

Obtención de biodiésel a partir de aceite de ricino mediante la aplicación de ultrasonido.

Jhosman Esbleyder Capacho Suarez y Sergio Nicolás Villarreal Ardila

Trabajo para optar el título de Ingeniero Químico

Director

P.h D. Fredy Augusto Avellaneda Vargas

Universidad Industrial de Santander  
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas  
Escuela de Ingeniería Química  
Bucaramanga

2024

*A mi madre Luz Amparo, por su amor incondicional, apoyo incansable y por ser mi mayor inspiración, por brindarme todo lo que pudo aun en momentos donde no teníamos nada. A mis queridos hermanos Jeiner y Jhonatan, que, con su compañía y ánimo constante, han sido pilares fundamentales en este viaje.*

*A mi querida nona Alicia Suarez, cuya sabiduría y cariño me han guiado siempre, estando para mí en los momentos más lindos de mi infancia. Al resto de mi familia, que con su amor y apoyo han hecho posible la culminación de esta etapa.*

*A mis compañeros universitarios, Cindy, Juan Pablo, Ronald. Gracias por compartir conmigo este camino, por su amistad y por los momentos inolvidables que hemos vivido juntos. A mi vecinita querida Karen, por su amistad inquebrantable y por compartir conmigo tantos momentos de aprendizaje y alegría.*

*A Nicolás, por ser un excelente compañero de batalla.*

*Con gratitud y cariño, dedico esta tesis a todos ustedes.*

**Jhosman.**

*A mis padres, Jeiny y Sergio, por sembrar en mí la semilla de la grandeza, por brindarme siempre más de lo que tienen con tal de ver mis sueños cumplidos. Doy gracias a Dios por ustedes. Los admiro y los amo.*

*A mi nona Eugenia Cala, por ser una segunda madre, por cada madrugada, cada desvelo, por cada billete que me dio a escondidas antes de irme del pueblo, por las oraciones y por la velita que enciende pidiéndole a Dios que me vaya bien.*

*A Mercedes Cala (QEPD). Rindo homenaje a quien fue mi luz y mi guía. Quien buscó mi felicidad hasta su último respiro, me moldeó y fue mi maestra de vida.  
Tenemos un par de charlas pendientes tía.  
Espero se sienta orgullosa de Nicolino.  
Eterna tía Mechitas.*

*A mis tías-mamás Toti, Yeyis, May y Lesly, soy afortunado de tenerlas en mi vida y de que me quieran como a un hijo.*

*A mis hermanos Daniela y Santiago, juntos llegaremos lejos, y haremos sentir orgullosos a quienes ya nombré.*

*A Cindy, quien me dio su compañía su amor y su tiempo.*

*A Jhosmitan, quien es un ejemplo de persona. Excelente amigo y compañero.*

*A mis amigos (el Rolo, Cristian I, White, Dani, Tocaya...) los responsables de que la universidad fuera la mejor etapa de mi vida.  
¡En mi corazón siempre!*

*Con cariño y gratitud*

*Nicolás.*

### **Agradecimientos**

Expresamos nuestro agradecimiento al profesor Fredy Augusto Avellaneda, quien nos acompañó y guio en la elaboración de este proyecto.

A la profesora Débora Nabarlatz y al grupo de investigación INTERFASE, adscrito a la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander, por su invaluable apoyo y orientación.

A nuestra alma máter, que nos brindó la oportunidad de ver la vida desde nuevas perspectivas, formarnos profesionalmente y convertirnos en mejores personas.

Al ingeniero Guillermo Acero, don Wilson y don Eduardo, por poner a nuestra disposición su conocimiento, y siempre estar prestos a brindarnos su ayuda.

A Diego Cristancho y a Cristian Infante por sus consejos y por el apoyo mutuo en la realización de este proyecto.

