



**TRABAJO PROFESIONAL**

**COMO REQUISITO PARA OBTENER EL TITULO DE:**

**INGENIERO BIOQUÍMICO**

**QUE PRESENTA:**

**BECKER WILDER LAPARRA RUIZ**

**CON EL TEMA:**

**“PRODUCCIÓN DE BIODIESEL A PARTIR DE  
HIGUERILLA (*Ricinus communis* L.) Y GRASA  
DE POLLO (*Gallus gallus*)”**

**MEDIANTE:**

**OPCION I  
(TESIS PROFESIONAL)**

## *Agradecimientos*

Le agradezco a Dios por haberme acompañado y guiado a lo largo de mi carrera, por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobretodo felicidad.

A mis padres Noe Laparra Morales y Manuela Ruiz Gómez por apoyarme en todo momento, por los valores que me han inculcado y por haberme dado una educación en el transcurso de mi vida. Sobre todo por ser un excelente ejemplo de vida a seguir.

A mi hermanita Itzel Noemi Laparra Ruiz por ser parte importante de mi vida y por darme alegrías y amor cuando más lo he necesitado.

Agradecimientos al Dr. Arnulfo Rosales Quintero por darme la oportunidad y brindarme su apoyo y las facilidades para desarrollar esta tesis profesional. También por todos los conocimientos transmitidos y adquiridos. Gracias por su confianza.

A la Dra. Rocío Meza Gordillo y al Dr. Federico Antonio Gutiérrez Miceli agradezco por su tiempo y asesoría en este trabajo.

# ÍNDICE

Índice de tablas .....	iv
Índice de figuras .....	v
Resumen .....	1
Abstract.....	2
CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN.....	4
CAPÍTULO II MARCO TEÓRICO.....	6
2.1 Biodiesel .....	6
2.1.1Características del biodiesel .....	6
2.1.2Viscosidad del biodiesel .....	7
2.2 Materias primas .....	8
2.2.1 Aceites vegetales .....	8
2.2.2 Grasas animales .....	8
2.3 Higuera ( <i>Ricinus communis</i> L.).....	9
2.3.1 Clasificación taxonómica .....	9
2.3.2 El aceite de ricino .....	10
2.4 Grasa de pollo ( <i>Gallus gallus</i> ).....	11
2.5 Producción de biodiesel.....	11
2.6 Biodiesel de higuera y grasa de pollo.....	12
2.7 Principios de la reacción de transesterificación.....	14
2.8Factores que afectan el proceso de transesterificación.....	16
2.8.1 Relación molar alcohol: aceite .....	16
2.8.2 Temperatura de reacción .....	16
2.8.3 Velocidad de agitación .....	17
2.8.4 Tipo de catalizador .....	17

2.9 Parámetros y especificaciones de la calidad del biodiesel .....	18
2.9.1 Acidez.....	19
2.9.2 Densidad .....	19
2.9.3 Estabilidad oxidativa .....	20
2.9.4 Humedad.....	20
2.9.5 Viscosidad .....	20
CAPÍTULO III JUSTIFICACIÓN .....	21
CAPÍTULO IV OBJETIVO GENERAL .....	23
CAPÍTULO V METODOLOGÍA .....	24
5.1 Obtención del aceite de higuera .....	24
5.2 Obtención de la grasa de pollo .....	24
5.3 Caracterización fisicoquímica de la materia prima .....	25
5.3.1 Densidad (NMX-F-075-1987).....	25
5.3.2 Índice de refracción (NMX-F-074-S-1981) .....	25
5.3.3 Índice de acidez (NMX-F-101-1987).....	26
5.3.4 Índice de yodo (NMX –F-152-S-1981).....	27
5.3.5 Índice de saponificación (NMX-F-174-S-1981) .....	28
5.3.6 Masa molecular promedio .....	28
5.3.7 Estabilidad oxidativa (Rancimat) .....	28
5.3.8 Humedad (Karl Fischer).....	29
5.3.9 Viscosidad .....	29
5.3.10 Densidad .....	29
5.4 Reacción de transesterificación .....	29
5.5 Diseño experimental.....	29
5.6 Determinación de perfil de ácidos grasos (UNE EN 14103:2003) .....	31
5.6.1 Análisis cromatográfico.....	31

5.6.2 Determinación del contenido de ésteres .....	31
5.6.3 Determinación del éster metílico del ácido linolénico .....	32
CAPÍTULO VI RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	33
6.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA PARA LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL. ....	33
6.1.1 Caracterización del aceite de higuera.....	33
6.1.2 Viscosidades a diferentes temperaturas.....	35
6.1.3 Análisis al biodiesel de higuera.....	40
6.1.4 Determinación del contenido de ésteres .....	42
6.1.5 Determinación del éster metílico del ácido linolénico .....	42
6.1.6 Viscosidad de las mezclas biodiesel de higuera-diesel de petróleo .....	43
6.2 CARACTERIZACIÓN DE LA GRASA DE POLLO PARA LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL. ....	46
6.2.1 Caracterización de la grasa de pollo .....	46
6.2.2 Viscosidades a diferentes temperaturas .....	48
6.2.3 Análisis al biodiesel de la grasa de pollo.....	52
6.2.4 Determinación del contenido de ésteres .....	54
6.2.5 Determinación del éster metílico del ácido linolénico .....	54
6.2.6 Viscosidad de las mezclas biodiesel de grasa de pollo-diesel de petróleo .....	55
CAPÍTULO VII CONCLUSIONES .....	58
7.1 Higuera.....	58
7.2 Grasa pollo.....	58
CAPÍTULO VIII RECOMENDACIONES.....	59
CAPÍTULO IX REFERENCIAS .....	60
CAPÍTULO X ANEXOS .....	68

## Índice de tablas

Tabla. 2.1 Composición promedio aceite de rícino.....	11
Tabla 2.2 Composición promedio de la grasa de pollo.....	11
Tabla 2.3 Comparación de las normas EN 14214-03 y ASTM D 6751.....	18
Tabla 5.1 Factores y niveles del diseño experimental.....	30
Tabla 5.2 Diseño experimental de arreglo ortogonal (L9) para la transesterificación....	30
Tabla 6.1 Caracterización fisicoquímica del aceite de higuera.....	34
Tabla 6.2 Viscosidades obtenidos en cada experimento para el biodiesel de higuera.....	36
Tabla 6.3 Valores estadísticamente significativos de P.....	37
Tabla 6.4 Factores óptimos en la reacción de transesterificación para el biodiesel de higuera.....	38
Tabla 6.5 Comparación de viscosidad y condiciones de reacción.....	39
Tabla 6.6 Propiedades del biodiesel de higuera.....	41
Tabla 6.7 Regresiones lineales para la viscosidad en función de la temperatura.....	45
Tabla 6.8 Caracterización fisicoquímica de la grasa de pollo.....	46
Tabla 6.9 Viscosidades del biodiesel obtenidos en cada experimento para el biodiesel de grasa de pollo.....	48
Tabla 6.10 Valores estadísticamente significativos de P.....	50
Tabla 6.11 Factores óptimos en la reacción de transesterificación.....	50
Tabla 6.12 Comparación de viscosidad y condiciones de reacción.....	51
Tabla 6.13 Propiedades del biodiesel de grasa de pollo.....	53
Tabla 6.14 Regresiones lineales para la viscosidad en función de temperatura.....	57
Tabla 10.1 Contenido de esteres biodiesel de higuera.....	69
Tabla 10.2 Contenido de esteres biodiesel de grasa de pollo.....	69
Tabla 10.3 Reactivos de solución de Wijs.....	69

## Índice de figuras

Figura 2.1 Planta de Higuierilla ( <i>Ricinus communis</i> L.).....	9
Figura 2.2 Viscosidad diesel (ACPM) y mezclas de biocombustibles.....	13
Figura 2.3 Viscosidad cinemática de biodiesel de piel de pollo y piel de cerdo con diesel convencional.....	14
Figura 2.4 Reacción de transesterificación.....	14
Figura 2.5 Reacciones consecutivas de la transesterificación.....	15
Figura 6.1 Diagrama de Pareto de la reacción de transesterificación para el biodiesel de higuierilla.....	37
Figura 6.2 Diagrama de superficie de respuesta estimada para el biodiesel de higuierilla.....	40
Figura 6.3 Cinética de viscosidades de mezclas biodiesel de higuierilla-diesel de petróleo.....	43
Figura 6.4 Diagrama de Pareto de la reacción de transesterificación del biodiesel de grasa de pollo.....	49
Figura 6.5 Diagrama de superficie de respuesta estimada para el biodiesel de grasa de pollo.....	52
Figura 6.6 Cinética de viscosidades de mezclas biodiesel de grasa de pollo-diesel de petróleo.....	55
Figura 10.1 a) Karl Fischer modelo 756 coulometer, 782 stirrer. b) StabingerViscometer modelo SVM300 marca AntonPaar.....	68
Figura 10.2 a) Density Meter modelo DMA 4500M marca AntonPaar. b) Rancimat modelo 743 marca Metrohm.....	68
Figura 10.3 Cromatograma biodiesel de higuierilla.....	70
Figura 10.4 Cromatograma biodiesel de grasa de pollo.....	71

## Resumen

En esta investigación se llevó a cabo la producción de biodiesel del aceite de higuerilla y grasa de pollo.

El aceite de higuerilla se obtuvo de una empresa en Oaxaca dedicada a este rubro y la grasa fue obtenida del calentamiento de residuos grasos de pollo. Estas materias primas se caracterizaron mediante métodos físicos: viscosidad, densidad, humedad, estabilidad oxidativa e índice de refracción y mediante métodos químicos: índice de acidez, índice de saponificación e índice de yodo de acuerdo a las normas mexicanas. Posteriormente se llevó a cabo la reacción de transesterificación usando ambas materia primas (producción del biodiesel) con objeto de minimizar la viscosidad cinemática mediante un diseño experimental de arreglo ortogonal L9, los factores y niveles fueron; temperatura (40, 50 y 60°C), relación molar metanol/aceite (6:1, 9:1 y 12:1) e hidróxido de potasio como catalizador (2, 2.5 y 3 %), con agitación constante y un tiempo de reacción de 120 minutos. El biodiesel obtenido se comparó con parámetros de la norma EN14214 como son: densidad, viscosidad cinemática, humedad, estabilidad oxidativa e índice de acidez. Asimismo el biodiesel obtenido de ambas materias primas se mezcló con diesel de petróleo determinando el comportamiento de la viscosidad cinemática a diferentes temperaturas.

Los resultados de la caracterización muestran que la viscosidad cinemática del aceite de higuerilla es muy alta (251.30 mm<sup>2</sup>/s) y en el caso de la grasa de pollo es de 37.093 mm<sup>2</sup>/s. Asimismo el índice de acidez eran muy bajos <3%, lo que indica un nivel bajo de ácidos grasos libres. Con respecto a la producción de biodiesel en ambos casos el óptimo fue a una temperatura de 40°C, relación molar 12:1 y catalizador de 2% obteniéndose viscosidades de 7.82 mm<sup>2</sup>/s para el biodiesel higuerilla y 1.27 mm<sup>2</sup>/s para el biodiesel de grasa de pollo. En términos de estabilidad oxidativa el biodiesel de higuerilla presento un valor de 8 horas que es mayor que el indicado de la norma y el biodiesel de grasa de pollo fue de 2.3 horas lo que indica que las condiciones de almacenamiento será necesario usar antioxidantes.

Asimismo el mezclado con diesel de petróleo con higuerilla se utilizaron mezclas B5, B15, B30, B60 mostrando que la viscosidad puede cumplirse con la norma EN14214 utilizando



una mezcla de B60 y arriba de 40°C. En el caso de la grasa de pollo se utilizaron mezclas B20 y B50 aunque en este caso la mezcla B50 alcanza la Norma A.S.T.M D6751.

Los resultados de esta tesis muestran que ambas materias primas son idóneas para la producción de biodiesel de calidad acorde a las normas EN14214 y A.S.T.M D6751.

Palabras clave: Aceite de higuera, grasa de pollo, transesterificación, viscosidad.

## **Abstract**

This research was carried out the production of biodiesel from castor oil and chicken fat.

Castor oil was obtained from a company in Oaxaca dedicated to this area and fat was obtained from heating chicken greasy residue. These raw materials were characterized by physical methods: viscosity, density, moisture, oxidative stability and refractive index and by chemical methods: acid number, saponification and iodine according to Mexican standards. Subsequently carried out the transesterification reaction using both raw materials (biodiesel production) in order to minimize the kinematic viscosity using an experimental design L9 orthogonal array, factors and levels were: temperature (40, 50 and 60 ° C), molar ratio of methanol / oil (6:1, 9:1 and 12:1) and potassium hydroxide catalyst (2, 2.5 and 3%), with constant stirring and a reaction time of 120 minutes. Biodiesel obtained is compared with EN14214 parameters as: density, kinematic viscosity, humidity, oxidative stability and acid. Also biodiesel obtained from both raw materials are mixed with petroleum diesel determining the behavior of the kinematic viscosity at different temperatures.

The characterization results show that the kinematic viscosity of castor oil is very high (251.30 mm<sup>2</sup>/s) and in the case of chicken fat is of 37,093 mm<sup>2</sup>/s. Also the acid number was very low <3 %, indicating a low level of free fatty acids. With respect to the production of biodiesel in both cases the optimum was at a temperature of 40 ° C, molar ratio 12:1 and 2 % catalyst viscosities obtained 7.82 mm<sup>2</sup>/s for biodiesel castor and 1.27 mm<sup>2</sup>/s for biodiesel chicken fat.

In terms of oxidative stability of biodiesel from castor presented a value of 8 hours which is higher than indicated by the standard and chicken fat biodiesel was 2.3 hours indicating that storage conditions will be necessary to use antioxidants.

Also mixing with petroleum diesel blends with castor B5 , B15, B30 , B60 was used and showed that the viscosity can be accomplished with EN14214 using a mixture of B60 and above 40 ° C. For chicken fat mixtures B20 and B50 were used but in this case the mixture reaches B50 A.S.T.M D6751.

The results of this thesis show that both materials are suitable for the production of biodiesel quality standards according to EN14214 and A.S.T.M D6751.

Keywords: castor oil, chicken fat, transesterification, viscosity.

# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

Actualmente existe mucho interés en la producción de combustibles provenientes de fuentes renovables como el biodiesel que se puede obtener de aceites vegetales o grasas animales y que se utilizan como sustitutos de los combustibles derivados del petróleo en motores diesel. Este interés se basa en una serie de propiedades de biodiesel incluyendo su biodegradabilidad y el hecho de que se produce a partir de recursos renovables (Hyun y col. 2008).

El biodiesel es una mezcla de ésteres alquílicos, producido mediante una reacción de transesterificación, entre un aceite vegetal o grasa animal y un alcohol de cadena corta para producir los esteres respectivos y glicerol como subproducto. Actualmente se está produciendo el biodiesel a partir de diversas materias primas como aceite de soya, aceite de girasol, aceite de palma, entre otras, las cuales son utilizadas como aceites comestibles, representando un gran limitante para la producción de este combustible (Lafont y col.2011; Rojas y col.2011).

La idea de utilizar productos vegetales proviene de Rudolf Diesel, quien utilizó aceite de cacahuete para impulsar motores de combustión interna que actualmente llevan su nombre (Machuca y col.2010). En cuanto a su aplicación en los motores de combustión interna, el biodiesel puede ser mezclado con diesel convencional o incluso sustituirlo totalmente (presenta problemas por la alta viscosidad de B100), (Lizana, 2009) presentando ventajas ambientales, económicas, sociales y técnicas. Entre las normas más utilizadas que rigen la calidad del biodiesel se encuentran la A.S.T.M.D 975 (American Society Of testing and Materials) y EN 14214 (Norma Europea), donde establecen valores límite permitidos para cada parámetro fisicoquímico (Lafont y col.2011).

Debido a que el aceite o una grasa no se pueden utilizar en motores de combustión interna directamente por su alta viscosidad, es necesario llevar a cabo un proceso de

transesterificación con un alcohol y producir ésteres, reduciendo así la viscosidad del aceite o grasa (Aworanti y col.2012).

Por lo que en este trabajo se propone obtener los parámetros de reacción para la transesterificación de aceite de higuera (*Ricinus communis* L.) y grasa de pollo (*Gallus gallus*) para minimizar la viscosidad del biodiesel producido y su posterior mezclado con diesel de petróleo.

## CAPÍTULO II

### MARCO TEÓRICO

#### 2.1 Biodiesel

Es un combustible compuesto por ésteres mono alquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de lípidos renovables, como aceites vegetales, empleado en motores de ignición de compresión, tanto como en calderas de calefacción. Dicho en términos más simples: el biodiesel es un combustible de origen orgánico producido a partir de aceites vegetales o grasas animales; asimismo, puede ser utilizado como sustituto o aditivo del diesel convencional. El término *bio* hace referencia a su naturaleza renovable y biológica en contraste con el combustible diesel tradicional derivado del petróleo; por su parte, diesel alude a su uso en motores de este tipo (Acosta y col.2008).

El biodiesel es una alternativa para la producción de combustibles limpios, biodegradable, no-tóxico y renovable. Las propiedades del biodiesel dependen de la materia prima y alcohol usado (Amado y col.2010).

##### 2.1.1 Características del biodiesel

Las propiedades de los diferentes ésteres grasos que componen el biodiesel, determinan en totalidad sus propiedades como combustible. Así mismo, las propiedades de los diferentes ésteres grasos son determinadas por las características estructurales tanto de los ácidos grasos como del alcohol que los componen. Las características estructurales que influyen en las propiedades físicas y combustibles de una molécula de éster graso son; la longitud de la cadena, sus ramificaciones y el grado de insaturación.

Entre las propiedades combustibles más importantes del biodiesel son el perfil de ácidos grasos, y a su vez, por las características estructurales de los ésteres grasos son el número de cetano, las emisiones de escape, el calor de combustión, fluidez a bajas temperaturas, estabilidad oxidativa, viscosidad y lubricidad (Galeano, 2011).

## 2.1.2 Viscosidad del biodiesel

La viscosidad mide la resistencia de un líquido a fuerzas de cizallamiento. La viscosidad es una propiedad importante de biodiesel ya que afecta a la operación de los equipos de inyección de combustible, particularmente a bajas temperaturas cuando el aumento de la viscosidad afecta a la fluidez del combustible. El biodiesel tiene mayor viscosidad que el diesel convencional.

La alta viscosidad conduce a una mala atomización de la pulverización de combustible y un mal funcionamiento de los inyectores de combustible. La viscosidad del biodiesel y mezclas de biodiesel también aumenta más rápidamente que el diesel a medida que disminuye la temperatura. Ciertas impurezas también tienden a aumentar significativamente la viscosidad del biodiesel (Strong y col., 2004).

