó para la preparación de la reacción fueron de 3.5g de NaOH por 1L de aceite, la cantidad de metanol empleado fue del 20% con respecto al volumen de aceite utilizado.

Condiciones de operación

Al llevarse a cabo la reacción de transesterificación, se deben tener en cuenta las siguientes variables:

- Temperatura
- Tiempo de reacción

La temperatura a la cual se efectuó la reacción fue de 60°C debido a la temperatura de ebullición del metanol es 65°C. El tiempo de reacción fue de 1-2 horas, tomándose muestras de reacción en el lapso 1-2 horas para luego tomar muestras y realizar el análisis del IR. En todas las reacciones se trabajó a presión atmosférica con una velocidad de agitación de 100 rpm, para producir la reacción, durante este proceso se formó la glicerina que es un subproducto de la transesterificación la cual mediante tratamientos puede ser usada con fines farmacéuticos y cosméticos.

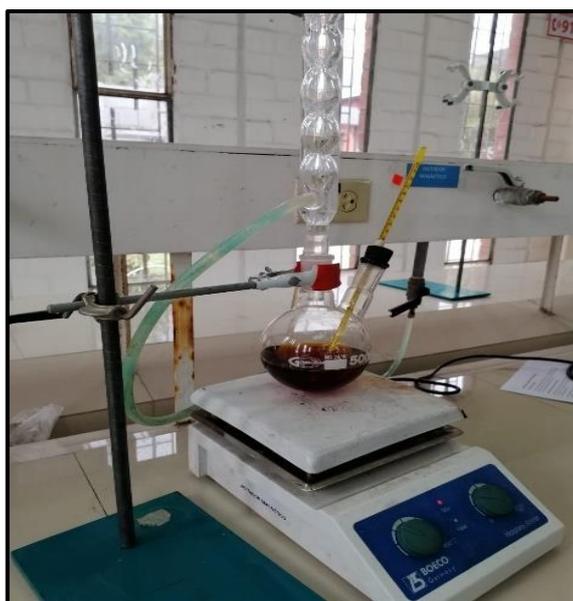


Ilustración 3-2: Reacción de transesterificación

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Separación del biodiesel y la glicerina

Una vez concluido el proceso de transesterificación la mezcla de biodiesel y glicerina obtenida se transfirió a un embudo de separación para después ser dejado en reposo por 24 horas aproximadamente para separación del biodiesel (fase superior) y la glicerina (fase inferior).



Ilustración 3-3: Separación de biodiesel y glicerina

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Purificación del biodiesel obtenido

La purificación del biodiesel se llevó a cabo por varios pasos los cuales son:

El lavado

Una vez separada la glicerina y restos de jabón presentes en el biodiesel fue necesario lavar con agua destilada a una temperatura de 60 grados centígrados, el volumen usado para este proceso fue ocupar $\frac{1}{3}$ del volumen inicial del aceite a tratar. El lavado se realizó varias veces hasta que el agua se vea transparente, el lavado puede ser realizado de 8 a 10 veces, si es necesario más lavados se lo realiza hasta dejar el biodiesel libre de impurezas.



Ilustración 3-4: Lavado de biodiesel

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Secado

Es necesario llevar el biodiesel una vez lavado a una estufa para la eliminación de la presencia de humedad o agua, para esto se llevó a 110 grados centígrados por un periodo de tiempo de 30 a 45 minutos, también se puede realizar el secado del biodiesel en un periodo de 24 h a una temperatura de 45 grados centígrados.



Ilustración 3-5: Secado de biodiesel

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Centrifugado

Se realizó la centrifugación del biodiesel con la finalidad de eliminar los últimos residuos presentes en el combustible, los rpm fueron de 2500 a 3000 por un tiempo de 30 minutos.



Ilustración 3-6: Centrifugado de biodiesel

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Filtrado al vacío

Esto se llevó a cabo con la finalidad de eliminar la turbiedad del biodiesel y así tener un combustible con mejor apariencia. Finalmente es necesario almacenar la muestra en envases ámbar.



Ilustración 3-7: Filtración de biodiesel

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.2.2. *Proceso de Transesterificación con catalizador regenerado (zeolita HY)*

El sistema de reacción consistió básicamente en la transesterificación descrita para NaOH ver **Ilustración 4.3**, la única diferencia que la velocidad de agitación fue alrededor de los 500 rpm.

Para este proceso fue necesario primero la mezcla del aceite con el catalizador por un tiempo de 15 a 30 min, en ese tiempo es particular que alcance la temperatura de 60 grados centígrados para el proceso de transesterificación para luego agregar el metanol. Se usó 100 ml de aceite de cocina con 1.5 de zeolita y 40ml de metanol.

Condiciones de operación

- Temperatura
- Tiempo de reacción

La temperatura a la cual se efectuó la reacción se encuentra determinada en principio por la temperatura de ebullición del alcohol empleado como reactivo. En las reacciones, debido al uso del metanol, la temperatura se mantuvo en 60°C El tiempo de reacción llegó de 4-8 horas, tomándose muestras de reacción a las ,4,5, 6 y 8 horas para el análisis de IR. En todas las reacciones se trabajó a presión atmosférica, y se fijó la velocidad de agitación en 500 rpm, es necesario subir poco a poco la agitación para evitar salpicaduras, para conseguir un régimen turbulento constante en el proceso de transesterificación estos parámetros se establecieron de acuerdo a los datos reportados por (Shu et al., 2007, pp. 2159-2165).

Se observó que las reacciones realizadas que conllevaron un tiempo de 4h presentaron reacciones incompletas por lo que no es recomendable el empleo de este tiempo siendo así un desperdicio de reactivos, por lo cual se realizó pruebas con otros tiempos de reacción de 5-6h los cuales mostraban reacciones incompletas por lo cual se optó emplear un tiempo de 8h continuas de reacción presentando buenos resultados visuales.



Ilustración 3-8: Reacción incompleta 4h

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.



Ilustración 3-9: Reacción incompleta 5h y 6h

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.



Ilustración 3-10: Reacción completa 8h

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

(Shu et al., 2007, pp. 2159-2165) describe que es necesario la destilación para separar los reactivos y el producto, especifica destilar la muestra a la temperatura de 65-70 °C una vez concluida el tiempo de reacción con la finalidad de recuperar el metanol empleado de esta manera no se pierden reactivos.



Ilustración 3-11: Destilación de metanol

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Separación del biodiesel y catalizador restante

La mezcla de biodiesel obtenida en el proceso de transesterificación se transfirió a un embudo de separación y se dejó en reposo por 24 horas para separación del biodiesel (fase superior) y el catalizador (fase inferior), para la separación es necesario transferir el biodiesel a otro recipiente para posterior remover el catalizador presente en el embudo de separación. El beneficio de este proceso es que no se obtiene un subproducto como es la glicerina lo cual nos da la obtención única del biodiesel.



Ilustración 3-12: Separación de biodiesel y catalizador

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Purificación del biodiesel obtenido

La purificación del biodiesel se llevó a cabo por varios pasos:

Secado, es necesario llevar el biodiesel una vez filtrado a una estufa para la eliminación de la presencia de humedad o agua, para esto se llevó a 110 grados centígrados por un periodo de tiempo de 30 a 45 minutos, también se puede realizar el secado del biodiesel en un periodo de 24 h a una temperatura de 45 grados centígrados tal y como se describió para el proceso anterior.

El filtrado, una vez separado el catalizador del biodiesel es necesario filtrarlo con el fin de eliminar rastros de catalizador presente en el biodiesel.



Ilustración 3-13: Filtración de biodiesel

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Nota:

Se realizó un lavado al biodiesel obtenido con el catalizador regenerado con la finalidad de ver que tan rentable es el proceso de lavado, pero hacer eso involucra grandes pérdidas de biodiésel además de requerir mayor tiempo y recursos para obtener el producto final, por lo cual no se recomienda lavar el biodiesel ya que no se requiere de este proceso debido a realizar el lavado implica la presencia de OH, por lo que se recomienda para la purificación del biodiesel solo filtrar y secarlo.