## TABLA DE CONTENIDO

1	Introducción .....	11
2	Objetivos .....	13
2.1	Objetivo general .....	13
2.2	Objetivos específicos.....	13
3	Estado del Arte .....	14
4	Metodología .....	18
4.1	Materiales y reactivos.....	18
4.2	Caracterización de la materia prima. Para lograr el objetivo específico 1 .....	19
4.3	Obtención de biodiésel. Para lograr el objetivo específico 2 .....	20
4.4	Caracterización del biodiésel obtenido. Para lograr el objetivo específico 3....	24
5	Resultados y Análisis .....	25
5.1	Caracterización del aceite de ricino .....	25
5.2	Pruebas preliminares .....	27
5.3	Análisis de la obtención de biodiésel a partir de la transesterificación del aceite de ricino por ultrasonido.....	28
5.4	Análisis ANOVA del modelo experimental.....	31
5.4.1	Significancia de las variables de entrada del diseño experimental sobre %FAME (g FAME/g biodiésel). .....	31
5.4.2	Significancia de las variables de entrada del diseño experimental sobre Rendimiento (g biodiésel/g aceite). .....	36
5.5	Caracterización del biodiésel obtenido.....	39
5.5.1	Análisis termogravimétrico del biodiésel y del aceite.....	44
6	Conclusiones .....	46
7	Recomendaciones .....	48
8	Referencias bibliográficas .....	49
9	Anexos.....	56

## Lista de tablas

<b>Tabla 1</b> .....	15
<i>Composición del aceite de ricino</i> .....	15
<b>Tabla 2</b> .....	24
<i>Condiciones del análisis cromatográfico del biodiésel obtenido del aceite de ricino</i> .....	24
<b>Tabla 3</b> .....	26
<i>Propiedades fisicoquímicas del aceite de ricino usado en el estudio</i> .....	26
<b>Tabla 4</b> .....	27
<i>Influencia de la temperatura de reacción en la síntesis de biodiésel</i> .....	27
<b>Tabla 5</b> .....	28
<i>Resultados obtenidos de la transesterificación del aceite de ricino asistido por ultrasonido a temperatura ambiente y 1% KOH (%p/p)</i> .....	28
<b>Tabla 6</b> .....	29
<i>Comparación de parámetros operacionales en la producción de biodiésel a partir de aceite de ricino bajo diferentes condiciones de transesterificación</i>	
<b>Tabla 7</b> .....	31
<i>Análisis de varianza para %FAME</i> .....	31
<b>Tabla 8</b> .....	36
<i>Análisis de varianza para rendimiento</i> .....	36
<b>Tabla 9</b> .....	39
<i>Comparación de las propiedades fisicoquímicas del biodiésel de ricino obtenido por ultrasonido y mediante agitación tradicional</i> .....	40

## Lista de figuras

<b>Figura 1</b> .....	15
<i>Etapas en la reacción de transesterificación</i> .....	15
<b>Figura 2</b> .....	18
<i>Diagramas de las etapas de investigación</i> .....	18
<b>Figura 3</b> .....	22
<i>Montaje experimental de la reacción de transesterificación</i> .....	22
<b>Figura 4</b> .....	23
<i>Etapas secuenciales de los experimentos</i> .....	23
<b>Figura 5</b> .....	32
<i>Dispersión de los datos experimentales vs los predichos por el modelo</i> .....	32
<b>Figura 6</b> .....	33
<i>Estimación de FAME con respecto al tiempo y RM</i> .....	33
<b>Figura 7</b> .....	37
<i>Dispersión de los datos experimentales vs los predichos por el modelo</i> .....	37
<b>Figura 8</b> .....	39
<i>Cromatograma obtenido de la muestra de biodiesel a 85,3% de FAME y su composición de esteres metílicos</i> .....	39
<b>Figura 9</b> .....	45
<i>Prueba TGA del aceite de ricino y del biodiésel de ricino a 40 min y RM 7:1</i> .....	45