Es necesario saber que la viscosidad dinámica es conocida también como absoluta. Viscosidad es la resistencia interna al flujo de un fluido, originado por el roce de las moléculas que se deslizan unas sobre otras. Es decir, en un sólido existe una estructura cristalina donde unas moléculas se enlazan de forma rígida y su estructura no cambia; en cambio, en un fluido las moléculas no permanecen en el mismo lugar dentro de la masa, sino que se mueven, pero a la vez tratan de mantenerse unidas: ese esfuerzo por permanecer en un lugar fijo es la resistencia al flujo y determina la viscosidad. La viscosidad dinámica se toma del tiempo que tarda en fluir un líquido a través de un tubo capilar a una determinada temperatura y se mide en "poises" ( $\text{g/cm} \cdot \text{seg}$ ). Es decir, es inherente a cada líquido en particular pues depende de su masa.

La viscosidad cinemática representa esta característica desechando las fuerzas que generan el movimiento. Es decir, basta con dividir la viscosidad dinámica por la densidad del fluido y se obtiene una unidad simple de movimiento:  $\text{cm}^2/\text{seg}$  (stoke), sin importar sus características propias de densidad.

## 2.2 Materias primas

### 2.2.1 Aceites vegetales

Los aceites vegetales están constituidos principalmente por triglicéridos (triésteres), que son moléculas resultantes de la esterificación de la glicerina o glicerol (trialcohol) con tres moléculas de ácido graso. La industria del biodiesel en el ámbito mundial nació con el aceite de colza, posteriormente los aceites de mayor producción y demanda en el mercado alimentario han sido los aceites de girasol, soya y palma aceitera (Huerga y col. 2010; García y col. 2006).

Además se pueden mencionar otras materias primas para la elaboración de Biodiesel:

- Aceites vegetales convencionales: Aceite de coco
- Aceites vegetales alternativos: Aceite de *Brassicacarinata*, Aceite de *Cynaracurdunculus*, Aceite de *Camelina sativa*, Aceite de *Crambea byssinica*, Aceite de *Pogianus*, Aceite de *Jatropha curcas* (Huerga y col. 2010).
- Aceites de semillas modificadas genéticamente: Aceite de girasol de alto oleico, Aceite de maíz (Ramírez y col., 2011), Aceites de fritura usados (Torossi, 2006)
- Aceites de otras fuentes: Aceites de microalgas (García y col. 2006).

### 2.2.2 Grasas animales

Los residuos grasos animales, son una materia prima ideal a bajo costo (Álvez y col. 2008). Además se ha demostrado que existe una buena disponibilidad, por ejemplo en Estados Unidos se tiene una disponibilidad estimada de 470 millones de toneladas. Estos residuos podrían ser utilizados como materia prima para biodiesel, evitando los debates éticos de utilizar cultivos y tierras que se destinan para fines alimenticios (Rivera y col.2009).

Las grasas animales son caracterizadas por contener un gran porcentaje de ácidos grasos saturados en comparación con los aceites vegetales. Esto afecta las propiedades del biodiesel y su comportamiento a bajas temperaturas, lo que representa un problema para operar en invierno por su alto punto de fusión. Por otro lado presentan un gran poder calorífico y un alto número de cetano. Las grasas animales normalmente son consideradas

como productos de desecho, por esta razón normalmente son mucho más baratas que las otras materias primas de primera generación, lo cual las hace atractivas para la producción del biodiesel (Avellaneda, 2010).

## **2.3 Higuera (*Ricinus communis* L.)**

### **2.3.1 Clasificación taxonómica**

La higuera tiene su origen en África oriental, donde se ha propagado en forma natural o artificial hacia muchas regiones del mundo. Su importancia comercial radica en que a partir de su semilla se extrae el aceite de ricino. El cual tiene múltiples usos industriales. Además, la pulpa obtenida después de la extracción del aceite por prensa puede ser utilizada como fertilizante orgánico o suplemento proteico en alimentación animal previa detoxificación. De su tallo se puede obtener leña, fibra y pulpa para celulosa (Vaderrama y col.1994).



Figura 2.1 Planta de Higuera (*Ricinus communis* L.).

Acuerdo a Meneses (2011) se clasifica de la siguiente manera:

Orden: Euphorbiales

Familia: *Euphorbiaceae*



Género: *Ricinus*

Especie: *Ricinus communis*

### 2.3.2 El aceite de ricino

El contenido de aceite se encuentra entre el 35% al 55% en la semilla. El porcentaje de aceite depende de las condiciones del cultivo (agua, fertilizantes, humedad, pH del suelo, etc.) y recolección de las semillas (Ganduglia, 2009).

El aceite de higuera conocido comercialmente como aceite de ricino o castor oil no es comestible. Es un líquido amarillo pálido o casi incoloro, transparente, viscoso, de olor débil que al gusto produce una sensación dulce seguida de un sabor ligeramente agrio y usualmente nauseabundo (Vaderrama y col. 1994).

El ácido ricinoleico es el principal ácido graso del aceite de ricino, este ácido graso posee 18 carbonos con tres grupos funcionales altamente reactivos: un grupo carbonilo en el primer carbono, un doble enlace o insaturación en el noveno carbono y el grupo hidroxilo en el carbono 12. Esta característica hace que las propiedades del aceite de ricino sean diferentes de otros aceites vegetales. El alto contenido de ácido ricinoleico, con un grupo hidroxilo, es la razón por la cual el aceite de ricino tiene especialmente alta viscosidad y densidad. También se caracteriza por su alta estabilidad, alta higroscopicidad y su solubilidad en alcohol, que afecta a la reacción de transesterificación (Encinar y col. 2010).

Tabla. 2.1 Composición promedio aceite de ricino (Guerrero y col.2010).

Ácido Graso	% p/p
Linoleico	4.4
Estearico	0.9
Dihidroxiestearico	0.5
Linolenico	0.2
Ricinoleico	90.2
Oleico	2.8
Palmítico	0.7
Araquídico	0.3

## 2.4 Grasa de pollo (*Gallus gallus*)

La grasa de pollo, se considera dentro del tipo de grasas insaturadas, ya que está compuesta por ácidos grasos insaturados como el oleico, linoleico y el palmitoleico, son grasas líquidas a temperatura ambiente.

Tabla 2.2 Composición promedio de la grasa de pollo (Arteaga y col.2010).

Ácido Graso	% p/p
Linoleico	20.6
Oleico	42.5
Palmítico	21.5
Estearico	7.6
Linolénico	1.8
Otros	6.1

La grasa de pollo ofertada en el mercado, se recicla por separado del resto de los subproductos de aves gracias al mayor tamaño de sus mataderos. Su contenido en linoleico varía entre 16 al 25%, en función de la alimentación de las aves previo al sacrificio.

Las grasas de pollo son un potencial a la hora de producir fuentes alternativas de energía, su composición las hace un material que puede ser biocombustible, por sus altos componentes energéticos. Además de su bajo costo, son renovables y confiere mejores propiedades al comportamiento en frío del biodiesel de grasa (Martínez y col. 2007).

## 2.5 Producción de biodiesel

En 1900, Rudolfo Diesel demostró que el aceite de cacahuete se podía utilizar como combustible en el motor diesel. Sin embargo, esto trajo diversos problemas en el motor, como formación de depósitos de carbón y carbonizado en el inyector, dilución del aceite lubricante por contaminación con aceite vegetal y reducción de potencia y eficiencia del motor. Esto es provocado por la alta viscosidad y contenido de ácidos grasos libres, la baja

volatilidad, las resinas y gomas y el contenido de cenizas de los aceites. Por lo tanto, para reducir los efectos de los aceites en el motor se ha planteado el pretratamiento térmico de los aceites para disminuir su viscosidad y tensión superficial, a fin de lograr mejor atomización, o la utilización de mezclas aceite-diesel con modificaciones al motor para que pueda recibir la mezcla. Sin embargo, ninguna de estas opciones es comercialmente viable debido a su ineficacia y poca practicidad. En la actualidad se están modificando químicamente los aceites y grasas. Esta modificación se lleva a cabo por un proceso llamado transesterificación (Rojas y col.2011).

## **2.6 Biodiesel de higuera y grasa de pollo**

Algunas investigaciones sobre la producción de biodiesel de higuera, mayormente utilizan metanol e hidróxido de sodio ó hidróxido de potasio como catalizador, donde se evalúa la relación molar metanol / aceite de ( 03:01 , 06:01 , 09:01 , 12:01 ) , temperatura (25, 35 , 45, 55, 65 °C ), y la cantidad de catalizador (0,5 , 1,0 , 1,5 % en peso). Las condiciones óptimas encontradas son relación molar 9:01 metanol/ aceite, 65 ° C, catalizador 1,0 % en peso y un contenido de ésteres del 94.66 % (Lozada y col., 2009; Encinar y col. 2010). Sin embargo el biodiesel de higuera presenta dificultad para su uso en motores por su alta viscosidad cinemática y se sugiere emplear mezclas con diesel B5 hasta B10 (figura 2.1) para su uso como combustible cumpliendo con las normas A.S.T.M D975 y EN 14214-03 (Benavides y col., 2007; Delgado y col. , 2010).

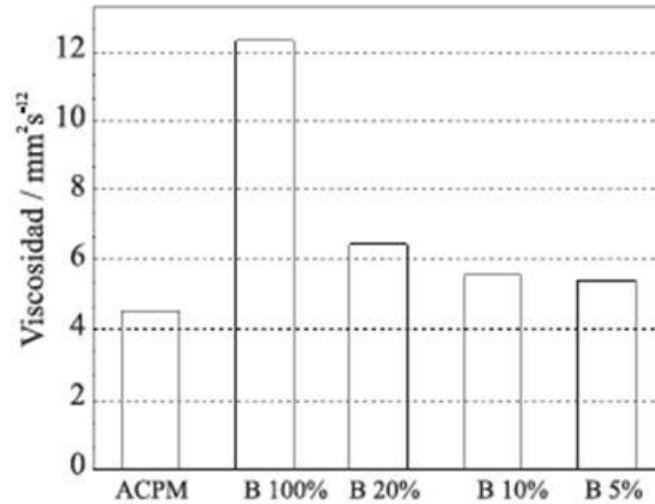


Figura 2.2 Viscosidad diesel (ACPM) y mezclas de biocombustibles (Delgado y col. 2010).

Por otro lado los residuos de pollo son fuentes de desechos sólidos que generalmente no se utilizan, algunas investigaciones en la producción de biodiesel de grasa de pollo frecuentemente se utiliza metanol ó etanol y como catalizador hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, óxido de calcio, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y enzimas (Rojas y col. 2011);, dependiendo del índice de acidez se produce a través de esterificación, transesterificación ó utilizando ambas, en donde las condiciones óptimas frecuentes de reacción son relación molar metanol/ aceite 6:1, temperatura 50°C, concentración de catalizador de 0.5 % y con rendimientos del 96% (Jagadale y col., 2012; Tejada y col., 2013). Sin embargo, se obtienen valores altos de viscosidad cinemática (Figura 2.2) y se proponen que los motores de combustión interna deberán ser modificados para utilizar del biodiesel producido a partir de grasa de la piel del pollo ó realizar mezclas con diesel de petróleo B10, B15, B20, B25 hasta B30 que cumplan con las normas A.S.T.M D975 y EN 14214-03. El uso de los residuos de pollo como biodiesel puede minimizar eficazmente el problema de la gestión de residuos sólidos (Bharat y col., 2012).

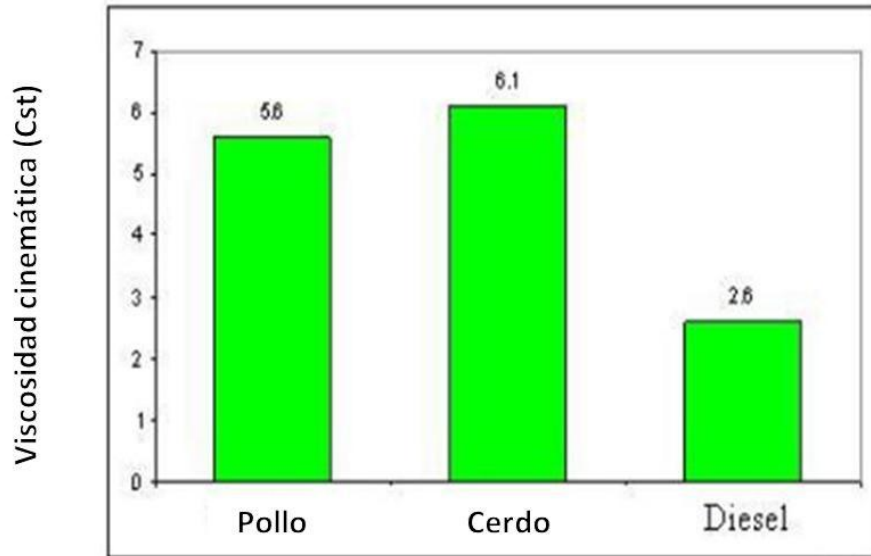


Figura 2.3 Viscosidad cinemática de biodiesel de piel de pollo y piel de cerdo con diesel convencional (Adaptado de Bharat y col.2012).

## 2.7 Principios de la reacción de transesterificación

El proceso de transesterificación es la reacción de un triglicérido (aceite o grasa) con un alcohol de bajo peso molecular (metanol, etanol, propanol, butanol) en presencia de un catalizador, para producir alquilesteres y glicerol (figura 2.2).

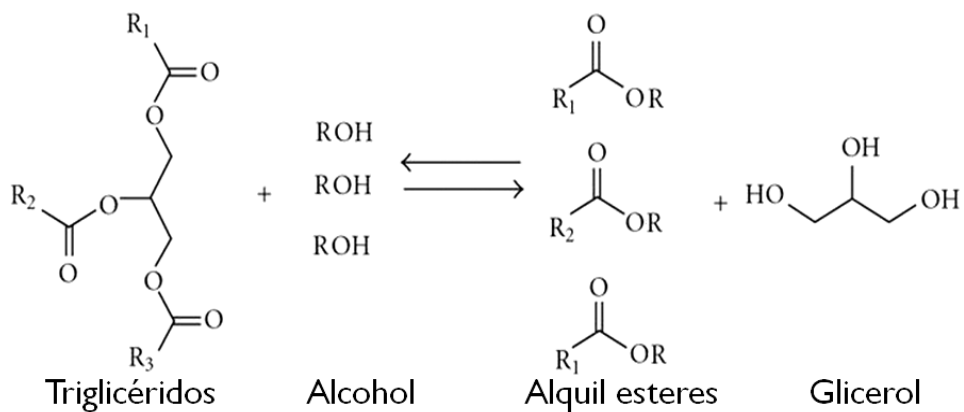


Figura 2.4 Reacción de transesterificación (Hincapiey col. 2011).

La transesterificación es una secuencia de tres reacciones consecutivas reversibles transformando triglicéridos en diglicéridos, luego en monoglicéridos y finalmente en glicerol, produciendo una molécula de éster en cada paso por cada tres moléculas de alcohol consumida la reacción entre los triglicéridos y el alcohol es reversible, por lo tanto el alcohol debe agregarse en exceso para desplazar la reacción a la derecha y asegurar una conversión alta (Albis y col. 2005).

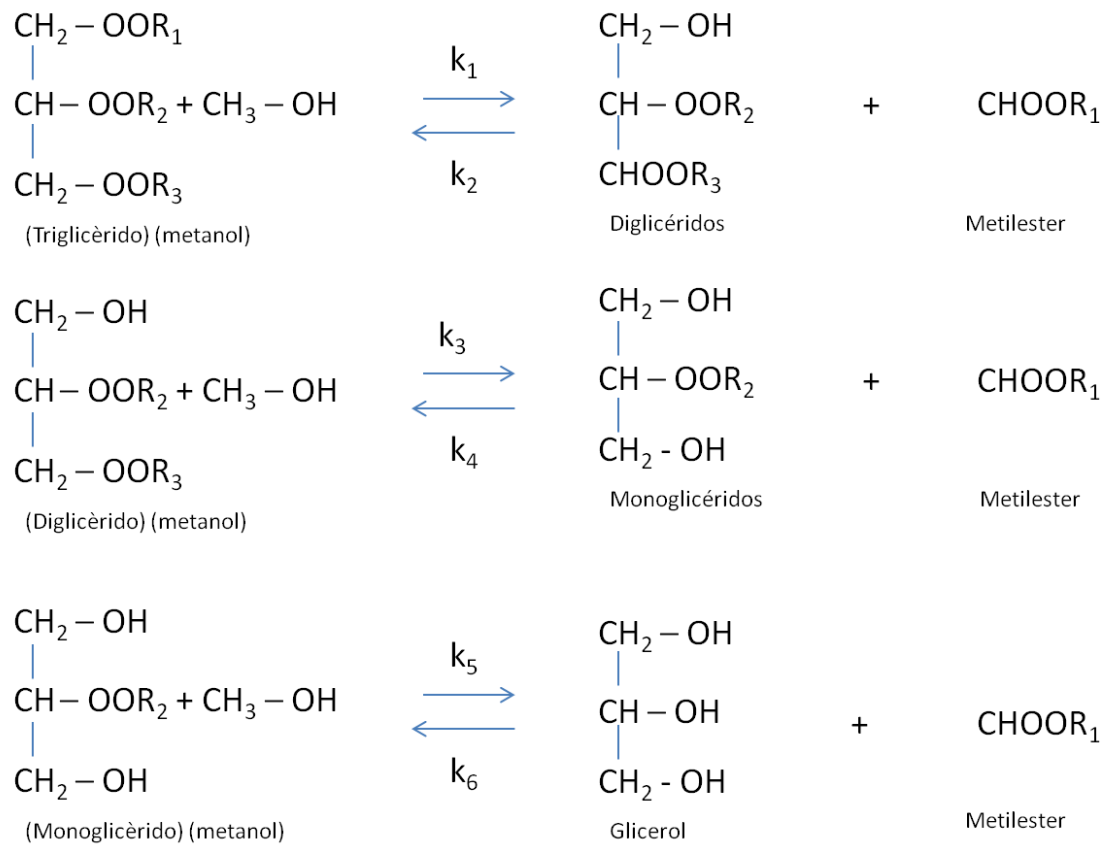


Figura 2.5 Reacciones consecutivas de la transesterificación (Alba, 2011).