3.3. Caracterización del biodiesel obtenido (NaOH y Zeolita)

Todas las mediciones se realizaron siguiendo el método adecuado para cada parámetro según la norma ASTM D6751 correspondiente para los biodiesel B100. En las tablas se resume la caracterización tanto física como química y las normas aplicadas para las correspondientes determinaciones.

3.3.1. Determinación de densidad

Tabla 3-6: Determinación de densidad

Determinación de densidad a 15°C y Grados API			
Fundamento	Materiales	Técnica ASTM D1298	Cálculo
<p>Este método permite determinar la densidad de un sólido en referencia a la densidad de un fluido conocido como el agua.</p> <p>La densidad permite conocer en qué condiciones se encuentra el biodiesel obtenido lo que permitió conocer el rango determinando si está dentro o no del parámetro</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Balanza analítica • Probetas • Picnómetros de 10ml con termómetro • Hidrómetro 	<ul style="list-style-type: none"> • Pesarse el picnómetro vacío y registrar su peso • Llenar el picnómetro de muestra, pesar y registrar el dato • De la misma manera registrar el volumen del peso de la muestra • Colocar el hidrómetro dentro de una probeta de 250 ml con la muestra y registrar el dato 	$d = \frac{m_1 - m_0}{v}$ <p>d= densidad relativa 15°C m₀= masa en g del picnómetro vacío m₁= masa en g del picnómetro lleno de la muestra v= volumen de la muestra</p>

Realizado por: Anrango, Bryan, 2023.

3.3.2. Determinación de viscosidad

Tabla 3-7: Determinación de viscosidad

Determinación de viscosidad			
Fundamento	Materiales	Técnica ASTM D445	Cálculo
La viscosidad es la propiedad que poseen los líquidos a fluir, esto demuestra que tanto puede fluir el aceite dependiendo la temperatura en la que se encuentre, los aceites son más viscosos en relación con el aumento de temperatura.	<ul style="list-style-type: none"> • Viscosímetros • Equipo de baño maría • Soporte y pinzas • Cronometro • Pero de succión 	<ul style="list-style-type: none"> • Colocar cierta cantidad de muestra hasta donde indique el viscosímetro • Succionar la muestra hasta la indicación del viscosímetro y soltar. • Tomar el tiempo en cuanto dura en bajar todo el fluido 	$v = t * c$ <p>v= viscosidad cinemática mm²/s c= constante del viscosímetro t= tiempo de flujo o descenso del fluido</p>

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

3.3.3. Determinación de punto de inflamación

Tabla 3-8: Determinación de flash point

Determinación de punto de inflamación			
Fundamento	Materiales	Técnica ASTM D93	Cálculo
El punto de inflamabilidad o de ignición es la temperatura crítica a la que se inflama una mezcla de gas inflamable y	<ul style="list-style-type: none"> • Probetas 100ml • Equipo de flas point ASTM 	<ul style="list-style-type: none"> • Colocar 100ml en la celda del equipo de flash point • Encender la mecha y posterior el 	Reportar el dato de la última temperatura como valor del punto de inflamación.

<p>aire. Se alcanza cuando la mezcla alcanza una llama y se mantiene ardiendo durante al menos cinco segundos.</p>		<p>equipo</p> <ul style="list-style-type: none"> • Observar el termómetro y cuando llegue a 100 °C abrir la cámara de gas. • Observar la temperatura y la mecha en el momento que se apague y registrar el valor 	<p>Cuando la presión difiere de 101.3 KPa, se corrige el punto de inflamación mediante las ecuaciones:</p> $F. P. C = C + 0.25(101.3 - K)$ $F. P. C = F + 0.06(760 - P)$ $F. P. C = C + 0.033(760 - P)$ <p>Donde: C = Punto de inflamación observado</p>
--	--	--	--

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS

4.1. Características del aceite de cocina usado

Tabla 4-1: Resultados de la caracterización del aceite

PROPIEDADES	UNIDAD	RESULTADO	LÍMITE DE ACEITE COMESTIBLE	NORMA
Acidez	Ácido oleico mg/g	0,45	< 0,10	INEN 38
Índice de acidez	KOH mg/g	0.897	< 2	INEN 38
Densidad 40 C	g/ml	0.880	0.8957-0.910	INEN 35
Índice de refracción	-	1.4770	1.4591-1.4617	INEN 42
Viscosidad	cP	90.7	-	-
Índice de peróxido	meq/kg	8	< 10	INEN 277

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

El aceite usado de cocina como materia prima presento características similares a un aceite virgen, pese a ser ya usado en la cocción de alimentos, estos datos resultaron favorables para la reacción, en específico el contenido de índice de acidez, mediante el cual ayudo a la determinación de la cantidad de catalizador a usar en el proceso de obtención de biodiesel, para aceites vírgenes y aceites con índice de acidez menor a 1% se utilizó 3,5g de NaOH por litro de aceite, (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288; Gandón et al., 2017). Describen que entre mayor sea el valor de acidez mayor será la cantidad de catalizador a usar para el proceso de transesterificación. El índice de peróxido determina la oxidación del aceite cuando los ácidos grasos insaturados reaccionan con el oxígeno dando lugar a los peróxidos esto quiere decir que a mayor índice de peróxido menor capacidad antioxidante posee el aceite, dando problemas a la formación de ésteres metílicos.

Los resultados del aceite usado en este trabajo difieren ligeramente con el aceite obtenido de higuerrilla densidad y índice de refracción es menor a en comparación al aceite obtenido de higuerrilla 0.9589 g/ml y refracción de 1.4770 que también fue usado en obtención de biodiesel, lo cual permite analizar la calidad de biodiesel obtenida por el empleo de materias primas diferentes, aunque la densidad y refracción no interfieren en gran magnitud en el proceso de transesterificación (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

4.2. Proceso de transesterificación y condiciones de operación

4.2.1. Ensayos de reacción con NaOH

Tabla 4-2: Ensayos de reacción NaOH

# Ensayos	Temperatura °C +/- 5	Metanol g / 90 g de aceite	NaOH g/900g aceite	Tiempo Reacción (min)	Masa Aceite usado (g)	Masa Biodiesel (g)	Glicerina (g)	Rendimiento (%biod/Aceite usado)	Agitación	
									Velocidad aprox	Tiempo
1	60	20	3.5	3:20	180	155.75	26.5	86.5	100rpm	1h
2				4:10	270	243.86	37.1	90.3		
3				3:45	270	244.75	42.4	90.6		
4				3:50	270	243.3	37.2	90.1		

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Temperatura y tiempo

Se estableció una temperatura de 60 grados centígrados ya que esta ofreció una mayor reacción de la incorporación de los reactivos con el fin de obtener un mayor resultado y un mayor producto, esto se realizó en un lapso de tiempo de 1h de reacción después de agregar los reactivos al aceite de cocina una vez alcanzados la temperatura esperada.

Concentración de catalizador

Las relaciones del catalizador fueron en base a la cantidad del aceite usado, 3.5g de NaOH a partir de un litro de aceite, para la primera parte experimental se comenzó con una cantidad de 200 ml de aceite, donde se agregó 0.7g de NaOH diluida en 40ml de metanol lo cual corresponde al 20% v/v del aceite usado.

4.2.2. Ensayos de reacción con Catalizador regenerado

Tabla 4-3: Ensayos de reacción catalizador regenerado

# ensayos	Temperatura °C +/- 5	Metanol g/ 90g aceite	zeolita g/900g aceite	Tiempo de Reacción min	Masa de Aceite usado (g)	Masa de Biodiesel (g)	Glicerina	Rendimiento de reacción (% V bio/ V Aceite usado)	Agitación	
									Velocidad aprox	Tiempo
1	60	20	15	10	90	-	-	-	500rpm	4h
2				10		-	-	-		4h
3				10		-	-	-		5h
4				10		-	-	-		6h
5				13	70.25	0	87.5	8h		
6				12	200	175	0	87.5		8h
7				15	270	274	0	91.3		8h
8				15	270	275	0	91.6		7h
9				14	270	270	0	90		8h

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Temperatura y tiempo

Se estableció una temperatura de 60 grados centígrados ya que esta ofrece una mayor reacción de la incorporación de los reactivos con el fin de obtener un mayor resultado y un mayor producto, esto se realizó en un lapso de tiempo de 8h de reacción después de agregar los reactivos al aceite de cocina una vez alcanzados la temperatura esperada.