## Lista de anexos

<b>Anexo A</b> .....	56
<i>Especificaciones técnicas del equipo utilizado para medir la viscosidad del aceite y del biodiésel</i> .....	56
<b>Anexo B</b> .....	57
<i>Procedimiento Experimental para la Determinación del Índice de Acidez según la Norma UNE EN ISO 660</i> .....	57
<b>Anexo C</b> .....	58
<i>Procedimiento Experimental para la Determinación del Índice de Saponificación según la Norma UNE EN ISO 3657</i> .....	58
<b>Anexo D</b> .....	60
<i>Especificaciones técnicas del baño de ultrasonido utilizado en la síntesis de biodiesel ..</i>	60
<b>Anexo E</b> .....	61
<i>Procedimiento Experimental para la Determinación del Contenido de Ésteres Metílicos de Ácidos Grasos según la Norma EN 14103</i> .....	61
<b>Anexo F</b> .....	63
<i>Procedimiento Experimental para la Determinación del Índice de Acidez en biodiesel según la Norma EN 14104</i> .....	63
<b>Anexo G</b> .....	64
<i>Análisis TGA</i> .....	64
<b>Anexo H</b> .....	65
<i>Planteamiento del diseño experimental</i> .....	65
<b>Anexo I</b> .....	67
<i>Diagrama de significancia de los parámetros sobre el contenido de FAME</i> .....	67
<b>Anexo J</b> .....	68
<i>Diagrama de significancia de los parámetros sobre el rendimiento</i> .....	68
<i>Se puede apreciar en el diagrama que la única interacción significativa sobre el rendimiento es RM</i> .....	68
<b>Anexo K</b> .....	69
<i>Evidencias fotográficas</i> .....	69
<b>Anexo L</b> .....	70
<i>Cromatograma</i> .....	70
<b>Anexo M</b> .....	72
<i>Estándares y solventes</i> .....	72

### Resumen

**Título:** Obtención de biodiésel a partir de aceite de ricino mediante la aplicación de ultrasonido\*

**Autor:** Jhosman Esbleyder Capacho Suarez y Sergio Nicolás Villarreal Ardila\*\*

**Palabras Clave:** *biodiésel de ricino, ultrasonido, transesterificación, catálisis básica, FAME, metanólisis*

**Descripción:** Se estudió la síntesis de biodiésel a partir de la transesterificación inversa del aceite de Higuierilla (*Ricinus communis*), mediante la aplicación de ondas de ultrasonido como forma alternativa a la agitación mecánica tradicional; usando metanol como reactivo en exceso, e hidróxido de potasio KOH, como catalizador.

La metodología involucró la realización de pruebas experimentales, siguiendo un diseño experimental central compuesto que se estructuró variando la razón molar de metanol, el porcentaje p/p de catalizador (KOH) y el tiempo de reacción, manteniendo temperaturas menores a 35°C, después de este límite, se hace necesario la implementación de una etapa adicional de separación para separar el glicerol del biodiésel resultante.

Se comprobó que la aplicación de ultrasonido reduce el tiempo de reacción de transesterificación, pues se obtuvo biodiésel con 40 minutos de reacción. Se realizó la caracterización del biodiésel obtenido. Se analizaron los resultados referentes al contenido de FAME, el rendimiento, y propiedades fisicoquímicas como el índice de acidez, densidad y viscosidad.

Los resultados indicaron que únicamente las interacciones individuales del tiempo de reacción y la razón molar de metanol (molMetanol:molAceite) tienen un efecto significativo sobre el contenido de metil ésteres en el biodiésel resultante. Además de afectar el contenido de FAME's, la razón molar de metanol afecta el rendimiento de la reacción.

Así las cosas, la experimentación permite concluir que para obtener biodiésel con un contenido de FAME de 85,300% y con un rendimiento de aproximadamente 88,774%, es primordial trabajar con relaciones molares de metanol mayores a la estequiométrica, y con tiempos de reacción elevados. Este tipo de biodiesel se utilizó como base para la producción de biolubricantes en otras investigaciones del grupo INTERFASE.

\*Trabajo de grado

\*\*Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Dr. Fredy Augusto Avellaneda Vargas. (favellan@uis.edu.co)

### Abstract

**Title:** Production of biodiesel from castor oil using ultrasound technology. \*

**Authors:** Jhosman Esbleyder Capacho Suarez and Sergio Nicolás Villarreal Ardila \*\*

**Keywords:** biodiesel, castor oil, ultrasound, reverse transesterification, basic catalysis, FAME index.

**Description:** The synthesis of biodiesel from the reverse transesterification of Castor oil (*Ricinus communis*) was studied, using ultrasound waves as an alternative to traditional mechanical agitation; with methanol as the excess reactant and potassium hydroxide (KOH) as the catalyst.

The methodology involved conducting experimental tests based on a central composite experimental design, which was structured by varying the methanol molar ratio, the p/p percentage of the catalyst (KOH), and the reaction time, while maintaining temperatures below 35°C. Beyond this threshold, it becomes necessary to implement an additional separation step to isolate glycerol from the resulting biodiesel.