## **2.8 Factores que afectan el proceso de transesterificación**

### **2.8.1 Relación molar alcohol: aceite**

Entre los alcoholes, el metanol y el etanol son los que se utilizan con más frecuencia. El metanol, por su bajo costo y sus ventajas fisicoquímicas, ya que puede reaccionar a baja temperatura y con rapidez con los triglicéridos, es el más utilizado. Además, las viscosidades de los ésteres etílicos son ligeramente más altas que las de los ésteres metílicos. La relación molar alcohol:aceite es una de las variables más importantes que afectan el rendimiento de la reacción. Según su estequiometría, la reacción de transesterificación requiere 3 moles de un alcohol y 1 mol de triglicéridos para dar 3 moles de éster monoalquílico de ácido graso y 1 mol de glicerina (Rojas y col.2011). Sin embargo, considerando que la reacción de transesterificación es un equilibrio químico, se puede conseguir un desplazamiento del mismo a la derecha utilizando relaciones metanol:aceite superiores a la estequiométrica. Cuando se utiliza un 100% de exceso de alcohol, la reacción transcurre a una alta velocidad llegándose también a altos rendimientos de ésteres metílicos.

Por otro lado los valores elevados de la relación molar alcohol:aceite pueden interferir en la separación de la glicerina debido a un aumento en la solubilidad. Cuando la glicerina permanece en la solución, favorece el desplazamiento del equilibrio hacia la izquierda, disminuyendo la conversión de los ésteres (Vicente, 2012; Benjumez y col.2004).

### **2.8.2 Temperatura de reacción**

La temperatura influye claramente en la reacción de transesterificación y en el rendimiento del producto biodiesel. Una temperatura elevada puede disminuir la viscosidad del aceite, dando lugar a un aumento de la velocidad de reacción y a una disminución del tiempo de reacción. Sin embargo cuando la temperatura de reacción aumenta por encima del nivel óptimo, la conversión en biodiesel disminuye porque elevadas temperaturas de reacción aceleran la reacción de saponificación de los triglicéridos. La temperatura de reacción debe ser menor que el punto de ebullición del alcohol para asegurar que este no se pierda por vaporización (Lozada y col. 2009; Torossi, 2006).

### **2.8.3 Velocidad de agitación**

Al inicio de la reacción, los triglicéridos y el metanol forman dos fases inmiscibles. Dado que la concentración de triglicéridos en metanol es baja, el rendimiento inicial de la reacción es bajo. Por lo tanto, en los momentos iniciales, la reacción es controlada por el mecanismo de transferencia de materia. La agitación es necesaria para aumentar el grado de mezcla de las dos fases y aumentar la velocidad de la transesterificación.

A medida que los triglicéridos se convierten en ésteres de ácidos grasos, disminuye la viscosidad de la mezcla de reacción, produciéndose un aumento en la velocidad de la misma, y según avanza la reacción y más ésteres alquílicos se producen, se forma una única fase, los efectos de la mezcla van disminuyendo, el régimen de la reacción cambia a control cinético y la velocidad de reacción estará controlada principalmente por la temperatura. Por tanto, incrementando el grado de mezcla y la temperatura se obtendrán altas velocidades de reacción (Vicente, 2012; Torossi, 2006).

### **2.8.4 Tipo de catalizador**

El tipo del catalizador depende de la cantidad de ácidos grasos libres presentes en el aceite, la cantidad de catalizador utilizado varía entre el 1 y 3 % (Lozada y col.2009). La reacción catalizada por una base presenta una mejor conversión en un corto tiempo para aceites con menores cantidades de ácidos grasos libres (AGL), mientras que para aceites con una mayor cantidad de AGL la esterificación catalizada por ácido, seguida de transesterificación, es más adecuada. La transesterificación catalizada por álcalis es mucho más rápida que la transesterificación catalizada por ácido y es el método más utilizado, con fines comerciales. Además, los catalizadores alcalinos son menos corrosivos que los compuestos ácidos, por lo que los procesos industriales, en general, prefieren los catalizadores básicos, tales como alcóxidos de metales alcalinos e hidróxidos, así como carbonatos de sodio o de potasio (Thanh y col.2012).



## 2.9 Parámetros y especificaciones de la calidad del biodiesel

Los estándares y especificaciones técnicas establecidos en las normas de calidad existentes para el biodiesel se basan en una amplia variedad de factores que varían entre las distintas regiones.

Tabla 2.3 Comparación de las normas EN 14214-03 y A.S.T.M D 6751 (Ambrisol, 2008).

Propiedad	Unidades	EN 14214-03	A.S.T.M D 6751
Contenido de ésteres	% (m/m)	Mín. 96.5	-----
Densidad a 15 °C	g/cm <sup>3</sup>	0.86 – 0.90	0.96
Viscosidad 40 °C	mm <sup>2</sup> /s	3.50 – 5.00	1.90 – 6.00
Punto de Inflamación	°C	Mín. 120	Mín. 130
Azufre	% (m/m)	Máx. 10	Máx. 0.05
Número de cetano	----	Mín. 51	Mín. 45
Cenizas	%	Máx. 0.02	Máx. 0.01
Humedad	mg/kg	Máx. 500	-----
Estabilidad de la oxidación a 110°C	h	Min. 6	Máx. 5
Índice de acidez	mg KOH/g	Máx. 0.50	Máx. 0.80
Índice de yodo	g yodo/100g	Max. 140	
Metanol	% (m/m)	Máx. 0.20	-----
Monoglicéridos	% (m/m)	Máx. 0.80	-----
Diglicéridos	% (m/m)	Máx. 0.20	-----
Triglicéridos	% (m/m)	Máx. 0.20	-----
Glicerol libre	% (m/m)	Máx. 0.02	Máx. 0.02
Glicerol total	% masa	Máx. 0.25	Máx. 0.24
Fósforo	mg/kg	Máx. 10	-----

Entre estos factores se incluyen los estándares existentes para el diesel convencional, los tipos de motores diesel más comunes en la región y los límites establecidos por la regulación sectorial sobre la protección del medio ambiente y las emisiones en el sector del transporte. Aunque existen numerosas normas de calidad para el biodiesel, la mayor parte de ellas se basan en la norma europea EN14214 y la estadounidense A.S.T.M D6751.

Las diferencias entre ellas no sólo incluyen los estándares de calidad considerados y los valores límite aplicados a cada uno de ellos, sino que también a los métodos de medida, que aunque en muchos casos se tratan técnicas similares, emplean procedimientos distintos que implican una difícil comparación entre los valores límite de los estándares. Otra diferencia esencial entre las especificaciones técnicas europeas y norteamericana es que la norma A.S.T.M D6751 se aplica tanto a los ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME por sus siglas en inglés) como a los ésteres etílicos de ácidos grasos (FAEE por sus siglas en inglés), mientras que la norma EN 14214 solo es de aplicación para los primeros. Asimismo, la norma estadounidense establece las especificaciones técnicas para el componente biodiesel B100, mientras que la europea lo hace tanto para el combustible resultado de mezclar biodiesel con diesel convencional como para el componente puro B100 (Ambrisol, 2008).

### **2.9.1 Acidez**

El índice de acidez es una medida de la concentración de ácidos grasos libres. Esta propiedad se eleva con la degradación del combustible o se asocia a depósitos en el sistema de combustible, reduce la vida de la bomba del combustible y filtros (Sarin, 2012; Knothe, 2006).

### **2.9.2 Densidad**

La densidad es una de las propiedades más importantes de los combustibles, ya que los sistemas de inyección, bombas e inyectores deben suministrar la cantidad de combustible con precisión para proporcionar la combustión adecuada. La densidad del biodiesel

depende del contenido en ésteres y de la cantidad remanente de alcohol, por lo tanto, esta propiedad viene determinada fundamentalmente por el aceite vegetal elegido (Sarin, 2012).

### **2.9.3 Estabilidad oxidativa**

La estabilidad del biodiesel es una propiedad importante cuando se va a almacenar durante un período prolongado. Una débil estabilidad puede llevar al aumento de la acidez y de la viscosidad del combustible y provocar la formación de gomas y sedimentos. Por lo tanto, si la duración de almacenamiento del biodiesel y de las mezclas de biodiesel es más de 6 meses, debe ser tratado con un aditivo antioxidante (Knothe, 2006).

### **2.9.4 Humedad**

Se sabe que los ésteres metílicos son más higroscópicos que los combustibles a base de petróleo y, durante el almacenamiento, pueden absorber más agua hasta alcanzar una concentración de aproximadamente 1000 ppm. Si se sobrepasa esta cantidad, puede tener lugar la acumulación de la misma en el fondo de los tanques de almacenamiento. La presencia de agua libre promueve el crecimiento de microorganismos que degradan el biodiesel, reduciendo su capacidad de almacenamiento. También puede afectar al funcionamiento del motor puesto que los lodos producidos pueden causar obstrucción de los filtros y las líneas por las que circula el combustible (Knothe, 2006).

### **2.9.5 Viscosidad**

La viscosidad cinemática es una medida de la fricción interna entre moléculas o de la resistencia a fluir de los líquidos. Se trata de otra de las propiedades más importantes, puesto que, afecta a la atomización del combustible en la inyección del mismo en la cámara de combustión y, con ello, a la formación de depósitos en el motor. De hecho, es la principal razón por la cual las grasas y los aceites son transesterificados a biodiesel. Con ello, se consigue que la viscosidad del biodiesel se reduzca sustancialmente (Sarin, 2012; Knothe, 2006).

## CAPÍTULO III

### JUSTIFICACIÓN

Los combustibles alternativos para motores diesel han sido cada vez más importantes debido a la disminución de las reservas de petróleo y las preocupaciones crecientes ambientales han hecho a los combustibles renovables una alternativa excepcionalmente atractiva como combustible para el futuro.

Los aceites vegetales y grasas animales pueden ser utilizados como combustible para motores de combustión, pero su alta viscosidad es un inconveniente. La principal diferencia entre las propiedades del aceite vegetal o grasa animal y el biodiesel es la viscosidad, siendo la de este último ideal al trabajar en los sistemas hidráulicos y mecánicos de un motor diesel, muchas veces es más alta la viscosidad a temperatura ambiente en los aceites y grasas puros haciendo más difícil que el aceite vegetal o grasa fluya desde el tanque de combustible hasta el motor, además de que formaría depósitos en los inyectores. Por ese motivo, los aceites y grasas se convierten en sus ésteres metílicos (biodiesel) mediante la reacción de transesterificación.

La higuera (*Ricinus communis* L.) es una planta oleaginosa que se encuentra ampliamente distribuida en México en condiciones silvestres, adaptada a las condiciones climáticas de diferentes ambientes y posee un potencial productivo para la producción de aceite. Sus semillas presentan un contenido de aceite entre el 25 y 66% (INIFAP, 2011).

Este aceite de higuera no es considerado como comestible debido a la ricina, lectina altamente tóxica para el hombre y los animales, sin embargo el aceite posee múltiples aplicaciones en las industrias automotriz, farmacéutica, cosmetológica, química, aeronáutica, fertilizantes y pesticidas y, actualmente en la industria de los biocombustibles.

La grasa de pollo se utiliza porque es un residuo de bajo o nulo costo y tiene altos rendimientos de extracción durante el calentamiento, de acuerdo a Lara y col. (2013) en el municipio de Tuxtla Gutiérrez es posible obtener una cantidad de grasa de 103,170 litros

anuales, acorde a estos datos se plantea como materia prima alternativa viable para la obtención de biodiesel.

Debido al problema de viscosidad que presentan los aceites vegetales y grasas animales se propuso una metodología de transesterificación utilizando como materia prima a la grasa de pollo y al aceite de ricino, además de analizar el la variación de la viscosidad en mezclas del biodiesel producido y diesel.

## CAPÍTULO IV

### OBJETIVO GENERAL

Obtener los parámetros de reacción para la transesterificación de aceite de higuera (*Ricinus communis* L.) y grasa de pollo (*Gallus gallus*) para minimizar la viscosidad del biodiesel producido.

### Objetivos específicos

- Caracterizar fisicoquímicamente al aceite de higuera y a la grasa de pollo.
- Minimizar la viscosidad mediante la transesterificación con metanol y KOH como catalizador, optimizando parámetros de reacción, tales como porcentaje de KOH y proporción metanol: aceite y grasa, mediante un diseño ortogonal L9.
- Evaluar el efecto de la temperatura sobre la viscosidad de la mezclas biodiesel: diesel.

## CAPÍTULO V

### METODOLOGÍA

#### 5.1 Obtención del aceite de higuera

El aceite de higuera (*Ricinus communis* L.) fue obtenido de la planta procesadora de higuera, Aceites Torres Barriga ubicada en La calle 20 de noviembre 715 centro Oaxaca, Oaxaca. Posteriormente se almacenaron en frascos secos, cubiertos de la luz y la humedad para evitar su oxidación a temperatura ambiente.

#### 5.2 Obtención de la grasa de pollo

Los residuos de pollo (*Gallus gallus*) fue obtenida del mercado “Santa cruz”, ubicada en la calle Rosario Sabinal 658 Terán, Tuxtla Gutiérrez Chiapas.

Con la finalidad de eliminar impurezas se limpió manualmente, eliminando residuos como vísceras, tendones, cartílagos, pelos etc. Para facilitar la extracción de la grasa se redujo de tamaño a dos centímetros cuadrados aproximadamente. Posteriormente se calentaron los residuos de pollo en un cristizador a 90 °C sobre una parrilla eléctrica marca Thermo Scientific hasta que se derritió.

Se obtuvieron dos fases, la grasa derretida y sólidos (tejido conjuntivo). La grasa líquida se separó por decantación, se filtró utilizando tela de pañalina, obteniendo una grasa líquida limpia.

Posteriormente se almacenó en frascos secos, cubiertos de la luz y la humedad para evitar su oxidación a temperatura de 4 °C.

### 5.3 Caracterización fisicoquímica de la materia prima

Se realizaron los análisis fisicoquímicos al aceite de higuerilla y grasa de pollo de acuerdo las normas mexicanas para aceites y grasas vegetales o animales.

#### 5.3.1 Densidad (NMX-F-075-1987)

Se utilizó un picnómetro, debido a su alta densidad y viscosidad de las materias primas no se analizó en el equipo Density Meter. Se determinó la masa del picnómetro vacío, posteriormente se llenó con agua destilada a 25°C evitando la formación de burbujas para obtener su peso nuevamente, realizando el mismo proceso para la muestra. La densidad se calculó con las siguientes formulas:

$$G1 = M1 - M$$

$$G2 = M2 - M$$

$$\delta = \frac{G1}{G2}$$

En donde:

M1 = Masa del picnómetro con muestra.

M2 = Masa del picnómetro con agua.

M = Masa del picnómetro vacío.

G1 = Masa neta del aceite o grasa.

G2 = Masa neta del agua.

$\delta$  = Densidad relativa del aceite o grasa a temperatura.

#### 5.3.2 Índice de refracción (NMX-F-074-S-1981)

El índice de refracción se determinó con el refractómetro Abbe, se calibró el equipo con una gota de agua, posteriormente se colocó la muestra y se determinó su índice de refracción.



El índice de refracción se calculó con la siguiente fórmula:

$$n_{Dt} = n_{D't'} + K (t' - t)$$

En donde:

$n$  = Lectura de la temperatura de referencia.

$n'$  = Lectura a la temperatura  $t'$  en K (°C).

$t$  = Temperatura de referencia.

$t'$  = Temperatura a la cual se hizo la lectura  $n'$ .

$K$  = 0.000385 para aceites

$K$  = 0.000365 para grasas

### **5.3.3 Índice de acidez (NMX-F-101-1987)**

Se pesaron  $7.05 \pm 0.05$  g de muestra, en un matraz Erlenmeyer de 150 mL se le agregaron 75 mL de alcohol etílico J.T Baker. Esta mezcla se homogenizó y se le añadió 1 mL de fenolftaleína como indicador. Posteriormente la mezcla se tituló con la solución de hidróxido de potasio J.T Baker al 0.25 N, agitando frecuentemente hasta que una coloración rosada persistiera durante 30 segundos.

El resultado se expresa en miligramos de hidróxido de potasio de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Índice de acidez} = 56.1 \times N \times V / P$$

En donde:

56.1 = equivalente químico del hidróxido de potasio.

$N$  = normalidad de la solución de hidróxido de potasio (0.25 N).

$V$  =  $\text{cm}^3$  de solución valorada de hidróxido de potasio gastados en la titulación de la muestra.

$P$  = masa de la muestra en gramos (7.05 g).

Además de expresarlo como porcentaje de ácido oleico, palmítico o láurico aplicando la siguiente expresión, utilizando el valor de miliequivalentes (meq) del ácido graso de referencia:

$$\% \text{ ácidos grasos libres} = \frac{\text{meq} \times N \times V}{P} \times 100$$

En donde:

meq = mili equivalente químico del ácido graso de referencia

N = normalidad de la solución de hidróxido de potasio (0.25 N).

V = cm<sup>3</sup> de solución valorada de hidróxido de potasio gastados en la titulación de la muestra.

P = peso de la muestra en gramos (7.05 g).

### 5.3.4 Índice de yodo (NMX –F-152-S-1981)

Se pesaron de 5.0 ±0.05 g de muestra dentro de un matraz, se disolvió en 10 mL de tetracloruro de carbono, después se le añadieron 25 ml de solución de Wijs (Anexo tabla 10.3) se dejó reposar a oscuras durante 10 minutos, posteriormente se añade 20 mL de solución de yoduro de potasio al 15% y 100 mL de agua destilada, se mezcló y se tituló con tiosulfato 0.1N hasta un color amarillo claro, enseguida adicionar 2 mL de solución de almidón al 10% y proseguir la titulación hasta la desaparición del color azul.

El índice de yodo se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$I = \frac{(V_t - V_m) N \times 12.69}{g}$$

En donde:

I = Índice de yodo.

V<sub>t</sub> = Volumen de solución de tiosulfato de sodio gastado en la titulación del blanco, en mL.

V<sub>m</sub> = Volumen de solución de tiosulfato de sodio gastado en la titulación de la muestra, en mL.

N = Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

12.69 = Equivalente del yodo.

g = Masa de la muestra en gramos.

### 5.3.5 Índice de saponificación (NMX-F-174-S-1981)

Se pesaron 5.0 ±0.05 g de muestra en un matraz Erlenmeyer, se le agrego 50 mL de hidróxido de potasio en solución alcohólica (Se pesaron 10 gramos de hidróxido de potasio J.T Baker y se disolvió en 250 mL de etanol J.T Baker al 96%), posteriormente se puso en reflujo durante 30 minutos, con agitación constante. Una vez terminada la saponificación se le agrego 1 mL de solución indicadora de fenolftaleína al 1.0 % titulándose en frío, con ácido clorhídrico 0.5 N, hasta la decoloración. Se hizo una prueba testigo usando la misma cantidad de reactivo.

El índice de saponificación se calculó con la siguiente fórmula:

$$I.S. = \frac{V1 - V \times 28.05}{P}$$

En donde:

I.S. = Índice de saponificación.