Concentración de catalizador

Las relaciones del catalizador fueron en base a la cantidad del aceite usado, 15g de Zeolita a partir de un litro de aceite, para la primera parte experimental se comenzó con una cantidad de 100 ml de aceite, donde se agregó 1.5g de zeolita diluida en con el aceite a una temperatura de 60 °C por 15 min y luego se colocó 40 ml de metanol.

Condiciones empleadas para el proceso de transesterificación

Se determinaron las condiciones de transesterificación con las que mejor resultado presentaron para cada tipo de reactivo:

- 1) Para NaOH una temperatura de 60 C, agitación de 100rpm, concentración de reactivo (metanol) 20% y catalizador (NaOH) 0.035% peso en 1L de volumen, generando una reacción en un tiempo de 1h, teniendo el mayor rendimiento de un 90%.
- 2) Para el proceso con ayuda del catalizador regenerado se empleó la misma temperatura de 60 C, una agitación de 500rpm, concentración de metanol 25%, y catalizador regenerado 0.15 % peso en 1L de aceite, el tiempo de reacción optimo va de 7h a 8h, destilar el producto con la finalidad de recuperar metanol, este proceso presentó el máximo rendimiento de 91%. Comparado el rendimiento con la obtención de biodiesel con aceite de higuera se observa un rendimiento superior.

Los detalles del proceso de obtención del biodiesel para cada reactivo se establecieron en la investigación realizada donde se especifica cada paso del proceso de transesterificación, el biodiesel obtenido en ambos es de un rendimiento del 90% en peso, esto es muy considerable debido a que se partió del uso de aceite usado, quemado y obscuro.

4.3. Características del biodiesel obtenido (NaOH y Zeolita HY)

Las características físicas y químicas de un biocombustible dependen de la materia prima empleada y de la pureza que tengan. Para comparar las características del biodiesel analizado se realiza una observación de datos con los de un diésel comercial donde se muestra parámetros.

Tabla 4-4: Datos de Diesel comercial

Parámetro	Unidad	Resultados	Método	Limite	
				Min	Max
Densidad	g/ml	0.845	ASTM D 287-67		850
Grados API	°API	35.42	ASTM D 287-67	-	-
Viscosidad	mm ² /s	2,30	NTE INEN 810	1,9	6
Punto de inflamación	°C	60.26	ASTM D 92	120	-
Temperatura destilación al 90% recuperado	°C	292	ASTM D 86		360
Índice de cetano	-	49	INEN 1495	40	-
Poder calórico	MJ/Kg	45.187	ATMD D 5865	33	-

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Tabla 4-5: Resultados de biodiesel

Parámetro	Unidad	NaOH	Catalizador	Método de ensayo	Limite	
					Min	Max
Densidad 15°C	g/ml	0.885	0.922	ASTM D1298	0,800	0,950
Grados API 15°C	-	23.4	28.3	ASTM D1298	-	-
Viscosidad 40°C	mm ² /s	3.5	4.4	ASTM D445	1,9	6
Punto de inflamación	°C	156	196	ASTM D93	120	-
Poder calórico	MJ/Kg	42.72	36.61	ASTM D240	33	-

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

El biodiesel obtenido presentó características físicas como: punto de inflamación 156 y 196 C, viscosidad 3.5 y 4.4 mm²/s, densidad 0.885 g/ml y 0.922 g/ml, grados API 23.4 y 28.3 para NaOH y catalizador regenerado respectivamente, los parámetros están dentro de los parámetros establecidos, con diferencia del biodiesel obtenido con catalizador regenerado por poseer una densidad elevada por la cual se considera un combustible pesado, por eso se requiere cuidado en su uso. Para el poder calórico de ambos biodiesel ronda entre 42.72 y 36.61 MJ/Kg lo cual poseen un valor similar a la del diésel comercial pero no se considera óptimo para usarlo como B100, se sugiere realizar una combinación del producto obtenido con diésel comercial, para ser empleado

en motores de combustión. Los resultados comparados del diésel comercial y biodiesel se observaron que los puntos de inflamación son superiores para el biodiesel a 120 oC y poder calórico difiere drásticamente uno del otro, donde lo ideal sería que el biodiesel tenga un poder calórico similar al del diésel comercial de 45.187 MJ/Kg para ser empleado directamente en motores y ser considerado B100, por lo que el catalizador requiere una mezcla.

4.4. Análisis de FT-IR del combustible

4.4.1. Diesel comercial

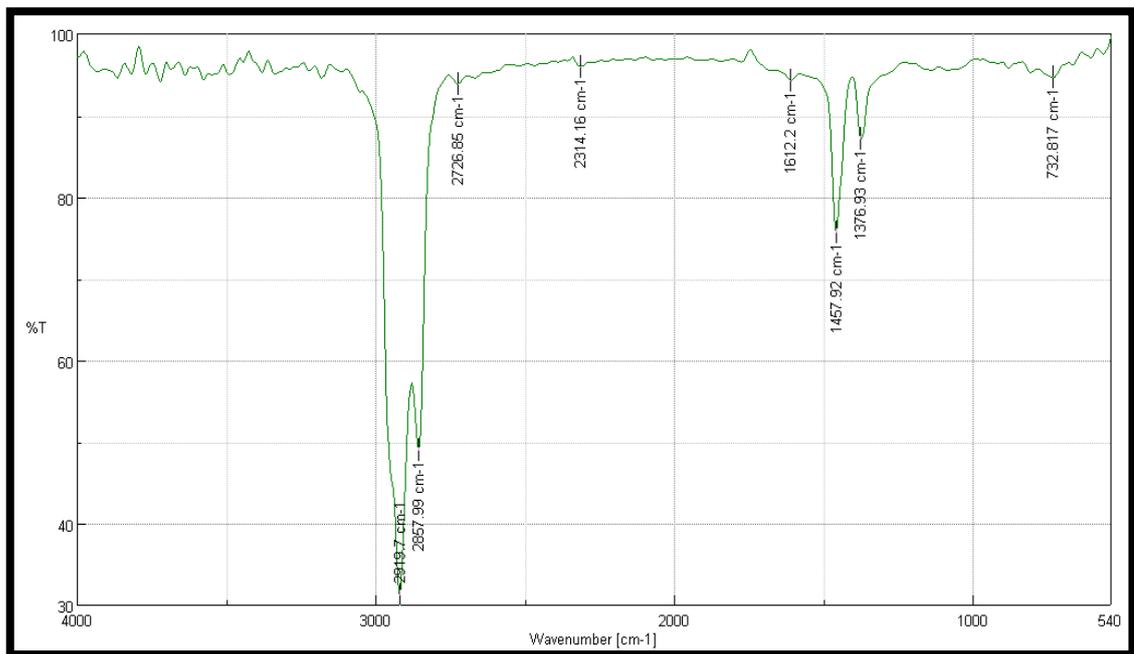


Ilustración 4-1: Análisis del FT-IR del Diesel comercial

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Frecuencia cm^{-1}
2919,7
2857,99
2726,85
2314,16
1612,2
1457,92
1376,93
732,817

La espectroscopia infrarroja del diésel comercial permitió determinar la presencia de los tipos de compuestos presentes en el diésel, se realizó la identificación de los grupos orgánicos funcionales,

donde se pudo observar la presencia de alcanos con intensidad fuerte 2919.7-2857.99 cm^{-1} conteniendo enlaces de C-H, además de que presento ácidos carboxílicos con puentes de hidrogeno con una intensidad amplia en 2726.85 cm^{-1} , también se observa la presencia de compuestos nitro 1376.93 cm^{-1} , compuestos de aminas amidas 1241.93 cm^{-1} , finalmente se observa la presencia de anillos aromáticos 640-900 cm^{-1} con una intensidad fuerte y la presencia de alquenos con enlaces de C-H con una intensidad fuerte.