It was confirmed that the application of ultrasound reduces the transesterification reaction time, as biodiesel was obtained with just 40 minutes of reaction. The resulting biodiesel was characterized, and the results were analyzed about FAME content, and physicochemical properties such as acid number, density, and viscosity.

The results indicated that only the individual interactions of reaction time and the methanol-to-oil molar ratio (molMethanol:molOil) have a significant effect on the methyl ester content in the resulting biodiesel. In addition to affecting the FAME content, the methanol molar ratio also influences the reaction yield.

Consequently, the experimentation allows us to conclude that to obtain biodiesel with a FAME content of 85,300% and a yield of approximately 88,774%, it is essential to work with methanol molar ratios higher than the stoichiometric ratio and with extended reaction times. This type of biodiesel was used as a basis for biolubricants production in further research by the INTERFASE group.

\*Degree Thesis

\*\*Faculty of Physicochemical Engineering, School of Chemical Engineering. Director: Fredy Augusto Avellaneda Vargas, Ph.D. (favellan@uis.edu.co)

## 1 Introducción

Como especie, el humano ha evolucionado y sobrevivido, gracias a la utilización de la energía; tanto en su forma natural, como en su forma transformada por la industria. Pasamos de aprovechar únicamente la energía del esfuerzo físico humano y del uso de animales, a depender en gran medida del aprovechamiento del petróleo, del gas y del carbón. Dicha dependencia (80% de la demanda energética actual) (Consejo económico y social de las Naciones Unidas, 2020) y la generación de residuos por la combustión de hidrocarburos, y derivados del petróleo (2/3 de las emisiones globales de CO<sub>2</sub>) (Consejo económico y social de las Naciones Unidas., 2020), arrojan en conjunto un panorama preocupante ante los ojos de la comunidad científica internacional.

Es por lo que la síntesis de biocombustibles como el biodiésel, se posiciona como una de las principales fuentes de diversificación de la obtención de la energía, esto con el fin de desplazar gradualmente la dependencia a los combustibles tradicionales. Si se continúan las tendencias actuales, la demanda energética mundial se duplicará para el año 2050. (Consejo económico y social de las Naciones Unidas., 2020)

Los principales biocombustibles producidos a escala industrial son el bioetanol y el biodiésel, los cuales son utilizados en motores de combustión interna. El biodiésel producido a partir de aceite de ricino (higuerilla) tiene ventajas sobre el diésel convencional, tales como: naturaleza biodegradable, baja toxicidad, menores emisiones netas de gases de efecto invernadero (Sánchez, 2015). Sin embargo, hasta la fecha es más rentable económicamente producir diésel tradicional, debido a que la tecnología para producir biodiésel aún se encuentra en desarrollo (Trujillo-Mendoza, & Trujillo-Perilla, 2020).

La transesterificación del aceite de higuera se logra haciendo reaccionar, los ácidos grasos del aceite, con metanol, sin embargo, para que la reacción se lleve a cabo, es necesario vencer la interfaz que se crea entre estos dos líquidos inmiscibles. Para homogeneizar la reacción, se hace necesaria la aplicación de un medio de agitación. Tradicionalmente se utiliza agitación mecánica. Para lograr conversiones significativas por este método, se requiere de una agitación vigorosa y de un largo tiempo de reacción. (Aproximadamente 90 minutos)

Por lo anterior, se han estudiado nuevas alternativas como la aplicación de ultrasonido como medio de agitación; Que consiste en hacer actuar ondas acústicas en el volumen de reacción, con el fin de crear micro cavitaciones; cuyo principal objetivo es inducir la transferencia de masa entre los líquidos inmiscibles (metanol-aceite), debido a que se forma una emulsión donde no se evidencia alguna interfaz. Las cavitaciones y las turbulencias ocasionan que las colisiones entre los reactivos aumenten, lo que a su vez causa que el tiempo de reacción disminuya. (Álvarez, & Montoya., 2015), y a su vez que la velocidad de reacción aumente. Al disminuir los tiempos de reacción se logra una mayor eficiencia y un mejor beneficio.