V1 = los mililitros de solución de ácido clorhídrico 0.5 N empleados en la titulación del testigo.

V = los mililitros de ácido clorhídrico 0.5 N empleados en la titulación de la muestra.

P = Masa de la muestra en gramos (5 g).

28.05 = Miligramos de hidróxido de potasio equivalente a 1 ml de ácido clorhídrico 0.5 N

### 5.3.6 Masa molecular promedio

La determinación de la masa molecular promedio se obtuvo de la siguiente relación:

$$\text{Masa molecular promedio} = \frac{56}{\text{Índice de saponificación}} \times 1000$$

Donde 56/ índice de saponificación es la masa en gramos de aceite saponificado por 56 g de hidróxido de potasio (Akintayo, 2004).

### 5.3.7 Estabilidad oxidativa (Rancimat)

Para determinar la estabilidad oxidativa se empleó el equipo Rancimat modelo 743 marca Metrohm. (Anexo Figura 10.2 b), siguiendo las indicaciones del manual del usuario.

### **5.3.8 Humedad (Karl Fischer)**

Para determinar la humedad se empleó el equipo Karl Fischer modelo 756 coulometer, 782 stirrer. (Anexo Figura 10.1 a), siguiendo las indicaciones del manual del usuario.

### **5.3.9 Viscosidad**

Para determinar la viscosidad del biodiesel se empleó un viscosímetro Stanbinger Viscometer modelo SVM300 marca AntonPaar. (Anexo Figura 10.2 b), siguiendo las indicaciones del manual del usuario.

### **5.3.10 Densidad**

Para determinar la densidad del biodiesel se empleó el equipo Density Meter modelo DMA 4500M marca AntonPaar (Anexo figura 10.2 a), siguiendo las indicaciones del manual del usuario.

## **5.4 Reacción de transesterificación**

La reacción de transesterificación se realizó en matraces de 500 mL marca KIMAX conectados a reflujo, utilizando parrillas de calentamiento marca Thermo Scientific.

De acuerdo al diseño experimental (ver tabla 5.2) se agregó los gramos aceite ó grasa al matraz, posteriormente el metóxido (Gramos de hidróxido de potasio J.T Baker con 88% de pureza disuelto en metanol J.T Baker al 99%), la reacción se llevó a cabo de acuerdo a la temperatura del diseño experimental durante 120 minutos a 120 rpm.

Posteriormente la reacción fue enfriada hasta temperatura ambiente, y se dejó reposar en un embudo de separación durante 24 horas hasta formarse dos fases, correspondiendo la capa superior a los ésteres y la inferior a la glicerina.

## **5.5 Diseño experimental**

Para el aceite de higuera y grasa de pollo se utilizaron los mismos factores y niveles que se muestran en la tabla 5.1

Tabla 5.1 Factores y niveles del diseño experimental.

<b>Factores</b>	<b>Niveles</b>		
<b>Temperatura</b>	40 °C	50 °C	60 °C
<b>Relación alcohol/aceite o grasa</b>	6:1	9:1	12:1
<b>Catalizador (% por peso)</b>	2	2.5	3

Estos datos se introdujeron en el programa estadístico statgraphics centurión XV versión 15.2.05 para generar el arreglo ortogonal L9 (Tabla 5.2), cada bloque con tres repeticiones dando un total de 27 unidades experimentales, la variable de respuesta fue minimizar la viscosidad cinemática.

Tabla 5.2 Diseño experimental de arreglo ortogonal (L9) para la transesterificación.

<b>Bloque</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Relación metanol: aceite</b>	<b>%Catalizador</b>
<b>1</b>	50	6:1	2.5
<b>2</b>	40	9:1	2.5
<b>3</b>	60	9:1	2
<b>4</b>	60	6:1	3
<b>5</b>	40	6:1	2
<b>6</b>	50	9:1	3
<b>7</b>	50	12:1	2
<b>8</b>	40	12:1	3
<b>9</b>	60	12:1	2.5

Las determinaciones del biodiesel son las reportadas de la sección 5.3.1 a la 5.3.10 excepto en índice de refracción, índice de yodo, índice de saponificación.

## 5.6 Determinación de perfil de ácidos grasos (UNE EN 14103:2003)

Se preparó como estándar una disolución de heptadecanoato metílico a una concentración de 10 mg/mL, se pesaron 500 mg de heptadecanoato metílico y se llevaron a un matraz volumétrico de 50 mL con heptano.

Posteriormente, se pesaron 250 mg de muestra y se añadieron 5 mL de la solución de heptadecanoato de metilo previamente preparada.

### 5.6.1 Análisis cromatográfico

Cada una de las muestras se inyecta por duplicado con un volumen de 1 µl. Para el análisis se utilizó un cromatógrafo de gases marca Agilent Technologies, modelo 5975 inert XL (Net Work GC system), equipado con una columna DBWax (Agilent Technologies) de 60 metros de longitud, 0.25 mm de diámetro interno y 0.25 µm de espesor de película. La temperatura del horno se mantuvo en 250°C con un tiempo de corrida de 30.6 min. Se empleó helio como gas acarreador a un flujo de 1 mL/min, la temperatura del inyector fue 250 °C, inyección Split, con una relación de 60:1.

Una vez obtenido el cromatograma, se identificaron los picos desde el miristato de metilo (C14) hasta el éster metílico del C24:1 considerando todos los picos, incluyendo los minoritarios.

### 5.6.2 Determinación del contenido de ésteres

El contenido de éster, C, expresado como fracción en masa en tanto por ciento se calculó de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$C = \frac{(\sum A) - A_{EI}}{A_{EI}} \times \frac{C_{EI} \times V_{EI}}{m} \times 100\%$$

Donde:

C es el contenido de ésteres etílicos,

$\Sigma A$  es el área total de los picos,

$A_{EI}$  es el área correspondiente al heptadecanoato de metilo,

$C_{EI}$  es la concentración de la solución de heptadecanoato de metilo (mg/mL),

$V_{EI}$  es el volumen de la solución de heptadecanoato de metilo (mL)

$m$  es la masa de la muestra (mg).

### 5.6.3 Determinación del éster metílico del ácido linolénico

El contenido del éster metílico del ácido linolénico,  $L$ , se calculó expresado como fracción de masa en tanto por ciento de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$L = \frac{A_L}{(\Sigma A) - A_{EI}} \times 100\%$$

Donde:

$\Sigma A$  es el área total de los picos de ésteres metílicos,

$A_{EI}$  es el área correspondiente al heptadecanoato de metilo

$A_L$  es el área correspondiente al éster del ácido linolénico

## CAPÍTULO VI

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 6.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA PARA LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL.

##### 6.1.1 Caracterización del aceite de higuera

El análisis fisicoquímico del aceite de higuera se muestra en la tabla 6.1 los cuales se determinaron para conocer las propiedades de la materia prima y determinar las condiciones de producción de biodiesel.

De acuerdo a los resultados obtenidos el aceite de higuera, tiene un índice de acidez con un valor de  $1.06 \pm 0.57$  %, comparado con Benavides y col. (2007) reporta un valor de 1.1 % para el aceite de higuera, estos valores de índice de acidez coinciden lo que indica que contienen ácidos grasos libres por debajo de lo recomendado al 5%, lo que representa una ventaja para la transesterificación (Salimon y col. 2008).

Por otro lado el valor del índice de saponificación fue de  $226.27 \pm 6.85$  mg KOH/g aceite, este valor es mayor comparado con Lozada y col. (2009) y Salimon y col. (2008) reportan para los aceites de higuera y *Jatropha curcas* un valor de 192.854 mg KOH/ g aceite y 197.8 mg KOH/ g aceite respectivamente, a demás se emplea para calcular el peso molecular promedio del aceite y saber indirectamente si existen ácidos grasos libres en el aceite.

En el caso del el índice de yodo fue 45.27g yodo/100 g aceite, este valor es menor comparado con lo por con Encinar y col. (2010) de 84.19 g yodo/100 g aceite para el aceite de higuera, este valor nos representa una medida del promedio de insaturaciones que contiene el aceite, sin embargo no ofrece información respecto de la distribución y localización de los dobles enlaces por lo tanto a mayor índice de yodo indica mayor cantidad de enlaces dobles presentes (Moreno, 2003).



Tabla 6.1 Caracterización fisicoquímica del aceite de higuera.

Propiedad	Unidades	Resultado aceite de higuera	Aceite de higuera Otros valores	Autor
Densidad	g/cm <sup>3</sup>	0.9584±0.02	0.961	Encinar y col. (2010)
Viscosidad a 40 °C	cSt (mm <sup>2</sup> /s)	251.30±0.09	222	Okullo y col. (2012)
Índice de acidez	mg KOH/g	2.122±0.11	2.1	Benavides y col. (2007)
Ácidos grasos (% ácidos oleico)	%	1.06±0.57	1.1	Benavides y col. (2007)
Índice de saponificación	mg KOH/g aceite	226.27±6.85	192.854	Lozada y col. (2009)
Masa molecular Promedio	g	247.49	-----	-----
Índice de yodo	g yodo/100 g aceite	45.27±0.29	84.19	Encinar y col. (2010)
Índice de refracción a 29°C	-----	1.478±0.00	1.477	Machuca y col. (2010)
Humedad	mg/g	0.0636±4.80	-----	-----
Estabilidad oxidativa a 110 °C	h	22 ± 0.0	-----	-----

Para la cantidad de humedad obtenida en el aceite fue 0.0636±4.80 mg/g este valor de humedad cambiará de acuerdo al manejo y almacenamiento del aceite. La cantidad de agua presente puede causar problemas de desarrollo microbiano, saponificación, oxidación, etc. (Benjumea y col.2009) debido a este problema es importante que en el aceite la humedad sea mínima.

En cuanto a la estabilidad oxidativa fue de 22 horas, indica que puede estar almacenado durante meses a una temperatura ambiente sin que pierda su calidad, después de ese tiempo el aceite empieza a oxidarse y necesario utilizar antioxidantes, ya que los dobles enlaces son atacados por oxígeno formándose ácidos, alcoholes y aldehídos (Demirbas, 2009).

En el índice de refracción de los aceites varían entre 1.466 y 1.484 (Plank, 2005). El aceite de higuerilla tiene un índice de 1.478 que se encuentra entre estos valores, esta determinación nos ayuda a identificar y comprobar la pureza del aceite, que no ha sido adulterado con mezclas de aceites o disolventes.

En otro aspecto la densidad obtenida fue de  $0.9584 \pm 0.02 \text{ g/cm}^3$  que se encuentra fuera de norma por lo que debe reducirse a través de un proceso de transesterificación para disminuir esta densidad y poderse utilizar como biocombustible y proporcionar una combustión adecuada (Pratas y col. 2011).

En lo que respecta a la viscosidad del aceite de higuerilla es alta  $251.30 \text{ mm}^2/\text{s}$  a los  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ , a comparación de Lafargue y col. (2011) reportan  $33.89 \text{ mm}^2/\text{s}$  a  $40^\circ\text{C}$  para el aceite de *Jatropha curcas l*, esto debido a que la higuerilla presenta un grupo hidroxilo lo cual le confiere alta viscosidad, por esta no puede ser empleada directamente como biocombustible por lo que es necesario llevar a cabo un proceso de transesterificación para reducir sustancialmente la viscosidad.

### **6.1.2 Viscosidades a diferentes temperaturas**

En la tabla 6.2 se presentan los resultados de las viscosidades a diferentes temperaturas del aceite de higuerilla, debido que a sus características de densidad y viscosidad no puede ser empleado directamente como combustible.

Tabla 6.2 Viscosidades obtenidos en cada experimento para el biodiesel de higuerilla.

Bloque	Temperatura (°C)	Metanol: aceite	% catalizador	Viscosidad (mm <sup>2</sup> /s) Promedio
<b>B1</b>	50	6:1	2.5	20.600±1.815
<b>B2</b>	40	9:1	2.5	12.602±0.503
<b>B3</b>	60	9:1	2	14.195±3.643
<b>B4</b>	60	6:1	3	18.1426±0.968
<b>B5</b>	40	6:1	2	18.047±6.467
<b>B6</b>	50	9:1	3	13.579±1.830
<b>B7</b>	50	12:1	2	7.828±0.642
<b>B8</b>	40	12:1	3	10.620±5.784
<b>B9</b>	60	12:1	2.5	10.818±1.933

Basado en el diseño ortogonal L9 se obtuvieron los efectos de los tratamientos con los factores y niveles indicados en cada bloque.

En el diagrama de Pareto (Figura 6.1) se muestra el efecto sobre la variable de respuesta la viscosidad del biodiesel de higuerilla, siendo importante la relación molar alcohol: aceite (B). La proporción metanol: aceite, es un factor con efecto negativo con valor de  $p < 0.05$  (Tabla 6.3), con un nivel de confianza del 95.0%; donde tiende a decrecer la viscosidad. La actividad de transesterificación depende de las concentraciones molares de metanol a aceite. Se requiere un gran exceso de metanol para desplazar el equilibrio favorable durante la transesterificación para obtener mejores rendimientos de biodiesel (Encinar y col. 2010).

Por lo que el exceso de metanol pudo aumentar la solubilidad del metanol con la glicerina y de esta manera impedir la decantación por gravedad de la glicerina de forma total o parcial afectando en la viscosidad real en la transesterificación (Lozaday col.2009).

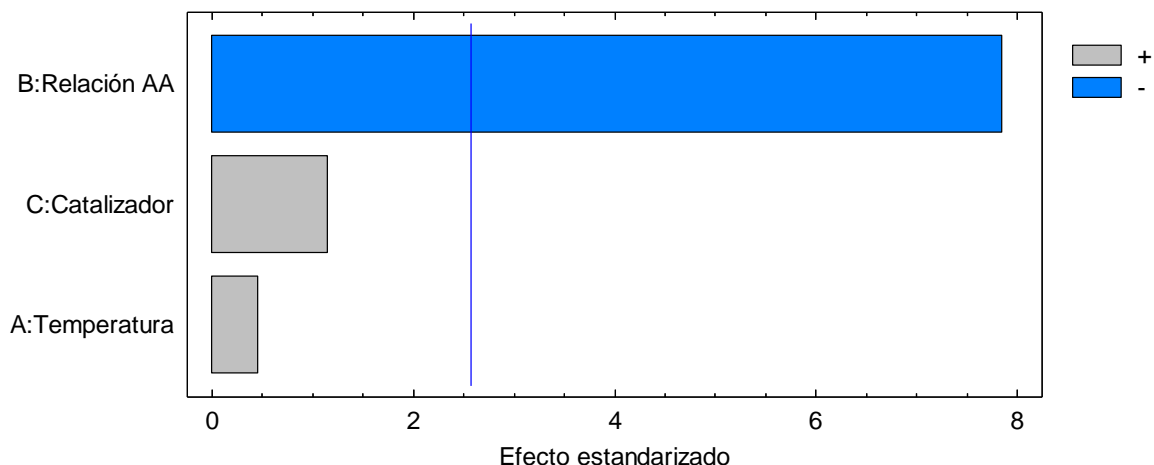


Figura 6.1 Diagrama de Pareto de la reacción de transesterificación para el biodiesel de higuera.

Con respecto al porcentaje de catalizador, de acuerdo al diagrama de Pareto no se encontró un efecto estadísticamente significativo de  $p < 0.05$  (tabla 6.3), es decir no tiene un efecto sobre la variación en la viscosidad. Esta cantidad de catalizador se utiliza debido a que acelera la velocidad de reacción de transesterificación y se utilizan a temperaturas bajas y se alcanzan rendimientos hasta del 98%, se emplean en una concentración de 0.8 a 2 % (Pérez y col.2008).

Tabla 6.3 Valores estadísticamente significativos de P.

Parámetro	Valor -P
<b>A: Temperatura</b>	0.6674
<b>B: Relación AA</b>	0.0005
<b>C: Catalizador</b>	0.3019

Por otro lado en el diagrama de Pareto la temperatura no se encontró un efecto estadísticamente significativo  $p < 0.05$  (Tabla 6.3) igual que el porcentaje de catalizador no se presenta un efecto sobre la variación en la viscosidad. Según Torossi (2006) la reacción de transesterificación puede ocurrir aún a una temperatura de 25°C, si bien su incremento es directamente proporcional a la velocidad de reacción, posee un intervalo limitado por el

punto de ebullición del metanol (65°C) y por las reacciones secundarias de formación de jabones debiéndose mantener entre 25°C y 65°C.

Así mismo considerando el análisis estadístico en la tabla 6.4 se presentan los factores de transesterificación, donde a una temperatura de 40°C, relación molar metanol: aceite 12:1 y catalizador al 2% son los factores óptimos para minimizar la viscosidad del aceite de higuera.

Tabla 6.4 Factores óptimos en la reacción de transesterificación para el biodiesel de higuera.

<b>Factor</b>	<b>Bajo</b>	<b>Alto</b>	<b>Óptimo</b>
<b>Temperatura (°C)</b>	40.0	60.0	40.0
<b>Relación molar metanol: aceite</b>	6:1	12:1	12:1
<b>Catalizador (%)</b>	2.0	3.0	2.0

En la tabla 6.5 se muestra una comparación en las condiciones de reacción con otros estudios realizados. Según Torossi (2006) la relación molar entre el alcohol y el aceite es una de las variables más influyentes en el rendimiento de la reacción y en la viscosidad final del biodiesel. Por lo que el alcohol más utilizado es el metanol debido a su polaridad y a su estructura de cadena corta. Si bien la estequiometría para la reacción de transesterificación requiere tres moles de alcohol por mol de aceite (3:1), en la práctica se incrementa a 6:1 para desplazar el equilibrio hacia una mayor formación de ésteres metílicos. En numerosos estudios la relación molar alcohol: aceite, para realizar la transesterificación de aceites vegetales diferentes al aceite de higuera generalmente varía de 6:1 a 9:1(Lozada y col.2009).

Sin embargo el aceite de higuera presenta una viscosidad superior a los aceites vegetales comúnmente empleados para realizar la transesterificación. El biodiesel de higuera posee un alto contenido de metilésteres del ácido ricinoleico, el cual es de carácter insaturado, además, posee un grupo hidroxilo en su estructura que le confiere alta viscosidad (Montero

y col.2002; Benavides y col.2007) razón por lo cual en este trabajo se emplea relaciones molares más altas.

Tabla 6.5 Comparación de viscosidad y condiciones de reacción.