4.4.2. Biodiesel NaOH

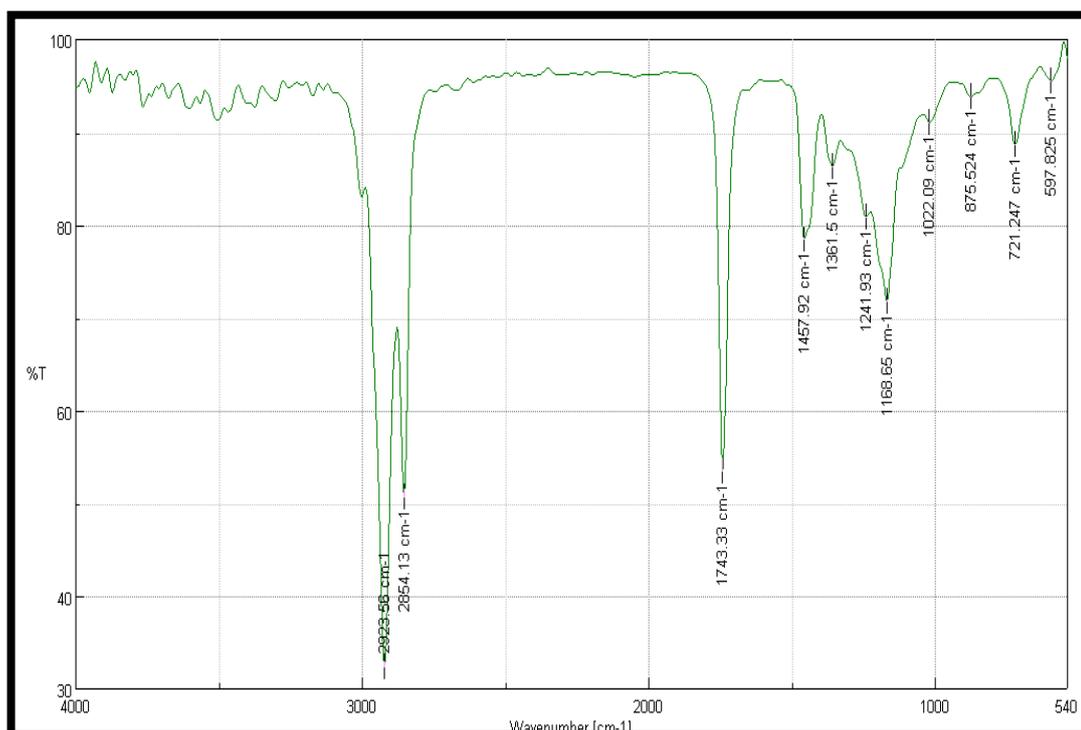


Ilustración 4-2: Análisis del FT-IR del Biodiesel NaOH

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Frecuencia cm^{-1}
2923.56
2854.13
1739.48
1457.92
1361.5
1241.93
1168.65
1014.37
856.239
721.247
678.82
586.254

La espectroscopia infrarroja del biodiesel permitió la identificación de los grupos orgánicos funcionales, donde se pudo observar la presencia de alcanos con intensidad fuerte 2923.56-2854.13 cm^{-1} conteniendo enlaces de C-H, además de presentar ácidos carboxílicos, aldehídos, y ésteres 1739.48 cm^{-1} con una intensidad fuerte, también se observa la presencia de compuestos nitro 1361.5 cm^{-1} , compuestos de aminas amidas 1241.93 cm^{-1} , finalmente se observa la presencia de anillos aromáticos 640-900 cm^{-1} con una intensidad fuerte.

4.4.3. Biodiesel catalizador regenerado Zeolita HY

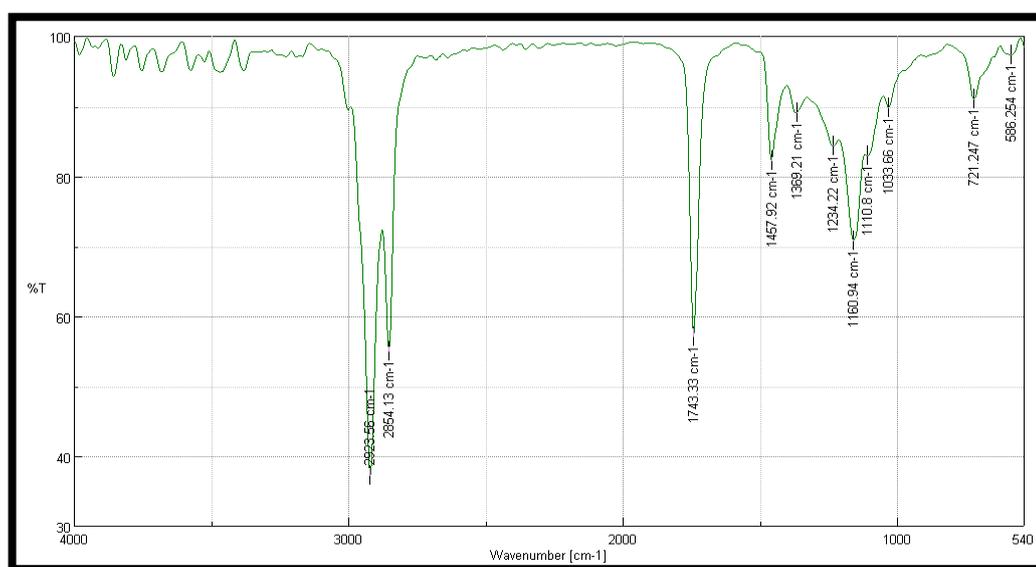


Ilustración 4-3: Análisis del FT-IR del Biodiesel Catalizador Regenerado

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Frecuencia cm^{-1}
2919.7
2854.13
2348.87
1743.33
1457.92
1369.21
1230.36
1160.94
1106.94
721.247
582.397

La espectroscopia infrarroja que se realizó al biodiesel obtenido con ayuda del catalizador regenerado permitió la identificación de los grupos orgánicos funcionales, donde se pudo observar la presencia de alcanos con intensidad fuerte 2919.7-2854.13 cm^{-1} conteniendo enlaces de C-H, además de presentar ácidos carboxílicos, aldehídos, cetonas y ésteres 1743.33 cm^{-1} con una intensidad fuerte presentando enlaces de (C-O), también se observa la presencia de

compuestos nitro (NO₂) en 1361.5 cm⁻¹, compuestos de aminas amidas 1230.36 cm⁻¹, finalmente se observa la presencia de anillos aromáticos 640-900 cm⁻¹ con una intensidad fuerte en 721.247 cm⁻¹.

4.5. Análisis de cromatografía de gases y espectroscopia de masas GC-MS

La prueba GC-MS permitió la determinación de los componentes de masas ya que analiza y cuantifica los compuestos trazas presentes. El biodiesel obtenido con NaOH y metanol presenta compuestos ésteres metílicos los cuales ayudaron a determinar la pureza de biodiesel obtenido.