De esta manera, la síntesis de biodiésel asistida por ultrasonido presenta ventajas atractivas, sin embargo, esta tecnología actualmente se encuentra en proceso de estudio

En virtud de lo anterior es posible preguntarse ¿Cuáles serán las condiciones más recomendables para disminuir el tiempo de reacción en la obtención de biodiésel a partir de aceite de ricino mediante el uso de agitación con ultrasonidos?

## **2 Objetivos**

### **2.1 Objetivo general**

Obtener biodiésel a partir de la transesterificación de aceite de higuera, mediante una forma alternativa a la manera tradicional (ultrasonido).

### **2.2 Objetivos específicos**

- Analizar la materia prima seleccionada mediante una caracterización fisicoquímica.
- Evaluar la influencia de las variables de operación en la síntesis de biodiésel mediante la aplicación de ultrasonido.
- Estudiar las características del biodiésel obtenido para analizar su calidad.

### 3 Estado del Arte

El aceite de ricino o castor oil proviene de la planta de higuera (*Ricinus Communis L.*) La planta *Ricinus communis* es un arbusto perenne originario del sudeste del mediterráneo, África oriental e India. Sus semillas contienen entre un 40% y 60% de aceite de ricino, dependiendo de la variedad y las condiciones de cultivo. Además, contienen una proteína tóxica llamada ricina. (Jin, Zeng, Huang, & Yu, 2006).

El cultivo de ricino es catalogado como invasor, y tiene la facilidad de crecer en ambientes áridos y con condiciones poco favorables para los demás tipos de plantas oleaginosas. Además, el aceite de ricino es una sustancia no comestible, y no compite con la producción de alimentos Luna, Salmin, Santiago, Maia, Silva, Mazzetto, & Cavalcante, (2019). La ley 939 de 2004 en su artículo 2 establece que los ingresos derivados de la venta de biodiésel producido en Colombia estarán exentos del impuesto sobre la renta y complementarios, y en su artículo 4 establece una exención del impuesto global o cualquier otro impuesto indirecto que recaiga sobre el biodiésel cuando este sea utilizado para mezclar con combustibles fósiles (Ley 939 de 2004, art. 2, art. 4). Por lo anterior el uso del aceite de ricino como fuente de energía renovable resulta interesante.

El ácido ricinoleico  $C_{18}H_{34}O_3$  representa entre el 80-90% del contenido total de ácidos grasos en el aceite de ricino, lo que le otorga características atractivas para la producción de biodiésel, tales como: alta solubilidad en alcoholes (Sánchez, 2015), bajo contenido de yodo, bajo punto de congelación (Trujillo-Mendoza et al., 2020). Propiedades atractivas porque favorecen la reacción de transesterificación. En la tabla 1 se muestra la composición aproximada del aceite de ricino.

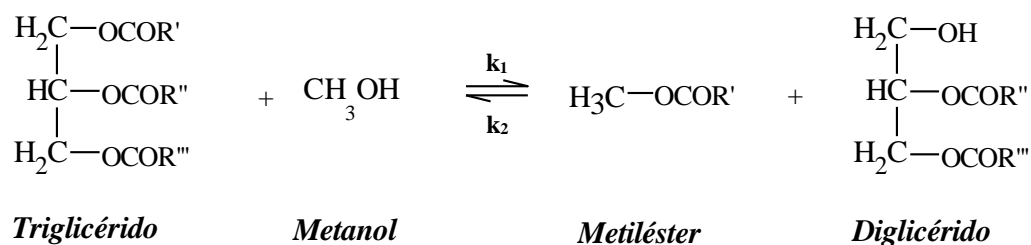
**Tabla 1***Composición del aceite de ricino*