<b>Factor</b>	<b>En este trabajo</b>	<b>Encinar y col. (2010)</b>	<b>Benavides y col. (2007)</b>	<b>Castillo y col. (2011)</b>
<b>Aceite</b>	Higuerilla	Higuerilla	Higuerilla	<i>Jatropha curcas</i> L
<b>Viscosidad cSt (mm<sup>2</sup>/s)</b>	7.82	14.85	14.89	6.57
<b>Temperatura (°C)</b>	40.0	35	25	75
<b>Relación molar metanol: aceite</b>	12:1	9:1	9:1	12:1
<b>Catalizador (%)</b>	2.0 KOH	1 KOH	0.8 NaOH	0.5 NaOH

En los datos bibliográficos la concentración de catalizador varía desde 0.5%, 1.0 %, 1.5%, 2.5%, hasta 3% en peso, acorde a las investigaciones realizadas por Encinar y col. (2010), Castillo y col. (2011) y Benavides y col. (2007).

En particular Benavides y col. (2007) asegura que valores altos de catalizador hasta 3% promueven la formación de geles, mientras que valores altos de la temperatura promueven la reacción secundaria de saponificación de los triglicéridos o de los metilésteres a medida que son producidos.

Además se obtuvo el diagrama de superficie de respuesta estimada, el cual el análisis permite determinar las condiciones que optimizan la disminución de la viscosidad, siendo estas un aumento en la relación molar metanol: aceite y una disminución en el porcentaje de catalizador (Figura 6.2), este análisis se corrobora con el diagrama de Pareto. A demás se encontró que el efecto de la temperatura y del catalizador no es tan significativo como el efecto de la cantidad de alcohol.

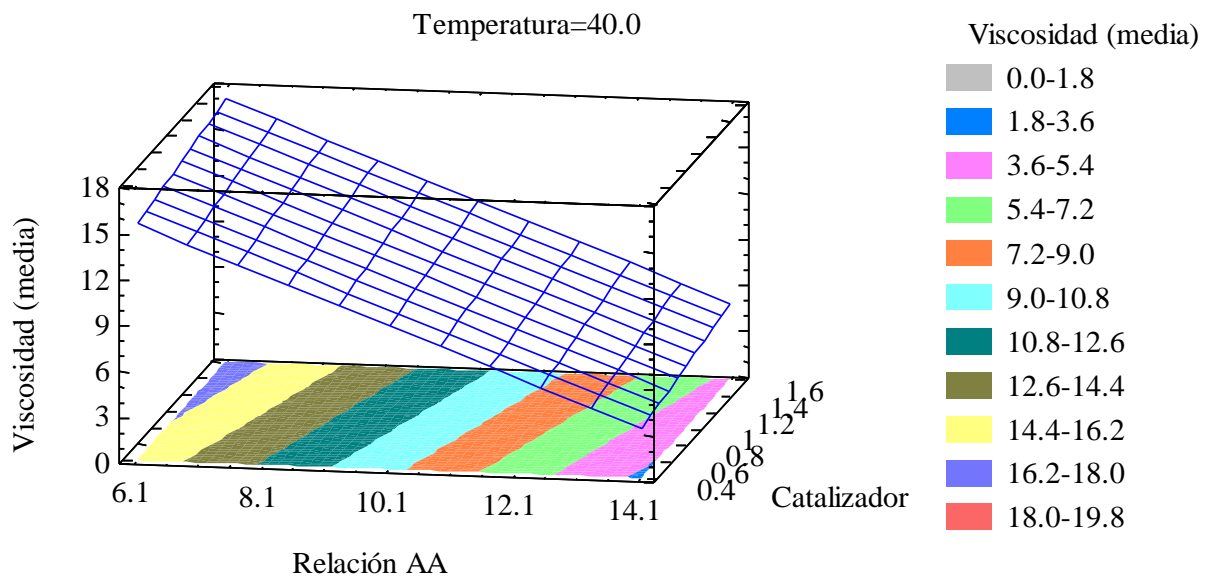


Figura 6.2 Diagrama de superficie de respuesta estimada para el biodiesel de higuera.

Mediante la regresión de los datos experimentales se obtuvo la siguiente ecuación ajustada al modelo:

$$\text{Viscosidad} = 23.2105 + 0.0267061 * \text{Temperatura} - 1.52907 * \text{Relación metanol: aceite} + 1.42816 * \% \text{Catalizador}.$$

Este modelo estadístico indica una R-Cuadrada del 92.67%, explica la variabilidad en la viscosidad. De acuerdo a la ecuación obtenida del diseño experimental tipo ortogonal L9 podemos variar los valores de los factores y nos proporcionará las condiciones óptimas con respecto a la viscosidad.

### 6.1.3 Análisis al biodiesel de higuera

El biodiesel obtenido se le determinó las propiedades que se muestran en la tabla 6.6 comparando los resultados con la norma europea EN14214 y A.S.T.M D6751.

Tabla 6.6 Propiedades del biodiesel de higuera.

<b>Análisis</b>	<b>Unidades</b>	<b>Estándar EN14214</b>	<b>A.S.T.M D6751</b>	<b>Resultado</b>
<b>Densidad a 15°C</b>	<b>g/cm<sup>3</sup></b>	0.860-0.900	0.96	0.9216±0.03
<b>Viscosidad a 40 °C</b>	<b>cSt (mm<sup>2</sup>/s)</b>	3.5-5	1.90 – 6.00	7.82±0.64
<b>Humedad</b>	<b>mg/g</b>	0.005	No aplica	0.1067±0.45
<b>Estabilidad oxidativa a 110°C</b>	<b>h</b>	6	5	8 ±0.00
<b>Índice de acidez</b>	<b>mg KOH/ g</b>	0.50	0.80	0.523±0.23

De acuerdo a los resultados obtenidos el índice de acidez fue 0.523 mg de KOH / g, cabe destacar que cumple con la norma EN14214 y A.S.T.M D675 con valores máximos de 0,5 mg de KOH / g y 0,8 mg de KOH / g, respectivamente. Este parámetro mide el contenido de ácidos grasos libres en biodiesel, teniendo en cuenta que la presencia de estos influye en el envejecimiento del combustible debido a la ruptura hidrolítica del enlace éster (Ankapong, 2010).

En el caso de la estabilidad oxidativa se obtuvo 6 horas cumpliendo con la norma EN14214 (6 h) y A.S.T.M D675 (5 h), debido a que la estabilidad oxidativa del biodiesel está muy relacionada con el nivel de instauración de los ácidos grasos que lo componen. Las instauraciones pueden reaccionar con el oxígeno y formar peróxidos que a su vez se transforman en ácidos, sedimentos, gomas, el calor y la luz solar aceleran este proceso. IICA (2010)

En la humedad se obtuvo 0.1067 mg/g la cual no cumple con la norma EN14214 de 0.05 mg/g, este contenido de humedad en el biodiesel puede reducir el calor de combustión, esto significa más humo y una potencia menor. La humedad hará que exista corrosión de



las bombas vitales del sistema de combustible, en los componentes de bombas del inyector de combustible, tubos, etc. (Demirbas, 2009).

Por otro lado los resultados de densidad se obtuvo  $0.9216 \text{ g/cm}^3$  no cumple con la norma A.S.T.M D6751 ( $0.96\text{g/cm}^3$ ) y EN14214 de ( $0.860\text{-}0.900\text{g/cm}^3$ ), debido a esto no puede ser empleada directamente como combustible, se recomienda realizar mezclas con diesel de petróleo para cumplir con las normas (Pratas y col. 2011).

En cuanto a la viscosidad se obtuvo  $7.82 \text{ (mm}^2\text{/s)}$  no cumple con la norma A.S.T.M D6751 ( $1.90 - 6.00 \text{ mm}^2\text{/s}$ ) y EN14214 ( $3.5\text{-}5 \text{ mm}^2\text{/s}$ ), debido a esto no puede ser empleada directamente en un motor diesel, por esta razón se recomienda emplearlo en mezclas con diesel para asegurar el combustible fluiría fácilmente durante el arranque (Bernal, 2010).

#### **6.1.4 Determinación del contenido de ésteres**

En el biodiesel obtenido y caracterizado en esta investigación de acuerdo al cromatograma obtenido para el biodiesel optimo, se observó un contenido de metilésteres del 90.2%, este resultado muestra que los de ácidos grasos del aceite de higuera fueron satisfactoriamente esterificados. Sin embargo este parámetro no cumple con la normatividad EN 14214 que es del 96.5 %, esto debido a la posibilidad de que hubo una reacción incompleta o existe presencia de ácidos grasos sin reaccionar.

#### **6.1.5 Determinación del éster metílico del ácido linolénico**

El valor obtenido para el porcentaje de éster de ácido linolénico es de 2.05 %, cumple con la normatividad EN 14214, que no debe ser mayor a 12%, debido a que los ésteres con múltiples insaturaciones son más propensos a la oxidación (Alfonso y col. 2012).

### 6.1.6 Viscosidad de las mezclas biodiesel de higuera-diesel de petróleo

La viscosidad es una medida de la resistencia de flujo interno de un líquido lo cual constituye una propiedad intrínseca de los aceites vegetales. Esta propiedad es reducida a través de la transesterificación, donde algunas veces no se obtiene la deseada. Esta viscosidad en la aplicación afecta a la lubricación de inyección y atomización del combustible ya que cuanto mayor es la viscosidad, mayor es la tendencia para el combustible para formar depósitos en el motor (Aworanti y col.2012).

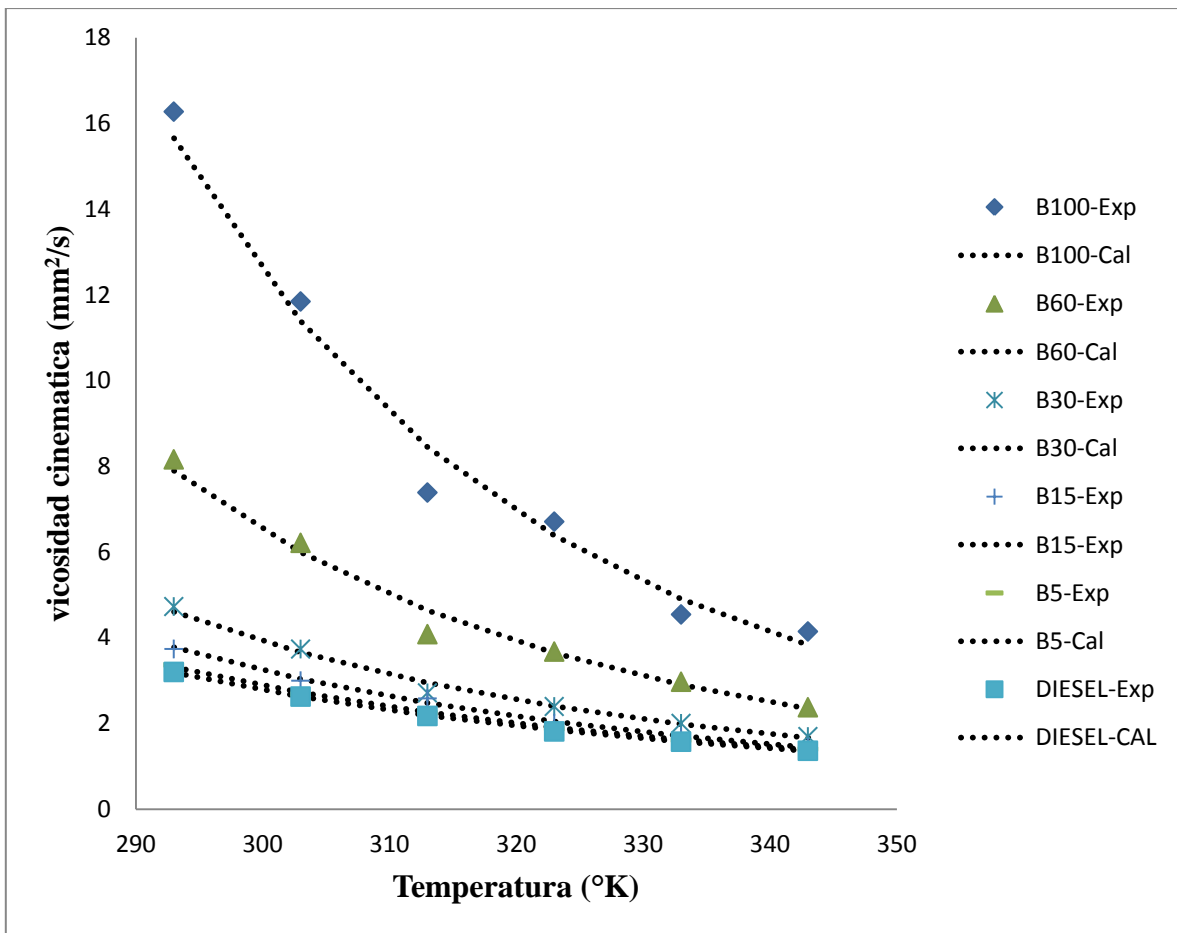


Figura 6.3 Cinética de viscosidades de mezclas biodiesel de higuera-diesel de petróleo.

La viscosidad del biodiesel de higuera presenta una viscosidad de 7.82 mm<sup>2</sup>/s y no se encuentra dentro de los parámetros establecidos por la norma EN14214, por esta razón se evalúa el efecto de la temperatura sobre la viscosidad cinemática que fue estudiado en un rango de temperatura entre 293°K y 343°K, tomando mediciones cada 10°K.

Las variaciones en la viscosidad de las mezclas de biodiesel y diesel de petróleo con la temperatura se presentan en las curvas correspondientes en la figura 6.3. El resultado muestra que para el biodiesel y cada una de las mezclas, hay una disminución casi lineal de la viscosidad a medida que aumenta la temperatura.

Para las mezclas B30, B15 y B5 a 313°K no se encuentran dentro del rango de la norma EN14214 (3.5-5 mm<sup>2</sup>/s) y para la norma A.S.T.M D6751 (1.9-6 mm<sup>2</sup>/s) si cumplen con esta norma. Sin embargo, para la mezcla B60 es la única la cual cumple con la norma EN14214 y la A.S.T.M D6751.

Para Delgado y col. (2011) el biodiesel de higuera y sus mezclas de B5, B10 y B20 con diesel de petróleo cumplen con la norma con un valor en la viscosidad alrededor de 4.5- 5 mm<sup>2</sup>/s y es una alternativa como un sustituto parcial del diesel hasta una mezcla B20. Concluye que el aumento de la viscosidad genera una mejor lubricación en las partes mecánicas del motor, garantizando de esta forma la integridad del mismo. Sin embargo, los resultados de esta propiedad pueden llegar a ocasionar un problema porque los valores son tan elevados que pueden llevar a complicaciones en la atomización de inyectores del motor diesel, por esta razón no es recomendable considerar mezclas superiores a 20%.

Para las mezclas B15 y B5 están comprendidas en el límite de la viscosidad de las mezclas de prueba para los motores diesel utilizados en todo el mundo según Benjumea y col. (2006). Además el efecto de la temperatura sobre la viscosidad para el biodiesel de palma y sus mezclas con diesel de petróleo (B5, B10, B15, B20 y B30), la viscosidad cinemática a los 313°K se encuentra dentro del rango establecido por la norma EN14214. Por otro lado Benavides y col. (2007) reporta para el biodiesel de higuera y sus mezclas B15 y B5 cumplen con la norma A.S.T.M D6751 con valores de 5.02 y 4.79 (mm<sup>2</sup>/s) respectivamente.

Comparando los estudios realizados por Delgado y col. (2011), Benjumea y col. (2006) y Benavides y col. (2007) todos concuerdan que las mezclas B5, B10, B15, B20 y B30 cumplen las normas EN14214 y A.S.T.M D6751. Por el contrario en este trabajo para el biodiesel de higuera estas mezclas cumplen solo para la norma A.S.T.M D6751, y solo la mezcla B60 cumple con la norma EN14214, esto debido a que se obtuvo un valor menor de

viscosidad de lo reportado en investigaciones antes realizadas para el biodiesel de higuierilla. Thomas y col.(2012) reporta que la viscosidad del biodiesel de higuierilla no solo se puede reducir con mezclas de diesel de petróleo si no con ésteres de cártamo y aditivos (metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, alcohol olefínico, éter de pentilo (PE), ter-butiletil éter (TBEE), ter-amilmetil éter (TAME) reduciendo la viscosidad con mezclas de B40 y B60.

Al añadir biodiesel al diesel de petróleo, aún en muy pequeñas cantidades (desde un 0.25%), incrementa significativamente su lubricidad. Es por esto que algunos países han adoptado el B20 como su combustible habitual, para evitar el uso de otros aditivos lubricantes. Esto es especialmente importante para el diesel bajo en azufre, el cual tiene aún menor lubricidad que el diesel convencional (Castro y col.2007).

A partir de la figura 6.3 se obtuvieron regresiones lineales del biodiesel y cada mezcla con diesel de petróleo, para predecir la viscosidad a diferentes temperaturas.

Tabla 6.7 Regresiones lineales para la viscosidad en función de la temperatura.

Mezclas	A	B	R <sup>2</sup>
<b>B100</b>	- 6.9098	2830.5	0.9749
<b>B60</b>	- 6.2783	2444.9	0.9816
<b>B30</b>	- 5.4801	2053.1	0.9887
<b>B15</b>	- 5.2846	1937.4	0.996
<b>B5</b>	- 4.7745	1749.8	0.9986
<b>Diesel</b>	- 4.7153	1720.9	0.9992

La correlación entre la viscosidad y la temperatura fueron ajustados a la ecuación de Andrade:

$$\ln \eta = A + \frac{B}{T}$$

La ecuación general se puede describir donde  $\eta$  es la viscosidad, A y B son constantes y T la temperatura (°K), que se muestran en la tabla 6.7. Cabe señalar que la viscosidad disminuye conforme la temperatura aumenta.

## 6.2 CARACTERIZACIÓN DE LA GRASA DE POLLO PARA LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL.

### 6.2.1 Caracterización de la grasa de pollo

Los resultados de los análisis fisicoquímicos de la grasa de pollo se muestran en la tabla 6.8 los cuales se determinaron para definir las condiciones de producción de biodiesel.

El rendimiento en el proceso de extracción de la grasa en residuos de pollo es del 80%, por lo que se plantea como alternativa para producción de biodiesel.

Tabla 6.8 Caracterización fisicoquímica de la grasa de pollo.