4.5.1. Análisis GC-MS NaOH y catalizador regenerado

Análisis GC-MS NaOH

Tabla 4-6: Análisis GC-MS NaOH

ANÁLISIS GC-MS NaOH	
Nombre del componente	Composición %
Éster metílico del ácido octanoico	0,228
9-oxo, éster metílico del ácido nonanoico	0,071
Éster metílico del ácido dodecanoico	0,238
Tetradecanoato de metilo	1,218
Éster metílico del ácido tridecanoico (Isómero)	0,194
Éster metílico del ácido (Z)-7-hexadecenoico (Isómero)	1,617
Metil tetradecanoato	26,608
Éster metil del ácido (Z)-7-hexadecenoico (Isómero)	0,188
Éster metílico del ácido tridecanoico (Isómero)	0,270
Éster metil, ácido 9,12-Octadecanoico	49,34
Éster metil del ácido (Z)-9- Octadecanoico	3,592
Estearato de metilo	6,821
9,10 epoxi, metil éster del ácido octadecanoico	0,579
Éster metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	0,888
Éster metílico del ácido heneicosanoico	1,016
Z-8-metílico del ácido 9- tetradecenoico	0,252
Oleato de glicidilo	0,619
Éster etílico 2-hidroxi-1-(hidroximetil) del ácido hexadecanoico	0,450
Éster metílico del ácido eicosanoico	0,206

Bis (6 metil heptil) Ftalato	0,069
Ácido cis-vaccénico	2,210
Éster metílico del ácido heneicosanoico	0,312
13 trans-ácido-octadecenoico	3,012
Composición total	100%

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Análisis Catalizador regenerado

Tabla 4-7: Análisis GC-MS catalizador regenerado

ANÁLISIS GC-MS CATALIZADOR REGENERADO	
Nombre del componente	Composición %
Ester metílico del ácido tridecanoico	10,806
Ácido n-hexadecanoico	4,917
Ester metílico del ácido 9,12-Octadecanoico	3,532
Ester metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	18,679
Ester metílico del ácido ciclopentano undecanoico	1,475
Ácido cis-vaccénico	9,940
(Z)-9- Octadecanoico (Isómero)	1,822
Palmito de glicidilo	8,142
(Z)-9- Octadecanoico (Isómero)	2,675
Oleato de glicidilo	23,384
Ester 2,3-dihidroxi propílico del ácido octadecanoico	2,577
Mono(2-etilhexilo) ftalato (Isómero)	1,683
Ácido Z-8metil-9-tetradecanoico	8,774
Mono(2-etil hexil) Ftalato (Isómero)	1,595
Composición total	100%

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Descripción de GC-MS

El análisis de GC-MS permitió establecer la identificación de la composición de cada uno de los compuestos presentes en el biodiesel obtenidos en el proceso de transesterificación por lo cual al conocer la cantidad de ésteres metílicos presentes en el biocombustible, garantiza la pureza del biodiesel, a razón la presencia de esta manera se garantiza obtener un producto confiable que posee propiedades de ser un biodiesel al 100% de composición de ésteres, con los resultados obtenidos para ambos combustibles, fue necesario el conteo de la composición de ésteres para

conocer la concentración y pureza del biodiesel para garantizar que es un producto amigable con el ambiente.

4.5.2. *Análisis neto de ésteres metílicos NaOH y catalizador regenerado*

Catalizador NaOH

Tabla 4-8: Análisis GC-MS NaOH de ésteres

ANÁLISIS GC-MS NaOH	
Nombre del componente	Composición %
Éster metílico del ácido octanoico	0,228
9-oxo, éster metílico del ácido nonanoico	0,071
Éster metílico del ácido dodecanoico	0,238
Metil tetradecanoato	27,826
Éster metílico del ácido tridecanoico (Isómero)	0,464
Estearato de metilo	6,821
Éster metil del ácido (Z)-7-hexadecenoico (Isómero)	1,805
Éster metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	4,840
Éster metil, ácido 9,12-Octadecanoico	49,34
9,10 epoxi, metil éster del ácido octadecanoico	0,579
Éster metílico del ácido heneicosanoico	1,328
Éster metílico del ácido eicosanoico	0,206
Bis (6 metil heptil) Ftalato	0,069
Composición total ésteres	93,787

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

El rendimiento de la reacción de transesterificación para el empleo de NaOH en relación de g obtenidos por gramos de aceite usado se tuvo un resultado de 86,5-90,1 % (m/m) de rendimiento, el análisis GC-MS muestra una pureza de 93,787% de contenido de ésteres metílicos o denominado comúnmente como biodiesel, el éster metil del ácido 9,12-Octadecanoico predomina con un 49,34 % mientras que el metil tetradecanoato está presente con 27,826% siendo estos dos ésteres los de mayor predominio con un 77,166% de pureza en tan solo 2 grupos de ésteres.

Catalizador regenerado

Tabla 4-9: Análisis GC-MS Catalizador Regenerado de ésteres

ANÁLISIS GC-MS Catalizador Regenerado	
Nombre del componente	Composición %
Ester metílico del ácido tridecanoico	10,806
Ester metílico del ácido 9,12-Octadecanoico	3,532
Ester metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	23,176
Ester metílico del ácido ciclopentano undecanoico	1,475
Composición total ésteres	38,989%

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

El rendimiento de la reacción de transesterificación para el catalizador regenerado en relación de g obtenidos por gramos de aceite usado, se tuvo un resultado de 87,5-91,6 % (m/m) de rendimiento en los diferentes ensayos, el análisis GC-MS muestra una pureza de 38,989 % de contenido de ésteres metílicos o denominado comúnmente como biodiesel, esto demuestra que la obtención de biodiesel con el catalizador regenerado no es muy eficiente, el rendimiento de los resultados puede partir por el empleo de un aceite de cocina usado, partiendo de la materia prima que no son sustancias puras, además de que el catalizador una vez regenerado pierde su poder catalítico, y no tiene la misma efectividad que uno empleado por primera vez.

4.5.3. Análisis de ésteres metílicos comunes NaOH y catalizador regenerado

Tabla 4-10: Composición de ésteres comunes análisis GC-MS

ANÁLISIS GC-MS NaOH		GC-MS CATALIZADOR REGENERADO	
Nombre del componente	Composición %	Nombre del componente	Composición %
Éster metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	4,840	Ester metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	23,176
Éster metíl, ácido 9,12-Octadecanoico	49,34	Ester metílico del ácido 9,12-Octadecanoico	3,532
Total	54,18	Total	26,708

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

La composición de ambos biodiesel presento los siguientes componentes ésteres similares como: Éster metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico y Éster metíl, ácido 9,12-Octadecanoico siendo estos 2 ésteres los únicos en común, teniendo en mayor cantidad el biodiesel obtenido con NaOH con un porcentaje de 54,18% y un valor de 26,7081% para el biodiesel obtenido con el catalizador regenerado, mostrando tener mayor poder de conversión de AGL en ésteres metílicos para el NaOH en el proceso de transesterificación.

4.5.4. Análisis de ésteres metílicos diferentes NaOH y catalizador regenerado

Tabla 4-11: Composición de ésteres diferentes análisis GC-MS

ANÁLISIS GC-MS NaOH		GC-MS CATALIZADOR REGENERADO	
Nombre del componente	Composición %	Nombre del componente	Composición %
Éster metílico del ácido octanoico	0,228	Ester metílico del ácido tridecanoico	10,806
9-oxo, éster metílico del ácido nonanoico	0,071	Ester metílico del ácido ciclopentano undecanoico	1,475
Éster metílico del ácido dodecanoico	0,238	Total	12,281
Metíl tetradecanoato	27,826		

Éster metílico del ácido tridecanoico (Isómero)	0,464
Estearato de metilo	6,821
Éster metil del ácido (Z)-7-hexadecenoico (Isómero)	1,805
9,10 epoxi, metil éster del ácido octadecanoico	0,579
Éster metílico del ácido heneicosanoico	1,328
Éster metílico del ácido eicosanoico	0,206
Total	39,277

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

La diferencia de ésteres presentes en biodiésel obtenidos con el NaOH es significativa ya que además de poseer mayor número de componentes, posee en mayor cantidad la presencia de ésteres metílicos, con un valor mayor de 39,277%, mientras que en el catalizador regenerado se presentó menor grupo de ésteres y en menor cantidad obtenidos por el catalizador renegado, representados con un valor de 12,281%, demostrando que el NaOH representa ser un mejor catalizador para el proceso de transesterificación para obtener biodiesel.