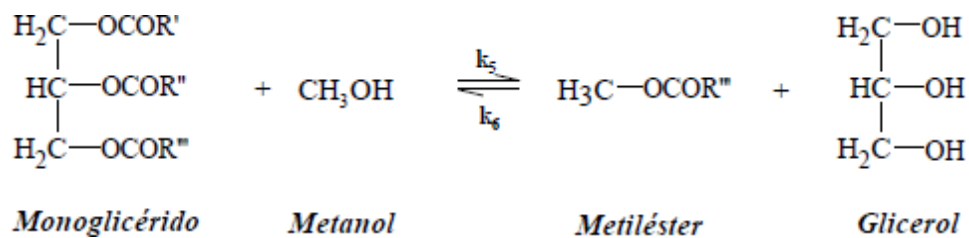
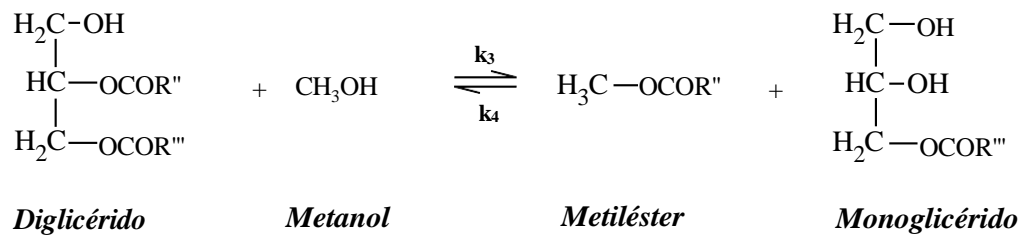
Ácido graso	Composición [%m/m]
Palmítico	0,8 – 1,1
Estearico	0,7 – 1,0
Oleico	2,2 – 3,3
Linoleico	4,1 – 4,7
Linolénico	0,5 – 0,7
<b>Ricinoleico</b>	<b>87,7 – 90,4</b>

*Nota: adaptado de Deep, Sandhu & Chander, (2016) y Zeng, (2021).*

El biodiésel es un biocombustible químicamente compuesto por ésteres mono-alquílicos de ácidos grasos de cadena larga (Sánchez, 2015; Bustamante, 2021). Tradicionalmente su obtención se lleva a cabo mediante la transesterificación de los triglicéridos usando metanol como reactivo en exceso, y en presencia de catalizadores básicos (NaOH, KOH), o ácidos (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) (González, Soto, & Franco, 2019; Van Gerpen, 2005).

En este proceso, se evidencia una secuencia de tres reacciones, en donde un mol de triglicéridos reacciona con tres moles de alcohol. Así se obtienen diglicéridos, monoglicéridos y en último lugar glicerol (Avellaneda, 2010)

**Figura 1***Etapas en la reacción de transesterificación.*



La catálisis básica mejora el rendimiento de la transesterificación, aunque la catálisis ácida puede dar mejores resultados, siempre que el contenido de ácidos libres sea alto (Cerveró, Coca, & Luque, 2008), y para que la transesterificación de los aceites pueda transformar una cantidad considerable de triglicéridos, se requiere como mínimo una relación estequiométrica de 3:1 (3 moles de alcohol reaccionan con 1 mol de triglicéridos).

Uno de los retos para obtener biodiésel es la baja transferencia de masa en el seno de la interfaz entre el aceite y el alcohol (Magalhães, & Steffen, 2019), por lo cual se hace necesario homogeneizar la reacción y facilitar el contacto íntimo entre los reactivos. (Avellaneda, 2010). Tradicionalmente al volumen de reacción se le aplica agitación mecánica. De este modo se logra homogeneizar los reactivos y obtener biodiésel, pero con un tiempo de reacción elevado, lo que trae problemas como el excesivo costo energético (González-Flores et al., 2019). En su trabajo, Neupane (2023) afirma que la eficiencia de conversión del aceite en éster metílico de ácidos grasos (FAME's), es mayor con ultrasonido que con agitación mecánica.

La agitación ultrasónica consiste en dar lugar a microcorrientes acústicas e implosiones de burbujas, que aumentan la superficie de contacto entre los reactivos, lo que induce y/o acelera la reacción. (Pehnt, & Henkel., 2011)

Los reactores asistidos por ultrasonido han mostrado buenos resultados a escala laboratorio, pero su escalabilidad a niveles industriales presenta desafíos significativos. La infraestructura necesaria para implementar ultrasonido a gran escala puede ser costosa y compleja de controlar (Yusoff, Abdullah, & Hassan, 2015). Además, el consumo energético asociado con esta tecnología puede no justificar su uso en comparación con métodos convencionales más económicos como la agitación tradicional (Stavarache, Vinatoru, Maeda, & Asakura, 2005). La durabilidad de los equipos de ultrasonido tiende a ser menor, debido al desgaste sufrido por la cavitación y las vibraciones lo que trae consigo riesgos adicionales en términos de seguridad, dado que las ondas de choque generadas pueden comprometer la integridad de los reactores (Ji, Wang, Li, Yu, Xu, & Luo, 2006; Kumar, & Ali, 2012). Por último, la variabilidad en la intensidad del ultrasonido y la distribución del reactor pueden afectar la calidad y homogeneidad del producto final (Kawaguchi, & T. K., 2009). Como consecuencia, actualmente el ultrasonido no es comúnmente utilizado en la industria.