Propiedad	Unidades	Grasa de pollo Resultado	Grasa de pollo, otros valores	Autor
Densidad	g/cm <sup>3</sup>	0.8992±0.02	0.876	Tejada y col. (2013)
Viscosidad a 40 °C	cSt (mm <sup>2</sup> /s)	37.093±0.08	59.20	Alptekin y col. (2011)
Índice de acidez	mg KOH/g	0.7286±0.1148	1.34	Alptekin y col. (2011)
Ácidos grasos ( % ácido oleico)	%	3.0%±0.577	63	Arteaga y col. (2010)
Índice de saponificación	mg KOH/ g grasa	566.049±5.61	327.60	Galeano, (2011)
Masa molecular Promedio	g	106.193	-----	-----
Índice de refracción a 29°C	-----	1.467±0.00	1,4677	Galeano, (2011)
Humedad	mg/g	1.232±0.158	-----	-----
Estabilidad oxidativa a 110 °C	h	4.2±1.4	-----	-----

De acuerdo a los resultados obtenidos la grasa de pollo tiene un el índice de acidez 3.0% ±0.577, comparado con Arteaga y col. (2010) reporta un 63% de índice de acidez, el cual es mayor al encontrado en este trabajo lo que indica que se tiene un bajo contenido de

ácidos grasos libres, estando en el límite de lo recomendado (5 % AGL) para realizar con éxito la reacción de transesterificación.

Por otro lado el índice de saponificación fue 566.049 mg KOH/ g grasa, este valor se utiliza para estimar el peso molecular promedio de la grasa, comparado con Chih y col. (2010) y Galeano (2011) reportan valores para grasa de pollo de 284.24 mg KOH/ g y 327.60 mg KOH/ g respectivamente. Estos datos diferencian probablemente debidos a factores intrínsecos de las aves, tales como edad, sexo, raza, tipo de alimentación, clima y el tejido adiposo analizado.

Para la cantidad de humedad se obtuvo 1.232 mg/g, este contenido debe ser muy bajo, porque de lo contrario puede obstruir en la reacción de transesterificación, disminuyendo el rendimiento de la reacción, reaccionando con catalizadores alcalinos formando jabones que contaminan el producto final. Por lo cual se debe considerar necesario realizar un secado de la materia prima (vivas, 2010).

En cuanto a la estabilidad oxidativa se obtuvo 4.2 horas de acuerdo a la EN14112 no se encuentra cercano a las 6 horas señalada. Esta propiedad determina el grado de oxidación que ha sufrido la grasa, es el resultado de la descomposición primaria de las grasas, estos se forman en los puntos de insaturación de las cadenas de carbono de los ácidos grasos además ocurren reacciones secundarias que dan lugar a otros productos como perácidos, aldehídos, cetonas, alcoholes, etc., y finalmente a compuestos cíclicos, aromáticos y polímeros. Por lo que la velocidad de oxidación aumenta a mayor temperatura, con la exposición al oxígeno del aire, presencia de luz y contacto con materiales oxidantes esto puede mejorarse mediante el uso de antioxidantes (Tirado, 2011).

En el índice de refracción se obtuvo 1.467 comparado con Galeano (2011) obtuvo 1,4677 el mismo valor con lo cual se corrobora este parámetro. Esta propiedad nos ayuda a identificar y comprobar a pureza de la grasa, que no presente ninguna mezcla.

En otro aspecto la densidad obtenida fue 0.8992 g/cm<sup>3</sup> comparada con Tejada y col. (2013) reporta un valor de 0.876 g/cm<sup>3</sup> ambas presentan una densidad baja, por lo que se espera

obtener un biocombustible dentro de la norma EN14112 y proporcionar una combustión adecuada.

En lo que respecta a la viscosidad de la grasa de pollo fue 37.093 (mm<sup>2</sup>/s) a 40°C, comparado con Alptekin y col. (2011) obtuvo un valor de 59.20 (mm<sup>2</sup>/s). Debido a esto no puede ser utilizada directamente en motores diesel por lo que es necesario llevar a cabo un proceso de transesterificación para reducir sustancialmente la viscosidad.

## 6.2.2 Viscosidades a diferentes temperaturas

En la tabla 6.9 se presentan los resultados de la transesterificación de la grasa de pollo, que debido a sus características de densidad y viscosidad no puede ser empleado directamente como combustible.

Tabla 6.9 Viscosidades del biodiesel obtenidos en cada experimento para el biodiesel de grasa de pollo.

Bloque	Temperatura (°C)	Metanol: grasa	% catalizador	Viscosidad (mm <sup>2</sup> /s)
<b>B1</b>	40	6:1	2	3.347±0.149
<b>B2</b>	40	9:1	2.5	2.496±1.160
<b>B3</b>	40	12:1	3	1.297±0.070
<b>B4</b>	50	6:1	2.5	3.710±0.118
<b>B5</b>	50	9:1	3	3.279±0.075
<b>B6</b>	50	12:1	2	1.273±0.133
<b>B7</b>	60	6:1	3	3.837±0.043
<b>B8</b>	60	9:1	2	3.524±0.028
<b>B9</b>	60	12:1	2.5	2.329±0.834

Basado en el diseño ortogonal L9 se obtuvo los efectos de los tratamientos con los factores y niveles indicados en cada bloque.

En la figura 6.4 se muestra el diagrama de Pareto donde se observa el efecto sobre la variable de respuesta la viscosidad del biodiesel de grasa de pollo, siendo importante la relación molar alcohol: aceite (B) y la temperatura (A). En la relación molar metanol: grasa, de acuerdo al diagrama de Pareto es un factor con efecto negativo con un valor de  $p < 0.05$  (Tabla 6.10), con un nivel de confianza del 95.0% y tiende a decrecer la viscosidad.

El progreso de la reacción es evidente indicando una disminución de la viscosidad en la mezcla (Rojas y col.2011), sin embargo al tener una viscosidad baja significa presencia de alcohol sin reaccionar y una viscosidad alta indica triglicéridos sin reaccionar (Jagadale y col.2012).

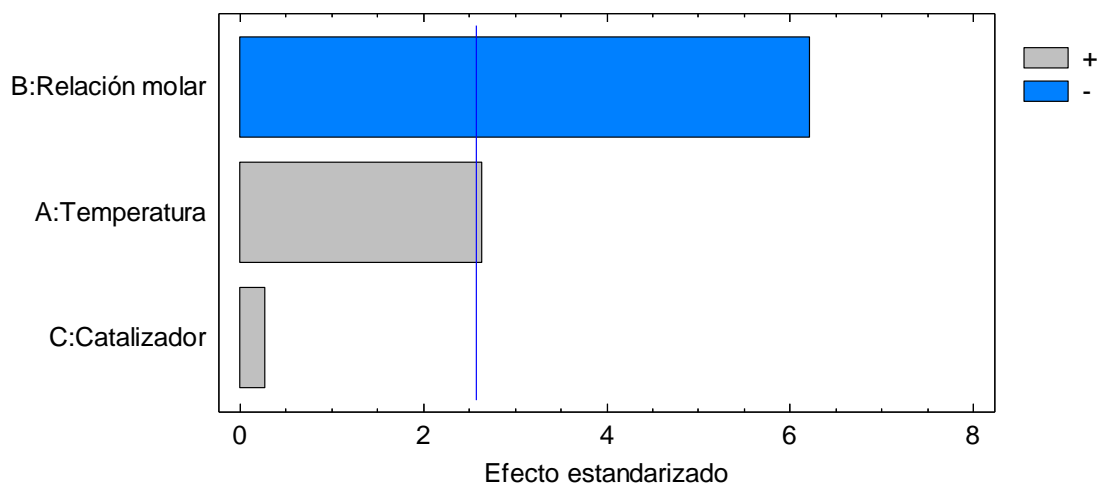


Figura 6.4 Diagrama de Pareto de la reacción de transesterificación del biodiesel de grasa de pollo.

De acuerdo al diagrama de Pareto para este caso la temperatura es un factor con efecto negativo con un valor de  $p < 0.05$  (Tabla 6.10), con un nivel de confianza del 95.0% y tiende a decrecer la viscosidad. Debido a la temperatura también favorece la reacción de transesterificación, al ser una reacción endotérmica, por lo tanto es otro factor significativo para la reducción de la viscosidad del producto final (Panneerselvam y col.2011).

En cuanto al porcentaje de catalizador en el diagrama de Pareto no se encontró un efecto estadísticamente significativo  $p < 0.05$  (Tabla 7.10) es decir no tiene un efecto sobre la variabilidad en la viscosidad. Aun que un catalizador funciona para acelerar las velocidades de reacción, con una baja cantidad de catalizador o una cantidad excesiva de este es imposible alcanzar buenos rendimientos y buenas propiedades del producto en este caso la viscosidad final (Jagadale y col.2012).



Tabla 6.10 Valores estadísticamente significativos de P.

<b>Parámetro</b>	<b>Valor –P</b>
<b>A: Temperatura</b>	0.0457
<b>B: Relación AA</b>	0.0016
<b>C: Catalizador</b>	0.7911

Considerando el análisis estadístico en la tabla 6.11 se presenta los factores de transesterificación, donde a una temperatura de 40°C, relación molar metanol: grasa 12:1 y catalizador 2% son los factores óptimos para minimizar la viscosidad de la grasa de pollo.

Tabla 6.11 Factores óptimos en la reacción de transesterificación.

<b>Factor</b>	<b>Bajo</b>	<b>Alto</b>	<b>Óptimo</b>
<b>Temperatura (°C)</b>	40.0	60.0	40.0
<b>Relación molar Metanol: grasa</b>	6:1	12:1	12:1
<b>Catalizador (%)</b>	2.0	3.0	2.0

En la tabla 6.12 se muestra una comparación en las condiciones de reacción con otros estudios realizados. Según Rojas y col. (2011) la relación molar de alcohol: grasa depende de la grasa que se utilice y del tipo de catálisis que se lleve a cabo.

Comparado con la bibliografía citada en la tabla 6.12 la mayoría utilizan la relación molar de alcohol: grasa 6:1 obteniendo una viscosidad entre la norma comprendida, mientras en este trabajo se obtiene una viscosidad inferior a la señalada en la norma EN14214 debido a una mayor relación molar de alcohol: grasa 12:1.

Tabla 6.12 Comparación de viscosidad y condiciones de reacción.

<b>Factor</b>	<b>En este trabajo</b>	<b>Jagadale y col. (2012)</b>	<b>Arteaga y col. (2010)</b>	<b>Tejada y col. (2013)</b>
<b>Grasa</b>	Pollo	Pollo	Pollo	Cerdo
<b>Viscosidad cSt (mm<sup>2</sup>/s)</b>	1.2733	4.1	4.53	3.46
<b>Temperatura (°C)</b>	40.0	50	60	60
<b>Relación molar Metanol: grasa</b>	12:09	6:1	6:1	6:1
<b>Catalizador (%)</b>	2.0 KOH	1 NaOH	0.23 KOH, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1 KOH

De acuerdo a los trabajos realizados por Jagadale y col. (2012), Arteaga y col. (2010) y Tejada y col. (2013) (Tabla 6.12) la temperatura para llevar a cabo la obtención de biodiesel varían no tienen un óptimo para este factor solo teniendo en cuenta que el punto de ebullición del metanol es 64°C, un aumento en la temperatura propiciaría una reacción de saponificación.

Los catalizadores que se emplean comúnmente en el proceso de transesterificación, son básicos tales como el hidróxido de sodio y potasio estos son catalizadores homogéneos y se escogieron debido a que la temperatura, tiempo de reacción, y cantidad de alcohol son menores al compararlos con otro tipo de catalizador (Jagadale y col.2012), razón por la cual se decidió trabajar con hidróxido de potasio en esta investigación. Sin embargo en los datos bibliográficos de la tabla 6.12 se utilizan catalizadores tanto básicos como ácidos dependiendo la cantidad de ácidos grasos libres presentes en la materia prima, y se observa que la cantidad de catalizador utilizada es mínima.

Además se obtuvo el diagrama de superficie de respuesta estimada, el cual el análisis permite determinar las condiciones que optimizan la disminución de la viscosidad, siendo estas un aumento en la relación molar metanol: grasa y un aumento en la temperatura, la viscosidad se ve disminuido (Figura 6.5) este análisis se corrobora con el diagrama de Pareto. Además se encontró que el efecto del catalizador no es tan significativo como el efecto de la cantidad de alcohol.

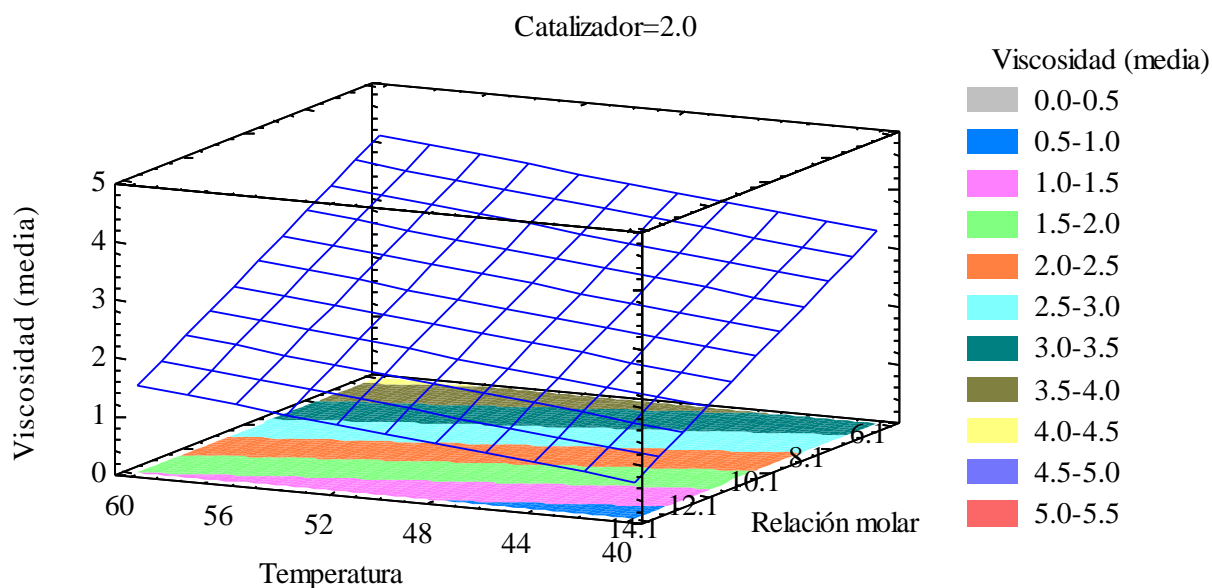


Figura 6.5 Diagrama de superficie de respuesta estimada para el biodiesel de grasa de pollo.

Mediante la regresión de los datos experimentales se obtuvo la siguiente ecuación ajustado al modelo:

$$\text{Viscosidad} = 3.47054 + 0.0424917 * \text{Temperatura} - 0.333087 * \text{Relación metanol: grasa} + 0.0897667 * \% \text{ Catalizador.}$$

A demás el modelo estadístico indica una R-Cuadrada del 90.14 %, explica la variabilidad en la Viscosidad. De acuerdo a la ecuación obtenida del diseño experimental tipo ortogonal L9 podemos variar los valores de los factores y nos proporcionara las condiciones óptimas con respecto a la viscosidad.

### 6.2.3 Análisis al biodiesel de la grasa de pollo

La calidad del biodiesel es generalmente controlada en base a ciertos parámetros fisicoquímicos establecidos por normas técnicas. En la tabla 6.13 se contrastan las propiedades obtenidas del biodiesel de pollo comparados con la norma EN14214 y A.S.T.M D 6751.

Tabla 6.13 Propiedades del biodiesel de grasa de pollo.

<b>Análisis</b>	<b>Unidades</b>	<b>Estándar EN14214</b>	<b>A.S.T.M D 6751</b>	<b>Resultado</b>
<b>Densidad a 15°C</b>	<b>g/cm<sup>3</sup></b>	0.860-0.900	0.96	0.8588±0.023
<b>Viscosidad a 40 °C</b>	<b>cSt (mm<sup>2</sup>/s)</b>	3.5-5	1.90 – 6.00	1.2733± 0.154
<b>Humedad</b>	<b>mg/g</b>	0.05	No aplica	10.29±0.2724
<b>Estabilidad oxidativa a 110°C</b>	<b>H</b>	6	5	2.3
<b>Índice de acidez</b>	<b>mg KOH/g</b>	0.50	0.80	0.523.±0.0577

De acuerdo a los resultados obtenidos el índice de acidez fue 0.52 mg KOH/g este valor cumple con la norma A.S.T.M D675 0,8 mg de KOH / g, esta propiedad influye en el envejecimiento de combustible y es un indicador de la calidad del producto. Si el índice de acidez del producto excede los valores normales, habrá daños en los depósitos del sistema de combustible, se reducirá la vida útil de las bombas de combustible y filtros (Alptekiny col.2011).

En el caso de la estabilidad oxidativa se obtuvo 2.3 horas, este parámetro no cumple con la norma EN14214 (6 h) y A.S.T.M D675 (5 h), presenta un alto grado de oxidación, estos cambios consisten en el contacto con el oxígeno del aire y la humedad o agua. Con el fin de mejorar esta propiedad se pueden emplear antioxidantes naturales y artificiales dentro de estos se encuentran: butilhidroxitoluenobht, butilhidroxianisona, terbutil-hidroquinona tbhq, bha- tocoferol, propil-galato (prg), ter-butilfenol entre otros (Sierra y col. 2010).

En la humedad final del biodiesel se obtuvo 10.29±0.2724mg/g este parámetro no cumple con la norma EN14214 0.05 mg/g, por lo que se recomienda realizar un secado del biodiesel de 45°C a 55 °C (Vértiz, 2009). Además el contenido de humedad genera corrosión y promueve el desarrollo de microorganismos, y los sedimentos pueden causar problemas de taponamiento de filtros e inyectores del motor (Arteaga y col.2010).

Por otro lado se obtuvo una densidad de  $0.8588 \pm 0.023 \text{ g/cm}^3$ , este valor no cumple con la norma no cumple con la norma A.S.T.M D6751 ( $0.96 \text{ g/cm}^3$ ) y EN14214 de ( $0.860-0.900 \text{ g/cm}^3$ ), esto posiblemente debido al contenido de ésteres y la cantidad de alcohol presente en el biodiesel. Por lo tanto, los cambios de densidad de un combustible tendrán una diferencia de potencia en el motor debido a diversas masas de combustible inyectado (Antelo, 2008).

En cuanto a la viscosidad se obtuvo  $1.2733 \pm 0.154 \text{ mm}^2/\text{s}$  valor que no cumple con la norma A.S.T.M D6751 ( $1.90 - 6.00 \text{ mm}^2/\text{s}$ ) y EN14214 ( $3.5-5 \text{ mm}^2/\text{s}$ ), debido a esto no puede ser empleada directamente en un motor diesel, por esta razón se recomienda emplearlo en mezclas con diesel y alcanzar el límite de las normas EN14214 y A.S.T.M D6751.