4.5.5. *Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje NaOH y Catalizador regenerado*

Tabla 4-12: Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje NaOH

	NaOH	Porcentaje	
Clase de compuesto	Compuestos	%	Total
Ésteres (metílicos)	Éster metílico del ácido octanoico	0,228	93,778%
	9-oxo, éster metílico del ácido nonanoico	0,071	
	Éster metílico del ácido dodecanoico	0,238	
	Metil tetradecanoato	27,826	
	Éster metílico del ácido tridecanoico (Isómero)	0,464	
	Estearato de metilo	6,821	
	Éster metil del ácido (Z)-7-hexadecenoico (Isómero)	1,805	
	Éster metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	4,840	
	Éster metil, ácido 9,12-Octadecanoico	49,34	
	9,10 epoxi, metil éster del ácido octadecanoico	0,579	
	Éster metílico del ácido heneicosanoico	1,328	
	Éster metílico del ácido eicosanoico	0,206	
	Bis (6 metil heptil) Ftalato	0,069	
	Éster Z-8-metílico del ácido 9- tetradecenoico	0,252	
Éster	Oleato de glicidilo	0,619	0,619
Éster (etílico)	Éster etílico 2-hidroxi-1-(hidroximetil) del ácido hexadecanoico	0,450	0,450
Ácidos carboxílicos	Ácido cis-vaccénico	2,210	5,222%
	13 trans-ácido-octadecenoico	3,012	

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Tabla 4-13: Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje Catalizador regenerado

	Catalizador regenerado	Porcentaje	
Clase de compuesto	Compuestos	%	Total
Ésteres (metílicos)	Ester metílico del ácido tridecanoico	10,806	
	Ester metílico del ácido 9,12-Octadecanoico	3,532	
	Ester metílico del ácido (Z)-9- Octadecanoico	23,176	

	Ester metílico del ácido ciclopentano undecanoico	1,475	38,989%
Éster	Oleato de glicidilo	23,384	23,384
Ésteres (propílico)	Ester 2,3-dihidroxi propílico del ácido octadecanoico	2,577	2,577
Ésteres (etílicos)	Mono(2-etilhexilo) ftalato (Isómero)	3,278	3,278
Ácidos carboxílicos	Ácido n-hexadecanoico	4,917	31,77
	Ácido cis-vaccénico	9,940	
	Palmito de glicidilo	8,142	
	Ácido Z-8metil-9-tetradecanoico	8,774	

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Tabla 4-14: Composición de ésteres y ácidos carboxílicos en porcentaje

Componentes	NaOH	Catalizador
ésteres	93,77%	38,99%
ácidos carboxílicos	6,09%	61,01%

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

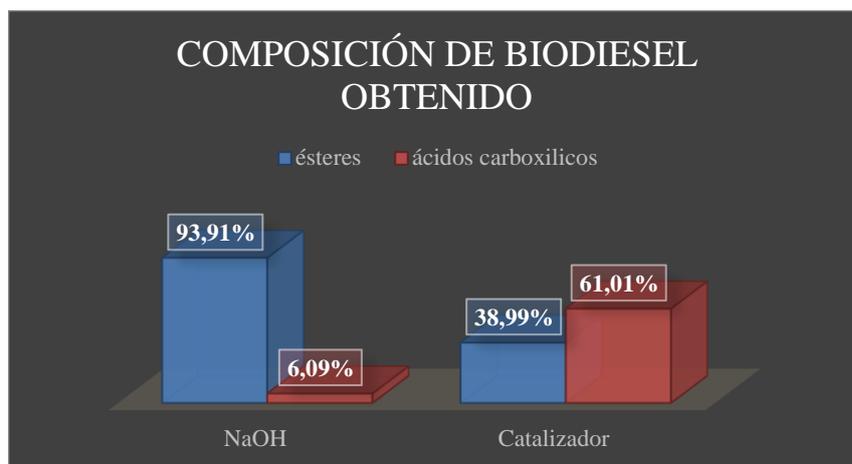


Ilustración 4-4: Porcentaje de esterés NaOH-Catalizador regenerado

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

Se pudo observar que el biodiesel obtenido con NaOH es más eficiente para el proceso de transesterificación ya que presenta una mayor concentración de esterés metílicos como se puede observar en la **ilustración 4-4** con una pureza del 93,77%, mientras que el biodiesel obtenido con el catalizador regenerado muestra muy pocos esterés metílicos con un porcentaje de 38,989% y en poca concentración a comparación del biodiesel de NaOH.

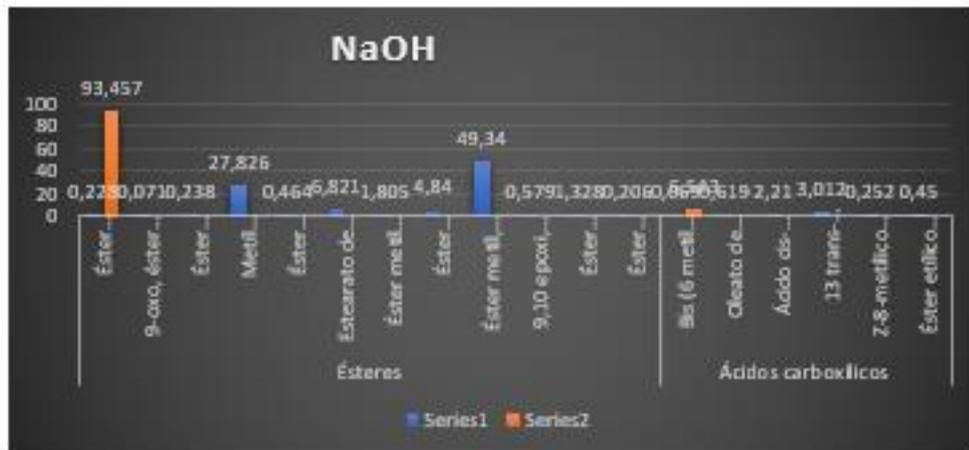


Ilustración 4-5: Composición de biodiesel obtenido con NaOH

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.



Ilustración 4-6: Composición de biodiesel con catalizador regenerado

Realizado por: Anrango, Bryan , 2023.

El biodiesel obtenido a partir de aceite de cocina usado con NaOH en este trabajo muestra un rendimiento de 80% a 90% además de un FAME de 93,7% de conversión mostrados en la **ilustración 15.5** a diferencia del biodiesel producido del aceite de semillas de higuera donde presento un resultado de 64,82% y un contenido de FAME de 96,72%, mostrando tener una reacción parecida y resultados similares, teniendo en cuenta que se partió de un aceite usado (Sánchez y Huertas, 2012, pp. 255-288).

Mientras que el biodiesel obtenido con el catalizador regenerado presento características similares a los resultados expuestos por (Shu et al., 2007, pp. 2159-2165). Donde se muestra características similares en la composición del catalizador usado, mostrando concentraciones de Al 23,91%, Si

3,40% y La 5,73%, donde muestra favorablemente la conversión de los ácidos grasos libres en esteres con un porcentaje de 48,9 % de conversión, mientras que el catalizador regenerado presenta concentraciones de Al 20,55%, Si 23,56% y La 3,08%, con la obtención de un FAME de 38,989% mostrados en la **ilustración 15.6** de conversión mostrando tener un poder inferior en el proceso de transesterificación de AGL (Shu et al., 2007, pp. 2159-2165).

Por lo tanto, el catalizador regenerado usado en el proceso de transesterificación no es óptimo para teste proceso, pero podría buscar nuevas alternativas con el fin de aumentar el poder catalítico como es la preparación del catalizador mediante impregnación, proceso usado para mejorar la actividad catalítica de catalizadores provenientes de zeolita. Tambien cabe mencionar que según la norma UNE-EN ISO 14103 para la concentración de FAME (ésteres metílicos) el valor mínimo es de 96,5% por lo cual no se lo puede considerar como un biodiesel de uso B100, por lo tanto, se podría buscar nuevos enfoques de uso, como es aplicaciones industriales como la síntesis de lubricantes y aditivos (Gómez-Delgado et al., 2022, pp.21-38).