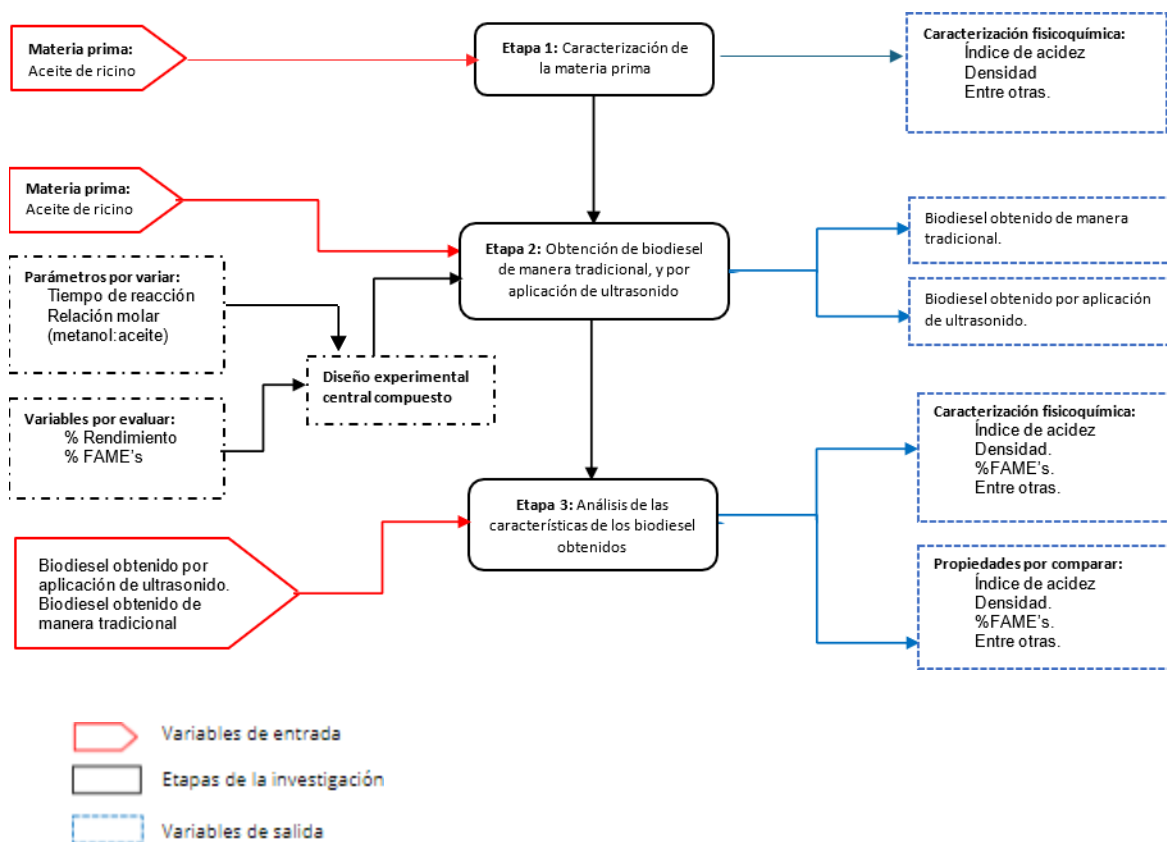
Factores como el contenido de ácidos grasos libres en el aceite de ricino, la eficiencia de la reacción de transesterificación, la relación de exceso, y el tipo de catalizador son parámetros que afectan directamente a la calidad del biodiésel obtenido (Trujillo-Mendoza et al., 2020)