#### **6.2.4 Determinación del contenido de ésteres**

En el biodiesel obtenido y caracterizado en esta investigación de acuerdo al cromatograma obtenido para el biodiesel optimo, se observó un bajo contenido de metilésteres del 87.5 %, este resultado muestra que los de ácidos grasos de la grasa de pollo no fueron satisfactoriamente esterificados. Este parámetro no cumple con la normatividad EN 14214 que es del 96.5 %, esto debido a la posibilidad de que hubo una reacción incompleta o un exceso de alcohol presente.

Razón por la cual se obtuvo una viscosidad de  $1.273 \text{ mm}^2/\text{s}$  menor a las reportadas bibliográficamente al biodiesel de grasa de pollo.

#### **6.2.5 Determinación del éster metílico del ácido linolénico**

El valor obtenido para el porcentaje de ester de ácidolinolenico es de 6.49 %, cumple con la normatividad EN 14214, que no debe ser mayor a 12%, debido a que los ester con múltiples insaturaciones son más propensos a la oxidación (Alfonso y col. 2012).

## 6.2.6 Viscosidad de las mezclas biodiesel de grasa de pollo-diesel de petróleo

Viscosidad cinemática es una medida de la resistencia al flujo de un líquido debido a la fricción interna de una parte de un movimiento fluido sobre otra. En general, las características de la combustión y las emisiones de motores diesel se ven muy afectados por la atomización de salpicaduras de combustible, su valor afecta a la atomización de combustible por inyección en la cámara de combustión y de este modo, en última instancia, la formación del motor de depósitos (Encinar y col. 2010; Alptekin y col.2011).

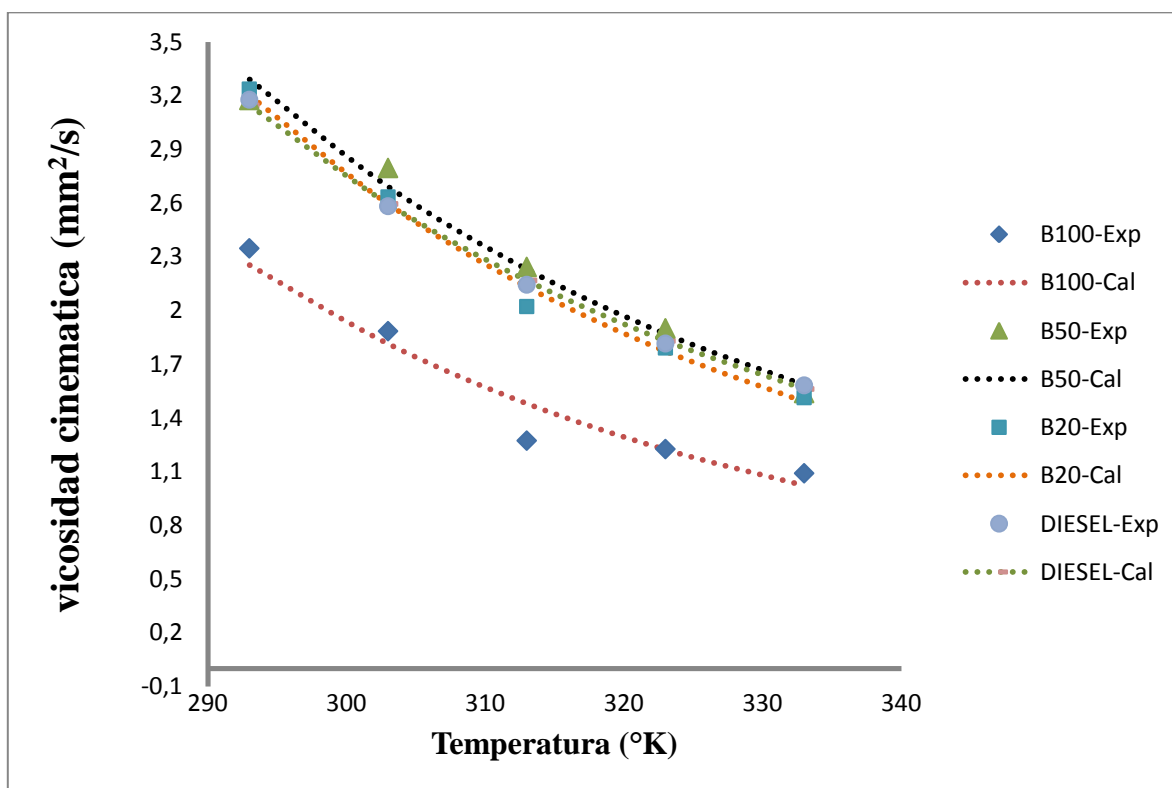


Figura 6.6 Cinética de viscosidades de mezclas biodiesel de grasa de pollo-diesel de petróleo.

La tendencia del combustible a causar este tipo de problemas es mayor cuando la viscosidad es mayor. La viscosidad cinemática de biodiesel es de un orden de magnitud menor que la de la grasa animal.

La grasa de pollo presenta una viscosidad  $37.093\text{mm}^2/\text{s}$  y el biodiesel de grasa de pollo presenta una viscosidad de  $1.2733\text{mm}^2/\text{s}$ . Sin embargo, la norma EN 14214 establece los límites de viscosidad cinemática entre  $3,5$  y  $5,0\text{mm}^2/\text{s}$ . Debido a que la grasa de pollo infringe esta regla, la viscosidad debe ser corregida mediante la mezcla con otros ésteres metílicos o diesel de petróleo.

Las variaciones en la viscosidad de las mezclas de biodiesel y diesel de petróleo con la temperatura se presentan en las curvas correspondientes en la figura 6.6. Debido a que se obtuvo una viscosidad por debajo del límite de la norma se realizaron las mezclas B100, B50 y B20. Los resultados muestran que para el biodiesel y cada una de las mezclas, en la viscosidad hay una disminución casi lineal a medida que aumenta la temperatura.

Para las mezclas B100, B50 y B20 a  $313^\circ\text{K}$  no se encuentran dentro del rango de la norma EN14214 ( $3.5\text{-}5\text{mm}^2/\text{s}$ ) y para la norma ASTM D6751 ( $1.9\text{-}6\text{mm}^2/\text{s}$ ) si cumplen con esta norma como se muestra en la figura 6.6.

En los estudios realizados por Dhiraj y col. (2012) para las mezclas de biodiesel de grasas animales (manteca de cerdo y grasa de pollo) con diesel de petróleo cumplen con la norma EN14214 para la viscosidad en mezclas de B10 y B20. Además Jagadale y col. (2012) realizó mezclas B10, B15, B20, B25 y B30 para el biodiesel de grasa de pollo las cuales todas cumplen con norma EN14214 y A.S.T.M D6751 con valores de viscosidad entre  $3.5\text{-}4\text{mm}^2/\text{s}$ .

Comparando los resultados obtenidos con Dhiraj y col. (2012) y Jagadale y col. (2012) solo concuerdan con la norma A.S.T.M D6751 ya que tiene un rango más amplio de aceptación en la viscosidad. Además de coincidir en mezclas hasta B20.

Castro y col. (2007) y Ramírez y col. (2012) refieren que algunos motores la requieren una viscosidad mínima para evitar pérdidas durante la inyección del combustible y la viscosidad máxima depende del diseño del sistema de inyección, agregan que un combustible muy viscoso puede causar una mala atomización, que lleva a mala combustión y formación de depósitos; sin embargo con  $5.01\text{mm}^2/\text{s}$  obtenido para el biodiesel se evita los problemas indicados.

Las mezclas de biodiesel al 20% o menos (B20 o menos) minimizan la mayoría de problemas asociados con la compatibilidad de materiales: no hay riesgo con ningún tipo de plásticos y elastómeros presentes en mangueras y empaquetaduras normales. El B20 se degrada más rápido que el diesel de petróleo en contacto con cobre, bronce, latón o zinc, pero mucho más lento que el biodiesel puro, y en general tiene una mayor vida puede ser almacenado por mayor tiempo que el biodiesel puro. La estabilidad del B20 depende, al igual que la del biodiesel, del aceite de procedencia.

A partir de la figura 6.6 se obtuvieron regresiones lineales del biodiesel y cada mezcla con diesel de petróleo, para predecir la viscosidad a diferentes temperaturas

Tabla 6.14 Regresiones lineales para la viscosidad en función de temperatura.

Mezclas	A	B	R <sup>2</sup>
<b>B100</b>	- 5.7756	1930.3	0.9288
<b>B50</b>	-4.9017	1785.1	0.9887
<b>B20</b>	- 5.2026	1865.3	0.9906
<b>DIESEL</b>	-4.6839	1708.2	0.9985

La correlación entre la viscosidad y la temperatura fueron ajustados a la ecuación de Andrade:

$$\ln \eta = A + \frac{B}{T}$$

La ecuación general se puede describir donde  $\eta$  es la viscosidad, A y B son constantes y T la temperatura (°K), que se muestran en la tabla 6.14. Cabe señalar que la viscosidad disminuye conforme la temperatura aumenta.



## CAPÍTULO VII

### CONCLUSIONES

#### 7.1 Higuierilla

Las propiedades fisicoquímicas del aceite de higuierilla son apropiadas para realizar la transesterificación alcalina ya que presenta un bajo índice de acidez ( $< 3\%$ ).

El mejor proceso de transesterificación del aceite de higuierilla, a través del diseño experimental (arreglo ortogonal L9), se logra a una relación molar metanol: aceite 12:1 un porcentaje de catalizador del 2% a 40 °C durante 120 minutos. Obteniéndose un valor de conversión de 90.2 % y una viscosidad óptima de 7.82 cSt mm<sup>2</sup>/s.

Las mezclas B5, B15 y B30, cumplen con los estándares de la norma A.S.T.M D6751 (1.9-6 cSt mm<sup>2</sup>/s). A demás se obtuvieron correlaciones para predecir el efecto de la temperatura sobre la viscosidad cinemática de las mezclas diesel-biodiesel de higuierilla, dichas correlaciones tienen la estructura de la denominada ecuación de Andrade.

El biodiesel de aceite de higuierilla mostro una buena estabilidad oxidativa cumpliendo con la norma EN14214 y A.S.T.M D6751 indicando una buena estabilidad durante su almacenamiento.

#### 7.2 Grasa pollo

Las propiedades fisicoquímicas de la grasa de pollo son apropiadas para realizar con éxito la transesterificación alcalina ya que tiene un bajo índice de acidez  $< 3\%$ .

El mejor proceso de transesterificación de la grasa d pollo, a través del diseño experimental (arreglo ortogonal L9), se logra a una relación molar metanol: aceite 12:1 un porcentaje de catalizador del 2% a 40 °C durante 120 minutos. Obteniéndose un valor de conversión de 87.5 % y una viscosidad óptima de 1.27 cSt mm<sup>2</sup>/s.

Las viscosidades de las mezclas de diesel-biodiesel de grasa de pollo B20 y B50 cumplen para la norma A.S.T.M D6751 cumplen con 1.9-6 (mm<sup>2</sup>/s), para la norma EN14214 no cumple.

El biodiesel de grasa de pollo presento un valor menor establecido por las normas norma EN14214 y A.S.T.M D6751 indicando que en las condiciones de almacenamiento será necesario usar antioxidantes.

## **CAPÍTULO VIII**

### **RECOMENDACIONES**

Para las mezclas de biodiesel de higuera - diesel se recomienda evaluar los siguientes parámetros; densidad, índice de acidez, índice de cetano, poder calorífico, estabilidad oxidativa.

Además de evaluar el desempeño mecánico de las mezclas como la potencia y la fuerza, y también parámetros ambientales como la opacidad de humos, emisiones de monóxido y dióxido de carbono.

Para la producción de biodiesel de grasa de pollo se recomienda;

Evaluar diferentes procesos de extracción más efectivos de grasa de los residuos de piel de pollo para obtener un mayor rendimiento, con el menor índice de AGL posible.

Es recomendable utilizar los residuos grasos en la mayor brevedad de tiempo posible, debido a que pueden degradarse por la proliferación de microorganismos generándose malos olores. En caso de ser necesario su almacenamiento en secos de ámbar, cubiertos de la luz y la humedad para evitar su oxidación y debe realizarse a temperaturas cercanas a los 0°C. De la misma manera para las mezclas de biodiesel de grasa de pollo se recomienda evaluar densidad, índice de acidez, índice de cetano, poder calorífico, estabilidad oxidativa y su desempeño mecánico.

## CAPÍTULO IX

### REFERENCIAS

Acosta, F., Castro, P., y Cortijo, E. (2008). *Manual de construcción y uso de reactor para producción de biodiesel a pequeña escala*. Lima: primera edición: 20-45.

Akintayo, E. T. (2004). Characteristics and composition of *Parkia biglobbosa* and *Jatropha curcas* oils and cakes. *Bioresource Technology*, 92, 307-310.

Alba, A. C. (2011). *Nuevos procesos para la obtención de biodiesel a partir de catalizadores ácidos y básicos*. Tesis de grado doctoral, Universidad autónoma de Madrid, Madrid.

Alfonso, M., Ovando, S.L., Meza, R., y Rosales, A. (2012). Producción de biodiesel a partir de grasa de pollo; Análisis cromatográfico de los ésteres. *Congreso Internacional de Investigación Academia Journals*, 4(2).

Albis, A. R., Parra, J. A. y Sánchez F. J. (2005). Transesterificación del aceite de palma con metanol por catálisis heterogénea. *Redalyc*, 25(2), 71-77.

Alptekin, E. y Canakci, M. (2011). Optimization of transesterification for methyl ester production from chicken fat. *Fuel*, 90, 2630–2638.

Álvez, M., González, M., Cerecetto, H. y Rodríguez, J. (2008). Estudio de una metodología para la obtención de biodiesel a partir de grasa vacuna. *Revista Avanzada Científica*, 11 (2-3), 1-17.

Amado, E., Vilamizar, A. y Gafaro, A. (2010). Evaluación del proceso de producción de biodiesel a partir de grasas amarillas con altos contenidos de ácidos grasos libres. *Unipamplona*, 3, 54-60.

Ambrisol. (2008). Normas de calidad del biodiesel 1. Recuperado de <http://www.ambisol.es/index.php?tema=detallen&id=418#>.

Ankapong, E. (2010). *The influence of physicochemical characteristics of vegetable oils on the quality of biodiesel produced from palm oil, palm kernel oil, refined soya bean oil, unrefined soyabean oil and jatropha curcas oil*. Thesis, Kwame Nkrumah university of science and technology Kumasi, Kumasi.

Antelo, E. (2008). Bolivia: Estudio de caso para la mesa redonda sobre biocombustibles sostenibles. *Comercio exterior*, 17(163), 12-17.

Arteaga, H., Siche, R., Pagador, S. y Cáceres, H. (2010). Efecto de la temperatura y tiempo de transesterificación en el rendimiento y poder calorífico del biodiesel a partir de grasa refinada de pollo. *Scientia Agropecuaria*, 1, 37-45.

Avellaneda, F. A. (2010). *Producción y caracterización de biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal*. Tesis de grado doctoral, Universidad de Rovira y Virgili, Tarragona.

Aworanti, A.O., Agarry, E. S. and Ajani O. A. (2012). A Laboratory Study of the Effect of Temperature on Densities and Viscosities of Binary and Ternary Blends of Soybean Oil, Soy Biodiesel and Petroleum Diesel Oil. *Journal*, 2, 444-452.

Bharat, k. and Bhattacharya, A. (2012). The Production and Analysis of Biodiesel from Waste Chicken Skin and Pork Skin Fat and a Comparison of Fuel Properties to Petroleum Derived, *Diesel Fuel*, 2 (3), 08-15.

Benavides, A., Benjumea, P. y Pashova, V. (2007). El biodiesel de aceite de higuera como combustible alternativo para motores diesel. *SciELO*, 15, 141-150.

Benjumea, N. P., Álvarez, M. A. y Molina P. A. (2006). Predicción del efecto de la temperatura sobre la viscosidad del biodiesel de aceite de palma y sus mezclas con diesel convencional. *Redalyc*, 35, 33-38.

Benjumea, P., Anudelo, J. y Rioja, L. (2009). *Biodiesel: Producción, calidad y caracterización*. Colombia: editorial universidad de Antioquia.

Benjume, H., Agudelos. S., John, R. y Cano, G. J. (2004). Estudio experimental de las variables que afectan la reacción de transesterificación del aceite crudo de palma para producción de biodiesel. *Redalyc*, 10 (24), 169-174.

Bernal, A. A. (2010). *Perfil comercialjatropa curcas*. Tesis grado licenciatura, UNAM, Mexico.

Lara, C., Rosales, A., Meza, R, y Martínez, J. (2013). Potencial de la producción de biodiesel de grasa de pollo en el municipio de Tuxtla Gutiérrez. *Academia Journals*,5 (3), 801-804.

Castillo, A., Velásquez, J. y Cuartas, P. (2011). Obtención de biodiesel a partir de aceite de *jatropa curcar L* por transesterificación etanólica. *Investigaciones Aplicadas*, 5 (1), 1-8.

Castro, P., Coello, J. y Castillo, L. (2007). Opciones para la Producción y uso de Biodiesel en el Perú, Perú: Editorial Intermediate Technology Development Group.

Chih, C. y Gioielli, L. (2010). Fraccionamiento de la grasa abdominal de pollo. *Grasas y Aceites*, 53 (3), 298-303.

Delgado, A., Aperador, W. y Silva, J. (2011). Influencia del porcentaje de mezcla del aceite de higuierilla en la obtención de combustible alternativo para motores diesel. *Universidad Antioquia*, 58, 46-52.

Demirbas, A. (2009). Progress and recent trends in biodiesel fuels. *Energy Conversion and Management*, 50, 14- 34.

Dhiraj, D. and Mangesh, D. (2012). Biodiesel Production From Animal Fats And Its Impact On The Diesel Engine With Ethanol-Diesel Blends: A Review. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*,2, 179-185.

Encinar, J. M., González, J. F., Martínez, G., Sánchez, N. and González, C. G. (2010). Synthesis and characterization of biodiesel obtained from castor oil transesterification. *ICREPQ*, 13, 1-6.

Galeano, C. A. (2011). *Aprovechamiento y caracterización de los residuos grasos del pollo para la producción de un biocombustible (biodiesel)*. Tesis de grado licenciatura, Universidad tecnológica de Pereira, Pereira.

Ganduglia, F., Guillermo, J., Gasparini, R., Rodríguez, M., Huarte, J. y Filgueiras, E. (2009). *Manual de biocombustibles*. Costa rica: Editorial IICA.

García, J. y García, A. (2006). Biocarburantes líquidos: biodiesel y bioetanol. *Fundación para el conocimiento madri+d CEIM*, 4, 3-45.