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- Se caracterizó el aceite de cocina para la obtención de biodiesel, presentó una acidez de 0.45 % , una densidad de 0.880 g/ml, índice de refracción de 1.4770 , un índice de peróxido de 8, a pesar de ser un aceite de cocina usado, los valores de los parámetros permisibles de consumo están dentro de la norma INEN 2421 (acidez, peróxido), mientras que la densidad y refracción sobrepasan los parámetros levemente, por lo cual no se aplicó un tratamiento adicional para minimizar los valores obtenidos para realizar el proceso de transesterificación y esta no se vea afectada, con esto se comprobó que el proceso de transesterificación es apto para la obtención de biodiesel a partir de esta muestra de ACU, permitiendo tener una relación de 3.5g de NaOH por 1L de aceite debido a que posee una acidez baja, además de la relación de 15g de catalizador regenerado en 1L de aceite debido al poco poder catalítico que posee.
- Se determinó las condiciones de la reacción de transesterificación, se obtuvo mejor rendimiento a una temperatura de 60 °C, tanto para el proceso empleando NaOH y el catalizador regenerado, los rpm fue de 100 y 500 respectivamente, en ambos procesos el tiempo de reacción fueron diferentes, para el NaOH se mantuvo un tiempo de 1 hora, mientras que el tiempo del catalizador regenerado fue de 4h a 8h dándonos una mayor reacción completa al cabo de 8h definiendo el mejor tiempo. El proceso de purificación del biodiesel producido con NaOH requiere de un lavado con 1/3 del volumen de biodiesel producido, además de filtrado y secado de 24h a 45°C, en el proceso de purificación del biodiesel generado con el catalizador es necesario la separación del catalizador presente mediante un filtrado y secado ahorrando tiempo y recursos.
- Se evaluó el rendimiento del proceso de transesterificación con los diferentes reactivos determinándose valores de 86.5% a 90.1% de biodiesel con respecto a la materia prima usando NaOH donde mostro tener una pureza de 92 % de ésteres y para la zeolita se obtuvo un rendimiento de 87.5% a 91.6 % con un contenido de ésteres del 44%, lo cual muestra que la transesterificación es un método eficaz con altos resultados de rendimiento por encima del 85% al 91% para la obtención de biocombustible.

- Se determinó las características del biodiesel evidenciándose que los parámetros están dentro de lo establecido, el punto de inflamación es de 156 °C para NaOH y 196 °C para el catalizador, una gravedad API de 23.4 y 28.3 respectivamente, la viscosidad 3.5 mm²/s NaOH y 4.4 mm²/s catalizador, densidad de 0.885 g/ml y 0.922 g/ml, los parámetros físicos del biodiesel están dentro de la norma ASTM D 6751, sin embargo el poder calórico del biodiesel es bajo en cuanto a referencias de 46,89 MJ/Kg, donde se obtuvo resultados de 42.72 KJ/Kg para el NaOH y 36.61 KJ/Kg por lo cual es recomendable usarlo en combinación de un diésel comercial.

5.2. Recomendaciones

- El aceite de cocina recolectado debe ser tratado por un método fácil y convencional con finalidad de eliminar restos de comida presente, se lo puede realizar con una malla de café o una media nylon, posterior debe ser almacenado en un lugar fresco y sin luz directa que infrinja en el aceite.
- Se debe tener en cuenta que la calidad y el rendimiento de biocombustible obtenido dependerá de la pureza de reactivos que se usen, si se usa reactivos de poco poder catalítico se generan reacciones incompletas o problemas en el proceso de transesterificación produciendo productos no deseados como jabón.
- Para disminuir el tiempo de la obtención del biodiesel se puede dejar reposar durante 12h después finalizada la reacción con el fin de separar y purificar el biodiesel en menor tiempo.
- Es necesario no generar salpicaduras durante la agitación a fin de evitar formación de jabón, además de tener en cuenta la temperatura sea constante durante todo el proceso.
- Una vez obtenido el biocombustible es necesario almacenar en un envase ámbar, en un lugar fresco permitiendo conservar la muestra lo más pura posible finalizado el proceso.

BIBLIOGRAFÍA

ANDRADE AVILA, L.E. Regeneración de catalizadores agotados de la unidad de Cracking Catalítico Fluidizado (FCC) de refinería, para su utilización en pirólisis catalítica (Trabajo de titulación). (Titulación). [En línea] Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador. 2020. pp. 1-96. [Consulta: 06 enero 2023]. Disponible en: <http://dspace.espoch.edu.ec/handle/123456789/16707>

ANDRADE, N. X.; & MONCADA, J. A. “Manejo de los residuos de aceite comestible en los expendios de comida. Ibarra, Ecuador”. *Revista SATHIRI* [en línea], 2020, (Ecuador) 15(2), pp. 1. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 1090-7807. Disponible en: <https://revistasdigitales.upec.edu.ec/index.php/sathiri/article/view/987>

AVILÉS, A.; et al. “Revisión a la sustentabilidad energética de los biocombustibles en el Ecuador”. *Congreso Virtual Internacional sobre Economía Social y Desarrollo Local Sostenible* [en línea], 2018, (Ecuador) 1(4), pp. 1-14. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 4857-8525. Disponible en: <https://www.eumed.net/actas/18/economia-social/27-revision-a-la-sustentabilidad-energetica.pdf>

CARDEÑO, F.; et al. " Producción de biodiesel de aceite crudo de palma mediante catálisis heterogénea". *Revista Facultad de Ingeniería*, nº 51 (2010), (Ecuador) pp. 6-13.

CASTELLAR ORTEGA, G.C.; et al. “Transesterificación de aceites vegetales empleando catalizadores heterogéneos”. *Congreso Virtual Internacional sobre Economía Social y Desarrollo Local Sostenible* [en línea], 2014, (Ecuador) 12(2), pp. 1-14. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 5487-9652. Disponible en: 10.15665/rp.v12i2.293.

CORMA, A “Catálisis con zeolitas: Desde el laboratorio a su aplicación industrial”. *Arbor* [en línea], 2011, (Ecuador) 187(1), pp. 1-20. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 0210-1963. Disponible en: DOI 10.3989/arbor.2011.extran1115.

DÁVILA, E.A., et al. " Produção de biodiesel por esterificação e transesterificação de óleos vegetais de cozinha usado Elsy Arenas ". *Serbiluz, Sistemas de Servicios Bibliotecarios y de Información*, vol. 38, nº 1 (2021), (Ecuador) pp. 1-7.

GANDÓN, J., et al. “Caracterización de un biocombustible obtenido a partir de aceite vegetal de desecho”. *Tecnología Química*, vol. 27, no. 2 (2017), (Ecuador) pp. 1-80.

GARCIA, D.T. et al. “Extracción de aceites de origen vegetal”. *ResearchGate*, vol. 2, no. 3 (2017), (Ecuador) pp. 2-9.

GARCÍA MIENTES, S.A. et al. “Cinética de la reacción de transesterificación para la producción de biodiesel a partir del aceite de *Jatropha curcas* L., en la provincia de Manabí, Ecuador”. *Tecnología Química* [en línea], 2018, (Ecuador) 38(2), pp. 1-7. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 1012-5585. Disponible en: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852018000200007.

GOMEZ-DELGADO, E.E. et al. “Obtención de biodiésel por transesterificación in situ a partir de semillas de *Jatropha curcas* L”. *Revista UIS Ingenierías* [en línea], 2022, (Ecuador) 21(2), pp. 1-7. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 1657-4583. Disponible en: DOI 10.18273/revuin.v21n2-2022003.

GONZÁLEZ CANAL, I. & GONZÁLEZ UBIERNA, J.A. “Aceites usados de cocina. Problemática ambiental, incidencias en redes de saneamiento y coste del tratamiento en depuradoras”. *Consortio de Aguas Bilbao Bizkaia* [en línea], 2015, (Ecuador) 7(9), pp. 1-14. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 5784-9693. Disponible en: <http://www.aguasresiduales.info/revista/articulos/problematika-ambiental-incidencias-en-redes-de-saneamiento-y-coste-del-tratamiento-en-depuradoras-de-los-aceites-usados-en-cocina>.

INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO. “Reporte de inteligencia tecnológica: Biodiesel”. *Reporte de Inteligencia* [en línea], 2017, (Ecuador) 2(1), pp. 5-8. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 8547-9600. Disponible en: https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/313548/Reporte_Inteligencia_Tecnologica_BIODIESEL_270318.pdf.

JAVIER, A., et al. *Diseño y Construcción De Un Reactor Batch Para La Obtención Por Transesterificación De Biodiesel A Partir De Aceite De Cocina Reciclado*. Ecuador: Editorial Impreso, 2009, p.65-79.

JIM, W.J. et al. “Fontes alternativas para produção de biocombustíveis”. *Polo del Conocimiento* [en línea], 2020, (Ecuador) 5(10), pp. 5-8. [Consulta: 20 enero 2023]. ISSN 8547-9600. Disponible en: DOI 10.23857/pc.v5i10.1799.

KNOTHE, G. " Calidad del combustible biodiesel y la norma ASTM". *Palmas*, vol. 31, n° 2 (2010), (Ecuador) pp. 49-77.

LÁZARO .V, M.. Alteraciones De Los Aceites Vegetales Durante La Fritura [En línea] (Trabajo de titulación). (Titulación) Universidad de Sevilla, España. 2018. pp. 2- 23. [Consulta: 2023-06-23]. Disponible en: https://idus.us.es/bitstream/handle/11441/82324/TFG_MariaLazaro.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

MARÍA, F., et al. “Optimización Del Proceso De Esterificación De Aceites Vegetales Usados Para La Producción De Biodiesel”. *Avances en Ciencias e Ingeniería*, vol.8, n° 1 (2017), (Ecuador) pp. 3-9.

MEDINA, E.A. et al. Análisis Y Diseño De Un Sistema De Recolección Y Tratamiento De Aceites Vegetal Usados Para La Producción De Biodiesel En La Ciudad De Piuray Castilla [En línea] (Trabajo de titulación). (Titulación) Universidad de Piurua, España. 2013. pp. 1-2. [Consulta: 2023-04-23]. Disponible en: https://pirhua.udep.edu.pe/bitstream/handle/11042/1713/PYT__Informe_Final__Biodiesel.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

MUTZ, D.; et al. Opciones para el aprovechamiento energético de residuos en la gestión de residuos sólidos urbanos. Guía para los Responsables de la toma de decisiones en países en vías de desarrollo y emergentes. *Giz* [en línea]. 2017. [Consulta: 2 marzo 2023]. Disponible en: <https://www.4echile.cl/4echile/wp-content/uploads/2018/02/Guia-GIZ-2017-WasteToEnergy-SP.pdf>

ORTEGA, G.C.; et al. “A Quantitative Method of Analysis for Sterol Glycosides in Biodiesel and FAME Using GC-FID”. *JAOCS, Journal of the American Oil Chemists’ Society*, Vol. 93, n°. 4 (2016), ISSN 0003021X. pp. 479-487.

PINO-FAN, L.; et al. “Gestión integral de los residuos de aceite vegetal de cocina en las sodas del Campus Omar Dengo de la Universidad Nacional de Costa Rica”. *Uniciencia*, Vol. 33, n°. 1 (2018). pp. 18-29.

QUEZADA, E.; GASCA, S. “Los Biocombustibles”. *El Cotidiano*. Vol. 1, n° 1(2010). pp. 1-5.

SÁNCHEZ, I.; & HUERTAS, K. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite de semilla modificadas genéticamente y cultivadas en el eje cafetero (Trabajo de Titulación) (Tesis de pregrado). [En línea] Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Tecnología. 2012. pp. 1-152. [Consulta: 2 marzo 2023]. Disponible en: <http://repositorio.utp.edu.co/dspace/bitstream/handle/11059/3048/6626S211.pdf;jsessionid=A7FBE8DE13CF1DC18626F92D8B32C8C8?sequence=1>

SHU, Q.; et al. “Synthesis of biodiesel from soybean oil and methanol catalyzed by zeolite beta modified with La³⁺”. *Catalysis Communications*, Vol. 8, n°. 12 (2007), ISSN 15667367. DOI 10.1016/j.catcom.2007.04.028. pp. 2159-2165.

TEJEDOR LÓPEZ, R. *Proyecto Oileco: Valorización Energética Del Aceite Usado De Cocina* [en línea]. Madrid: Fundación de la Energía de la Comunidad de Madrid [en línea]. 2013. [Consulta: 2 marzo 2023]. Disponible en: www.abwasserverband.com.

TORROBA, A. *Atlas de los biocombustibles líquidos 2019-2020* [en línea]. Costa Rica: Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura (IICA). 2020. [Consulta: 2 marzo 2023]. Disponible en: <https://repositorio.iica.int/bitstream/handle/11324/13974/BVE20128304e.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL OCCIDENTE. *Manual de Buenas Prácticas de Manufactura* [en línea]. México: Instituto Nacional Penitenciario y Carcelario. 2017. [Consulta: 2 marzo 2023]. Disponible en: <https://red.uao.edu.co/bitstream/handle/10614/9817/T7485A.pdf?sequence=2&isAllowed=y>

VIDAL-BENAVIDES, A.I.; et al. “Life cycle analysis of biodiesel production from used vegetal oil [Análisis de ciclo de vida de la producción de biodiesel a partir de aceite vegetal usado]”. *DYNA* [en línea], 2017, 84(201). [Consulta: 2 marzo 2023]. ISSN 00127353. Disponible en: <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0->

85026649994&doi=10.15446%2Fdyna.v84n201.54469&partnerID=40&md5=27d9d0c24d27b46abf7c0d2a107cbf0b

VILLABONA ORTÍZ, A.; et al. “Alternativas para el aprovechamiento integral de residuos grasos de procesos de fritura”. *Teknos revista científica*, vol. 17, no. 1 (2017), ISSN 1900-7388. DOI 10.25044/25392190.890. p. 21.

ZAPATA, Lorena. Estudio de aceites vegetales comestibles. S.l.:ODECU. 2020. pp. 6-76.

ZURA, M.P.V.; et al. “Biocombustibles, una alternativa ecológica para el desarrollo sostenible en el Ecuador provincia de Imbabura”. *Revista Dilemas Contemporáneos: Educación, Política y Valores*, Vol. 8, n° esp. 3 (2021), pp. 1-22.

1465-DBRA-UPT-2023

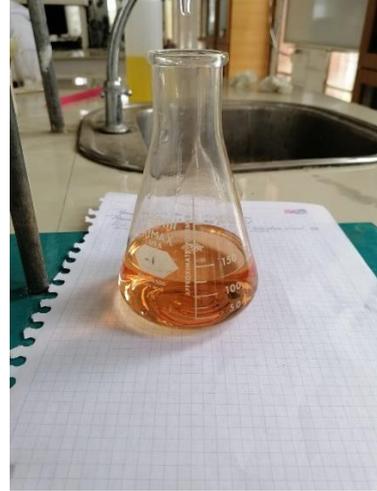


ANEXOS

ANEXO A: DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL ACEITE



Toma de muestra de aceite



Determinación de acidez



Determinación de peróxido



Preparación de solución de wijs

ANEXO B: PROCESO DE TRANSESTERIFICACIÓN NAOH



Reacción de transesterificación



Separación de glicerina y biodiesel



Lavado de biodiesel



Secado de biodiesel



Centrifugación



Filtrado de biodiesel

ANEXO C: PROCESO DE TRANSESTERIFICACIÓN CON CATALIZADOR REGENERADO



Reacción de transesterificación



Destilación de metanol



Separación de catalizador y biodiesel

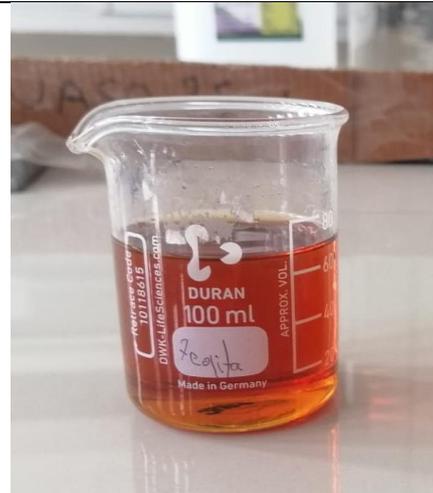


Filtrado de biodiesel

ANEXO D: BIODIESEL FINAL



Biodiesel con NaOH



Biodiesel con catalizador regenerado

ANEXO E: DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES DEL BIODIESEL



Determinación de flash point



Determinación de viscosidad



Determinación de grados API



Determinación de poder calórico



epoch

Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje

UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 04 / 08 / 2023

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: Bryan Steven Anrango Matango
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Ingeniería Ambiental
Título a optar: Ingeniero Ambiental
f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo

1465-DBRA-UPT-2023