Guerrero, F., Carlos, Al., León, O., David, I., Sierra, V. y Fabio, E. (2010). Evaluación del efecto de la temperatura en la producción de biodiesel con aceite de Higuierilla. *Ingeniería e Investigación*, 30 (2), 52-61.

Hincapie, G., Moreno, A. y López, D. (2011). Transesterificación de aceite de higuierilla crudo utilizando catalizadores heterogéneos- estudio preliminar. *Redalyc*, 78(169), 176-181.

Huerga, I., Carrizo A. y Brizuela, C. (2010). Producción de biodiesel con aceite de *jatrophaCurcas*. *INTA*, 18 (10), 1-7.

Hyun, S., Han, S. and Sik, C. (2008). Experimental Investigation on the Fuel Properties of Biodiesel and Its Blends at Various Temperatures. *Energy&Fuels*, 22, 652–656.

IICA (Instituto interamericano de cooperación para la agricultura). (2010). Atlas de la agroenergía y los bicomcombustibles en las Américas. *II biodiesel*, 35- 85.

Jachmanián, I., Irigaray, B., Veira, J., Vieitez, I., Dobroyan, M. y Grompone, M. (2007). Estabilidad oxidativa de biodiesel de diferente origen: efecto de la naturaleza del alcohol. *XII Congreso Latinoamericano de Grasas y Aceites*, 1-6.

Jagadale, S. and Jugulkar, L. (2012). Production and Analysis of Chemical Properties of Chicken Fat Based Biodiesel and its various Blends. *International Journal of Engineering Research and Development*, 1, 34-37.

- Jagdale, S. and Jugulkar L. M. (2012). Review of Various Reaction Parameters and Other Factors Affecting on Production of Chicken Fat Based Biodiesel. *International Journal of Modern Engineering Research*, 2 (2):407- 411.
- Knothe, G. (2006). Analyzing biodiesel: standards and other methods. *JAACS*, 83(10): 823-833.
- Lafargue, F., Barrera, N., Assuncao, J., Díaz, M. y Rodríguez, C. (2011). Caracterización físico-química del aceite vegetal de *jatropha curcas l.* *Redalyc*, 2, 162-165.
- Lafont, J. J., Páez M. S. y Torres Y. C. (2011). Análisis Químico de Mezclas Biodiesel de Aceite de Cocina Usado y Diesel por Espectroscopia Infrarroja. *Scielo*, 22, 4: 35-42.
- Lizana, R. D. (2009). Antecedentes generales sobre biodiesel. *Ingeniero forestal máster en energías renovables*, 3-7.
- Lozada, J. R. y Velázquez J. A. (2009). Transesterificación álcali-catalizada del aceite de higuera. *Redalyc*, 6, 1-6.
- Machuca, F., Mellizo, J. E. y Rojas, J.A. (2010). Optimización de condiciones de operación en la transesterificación de aceites de higuera y palma con etanol e hidróxido de sodio. *Redalyc*, 8 (1), 1-28.
- Martínez, G. C., Ponce, R.F. y Reyes, T. L. (2007). *Diseño del proceso químico a escala de laboratorio para la producción de biodiesel a partir de grasa de pollo*; Tesis de grado licenciatura, Universidad del salvador, Salvador.
- Meneses, D. C. (2011). *Caracterización y selección de microorganismos asociados a residuos lignocelulósicos (fruto y torta) de la higuera (ricinus communis)*. Tesis grado licenciatura, Universidad católica de manizales centro de investigación, proyección y desarrollo instituto de investigación en microbiología y biotecnología agroindustrial especialización en microbiología industrial Manizales.

Montero, A., Crespo, V. y Sastre, R. (2002). *Estudio de la transesterificación de aceite vegetal con metanol*. Tesis para el grado de ingeniero químico, Escuela superior de ciencias experimentales y tecnología.

Moreno, A. M. (2003). Guía para procesos de cacería, jabonería y cremas; convenio Andrés bello. *Serie ciencia y tecnología*, 16-117.

Nmx-f-152-s-1981; Alimentos para humanos; Aceites y grasas vegetales o animales. Determinación del índice de yodo por el método de Wijs; normas mexicanas; Dirección general de normas.

Nmx-f-074-s-1981; Alimentos para humanos. Aceites esenciales, aceites y grasas vegetales o animales. Determinación del índice de refracción con el refractómetro de abbé; normas mexicanas; dirección general de normas.

Nmx-f-075-1987; Alimentos. Determinación de la densidad relativa en aceites y grasas vegetales o animales; normas mexicanas; Dirección general de normas.

Nmx-f-101-1987; Alimentos. Aceites y grasas vegetales o animales; determinación del índice de acidez; Normas mexicanas; dirección general de normas.

Nmx-f-174-s-1981; Alimentos para humanos; Determinación del índice de saponificación en aceites y grasas vegetales o animales; normas mexicanas; dirección general de normas. General de normas.

Okullo, A., Temu, K., Ogwok, P. and Ntalikwa, J. (2012). Physico-Chemical Properties of Biodiesel from Jatropha and Castor Oils. *International Journal of Renewable Energy*, 2(1), 48-52.

Panneerselvam, S., Parthiban, R. and Miranda, L. (2011). Poultry Fat—A Cheap and Viable Source for Biodiesel Production. *2nd International Conference on Environmental Science and Technology*, 6, 371-374.

Pérez, N. y Uribe, J. (2008). *Determinación de las condiciones óptimas para la producción de biodiesel a partir de aceite de higuera (Ricinus communis) y aceite de palma mil*



pesos (*Oeno carpusbataua*); Tesis de grado licenciatura, Título de Ingeniera de Procesos, universidad EAFIT Medellín.

Plank, R. (2005). *Empleo del frio en la industria de la alimentación*. España: Editorial reverté.

Pratas, M. J., Freitas, S., Oliveira, M. B., Monteiro, S. C., Lima, A. S. and Coutinho, A. P. (2011). Biodiesel Density: Experimental Measurements and Prediction Models. *Energy Fuels*, 25, 2333–2340.

Ramírez, H., Arteaga, H. y Siche, R. (2012). Optimización del proceso de obtención de biodiesel a partir de colza silvestre (*Brassica Campestris*). *Scientia Agropecuaria*, 1, 35-44.

Ramírez, J., Medina, J. y Martínez, M. (2011). Obtención de biodiesel con aceite de maíz usado en frituras y metacaolinita como catalizador. *Universidad de Guanajuato*, 21 (4), 19-26.

Rivera, I., Villanueva, G. y Sandoval, G. (2009). Producción de biodiesel a partir de residuos grasos animales por vía enzimática. *Grasas y aceites*, 60 (5) 468-474.

Rojas, A. y Girón, E. (2011). Variables de operación en el proceso de transesterificación de grasas animales: una revisión. *Redalyc*, 15 (1): 197-218.

Salimon, J. and Abdullah, R. (2008). Physicochemical Properties of Malaysian *Jatropha curcas* Seed Oil. *Sains Malaysiana*, 37 (4), 379-382.

Sarin, A. (2012). Biodiesel production and properties. *The royal society of chemistry*, 31-5.

Sierra, M., Quiñones, L. y Rodríguez, M. (2010). Uso potencial de las mezclas de biodiesel de *jatropha* y de palma en Colombia. *Studiositas*, 5(3), 1-13.

Strong, C., Erickson, C. and Shukla D. (2004). Evaluation of biodiesel fuel: Literature review; Western Transportation Institute College of Engineering. *Montana Department of Transportation*, 1-47.

Tejada, C., Tejada, L., Villabona, A. y Monroy, L. (2013). Obtención de biodiesel a partir de diferentes tipos de grasa residual de origen animal. *Luna azul*, 36, 10-25.

Thanh, L. T., Okitsu, K., Van, L. and Maeda, Y. (2012). Catalytic technologies for biodiesel fuel production and utilization of glicerol: a review. *Journal*, 2, 191-222.

Thomas, T., Birneyb, D. and Aulda, D. (2012). Viscosity reduction of castor oil esters by the addition of diesel, safflower oil esters and additives. *Industrial Crops and Products*, 36, 267-270.

Tirado, J. A. (2011). *Obtención de biodiesel a partir de aceites no comestibles*. Tesis de grado en maestría en tecnología avanzada, Instituto politécnico nacional, Mexico.

Torossi, F. D. (2006). Reaccione en contexto: la transesterificación en la producción de biodiesel a partir de aceite de fritura usado. *Dialnet.unirioja*, 102(3), 43-49.

Vaderrama, J., Mery, A. y Aravena, F. (1994). La Higuierilla y su principal producto, el aceite de ricino. *Información tecnológica*, 5-1.

Vértiz, L. (2009). *Análisis técnico y económico sobre producción, almacenamiento y transporte de biodiesel en Perú*. Tesis de grado para optar el título de Licenciado en Ingeniería Mecánico-Eléctrica, Universidad de Piura, Piura, Perú.

Vicente, A. C. (2012). *Obtención de biodiesel por transesterificación de aceites vegetales: nuevos métodos de síntesis*. Tesis de grado doctoral, Universidad de Extremadura.

Vivas, A. (2010). *Estudio y obtención de biodiesel a partir de residuos grasos de origen bovino*. Tesis de grado para título Químico industrial, Universidad tecnológica de Pereira. Pereira.

# CAPÍTULO X

## ANEXOS

A continuación se presentan fotos de los equipos utilizados para el análisis de biodiesel de higuerilla y grasa de pollo.



Figura 10.1a) Karl Fischer modelo 756 coulometer, 782 stirrer. b) Stabinger Viscometer modelo SVM300 marca AntonPaar.



Figura 10.2a) Density Meter modelo DMA 4500M marca AntonPaar. b) Rancimat modelo 743 marca Metrohm.

A continuación se presentan los valores para el cálculo de determinación de contenido de éster metílico.

Tabla 10.1 Contenido de esteres biodiesel de higuera.

<b>Área total de los picos de éster metílico C14 hasta C24:1</b>	307,923,720
<b>Área del pico correspondiente al heptadecanoato metílico ( estándar)</b>	36,229,796
<b>Concentración de la disolución heptadecanoato metílico (mg/ml)</b>	10
<b>Volumen de la disolución de heptadecanoato metílico (ml)</b>	0.5
<b>Masa de la muestra (mg)</b>	41

Tabla 10.2 Contenido de esteres biodiesel de grasa de pollo.

<b>Área total de los picos de éster metílico C14 hasta C24:1</b>	266,764,455
<b>Área del pico correspondiente al heptadecanoato metílico ( estándar)</b>	36,229,796
<b>Concentración de la disolución heptadecanoato metílico (mg/ml)</b>	10
<b>Volumen de la disolución de heptadecanoato metílico (ml)</b>	0.5
<b>Masa de la muestra (mg)</b>	0.36

Tabla 10.3 Reactivos de solución de Wijs

<b>Reactivos</b>	<b>Procedimiento</b>
<b>Ácido acético glacial</b>	Se disuelven 2 g de tricloruro de yodo en 50 mL de ácido acético glacial. Se disuelven 2.25 g de yodo en 75 mL de tetracloruro de carbono. Se mezclan ambas soluciones y se diluyen a 250 mL con ácido acético glacial.
<b>Yodo</b>	
<b>Tetracloruro de carbono</b>	
<b>Tricloruro de yodo</b>	

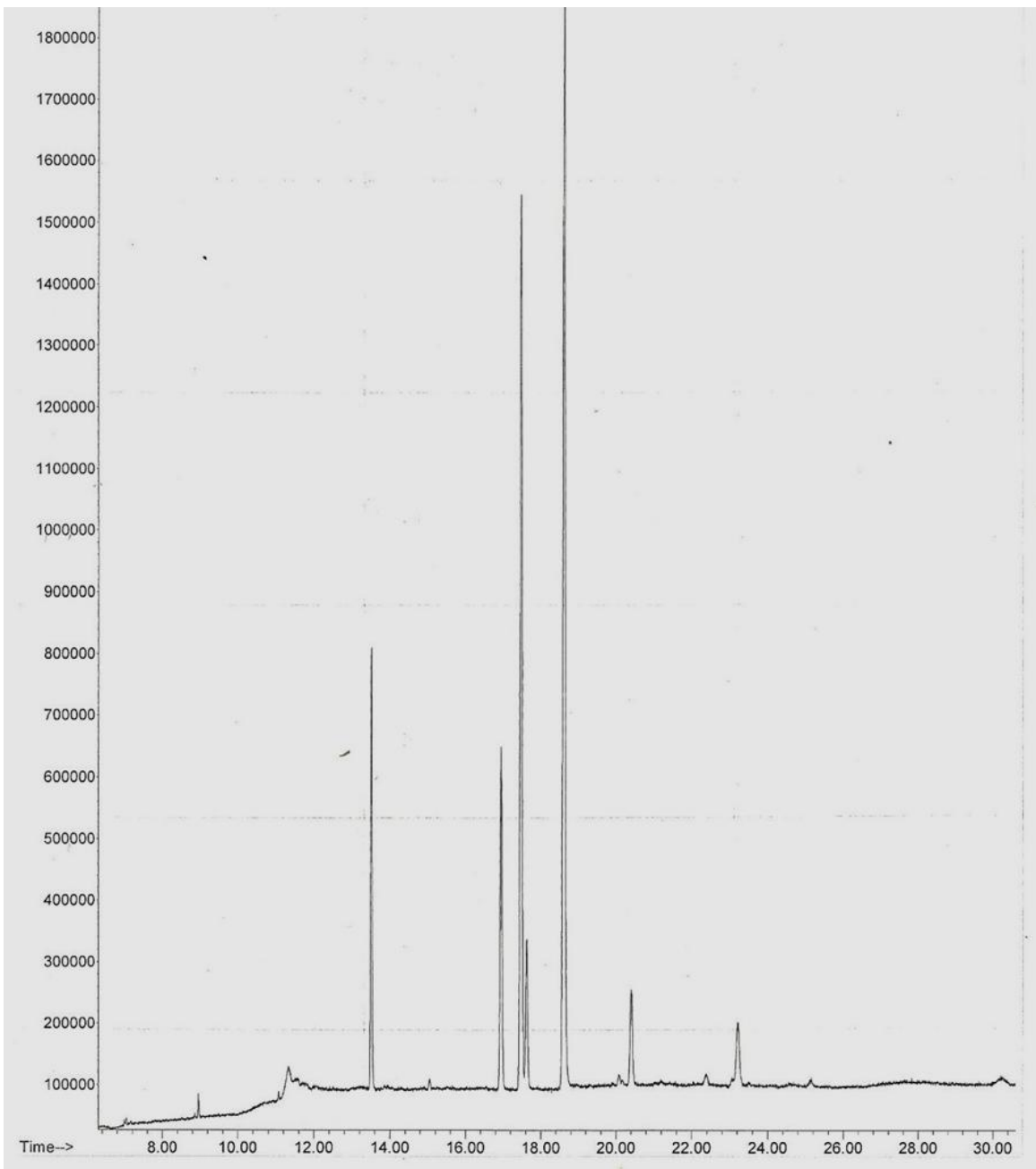


Figura 10.3 Cromatograma biodiesel de higuera.

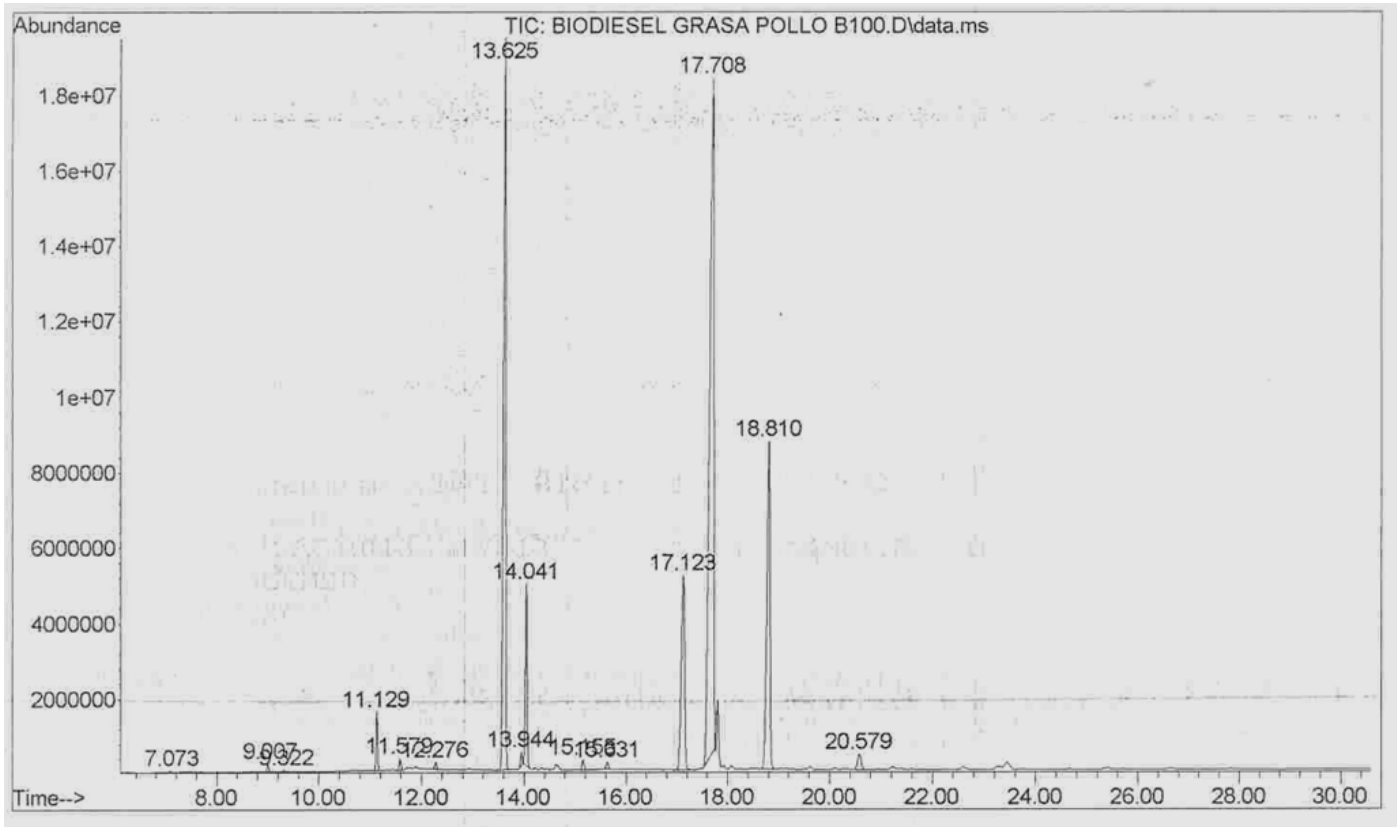


Figura 10.4 Cromatograma biodiesel de grasa de pollo.