## 4 Metodología

Para llevar a cabo esta investigación, como catalizador se utilizó KOH (catalizador básico) y para desplazar el equilibrio de la reacción se utilizaron relaciones molares mayores a la estequiométrica. Así, se establecieron tres etapas con el fin cumplir los objetivos y determinar las mejores condiciones para aumentar el rendimiento y la conversión del biodiésel. Dichas actividades se encuentran resumidas en la Figura 2

**Figura 2**

*Diagramas de las etapas de investigación*



### 4.1 Materiales y reactivos

En este apartado se determinan las propiedades fisicoquímicas más importantes de las materias primas involucradas en el proceso de producción y análisis. Las materias primas

empleadas en este proceso son: Aceite de ricino, metanol, hidróxido de potasio (KOH), estándares y solventes (Ver Anexo M)

## 4.2 Caracterización de la materia prima. Para lograr el objetivo específico 1

### 1.1 Aceite de ricino

El aceite de ricino fue adquirido de la empresa Laboratorios León S.A. ubicados en la ciudad de Bucaramanga. Una vez obtenido el aceite, se procedió a medir una serie de propiedades para su caracterización.

**Densidad:** Se determinó siguiendo la norma ASTM D4052-22.

**Viscosidad:** Fue medida con un viscosímetro de la marca Anton Paar modelo MCR 72 a una temperatura de 40°C (Las especificaciones técnicas del viscosímetro son presentadas en el anexo A) siguiendo las especificaciones de la norma ASTM D455 del 2021.

**Índice de acidez:** Se determinó siguiendo las indicaciones y procedimientos consignados en la norma UNE EN ISO 660 (Anexo B).

**Índice de saponificación:** Se determinó siguiendo las indicaciones de la norma UNE EN ISO 3657 (Anexo C).

### 1.2 Metanol

Se empleó metanol grado analítico con pureza  $\geq 99,9$  %, contenido de agua  $\leq 0,1$ %, densidad 0,789 kg/L, referencia Merck.

### **1.3 Hidróxido de potasio**

Se empleó KOH como catalizador de la reacción en pellets, pureza  $\geq 85\%$ , referencia Merck.

## **4.3 Obtención de biodiésel. Para lograr el objetivo específico 2**

### **1.4 Diseño experimental (Ver Anexo H)**

Se optó por implementar un diseño experimental central compuesto, utilizando como variables de entrada el tiempo de reacción y la relación molar (metanol:aceite), y como variables de respuesta el rendimiento y el contenido de FAME. Se estableció un punto central con un tiempo de reacción de 30 minutos y una relación molar de 6:1, con 5 réplicas en este punto, realizando un total de 13 experimentos. Se planteó el diseño según lo descrito en el libro análisis y diseño de experimentos (Gutiérrez y De la vara, 2012). Para la realización de los análisis del diseño se emplearon los programas MINITAB y MATLAB

### **1.5 Montaje experimental**

La reacción de transesterificación se llevó a cabo en un baño de ultrasonido de la marca ELMA serie E60H (Anexo D). Entre las variables que afectan la reacción de transesterificación se incluyen la relación molar (alcohol:aceite), el tiempo de reacción, la temperatura, la concentración de catalizador y la frecuencia de ultrasonido, entre otras. En esta investigación, se optó por estudiar el efecto del tiempo de reacción y la relación molar (RM) y su posible interacción. En cuanto a las demás variables, se eligió una catálisis básica debido a que permite alcanzar altas conversiones sin necesidad de elevadas concentraciones de catalizador, altas temperaturas o tiempos de reacción prolongados (Lam, Lee, & Mohamed, 2010). Se seleccionó el KOH como catalizador a una concentración fija del 1% (p/p), ya que se ha demostrado que, en

comparación con el NaOH, tiende a formar menos jabones, además, esta concentración facilita la separación y purificación del biodiésel (Encinar et al., 2007). Esto se confirma en el estudio de Sánchez. (2015), sobre la transesterificación del aceite de ricino y grasas animales, en donde se comparó el contenido de metil ésteres obtenido al usar tres concentraciones diferentes de hidróxido de potasio como catalizador (0,5%, 1% y 1,5% p/p). Los resultados mostraron que la concentración de 1% (p/p) produjo el mayor contenido de metil ésteres con un valor de 93,6%, frente a 92,2% (a 0,5% p/p) y 89,8% (a 1,15% p/p).

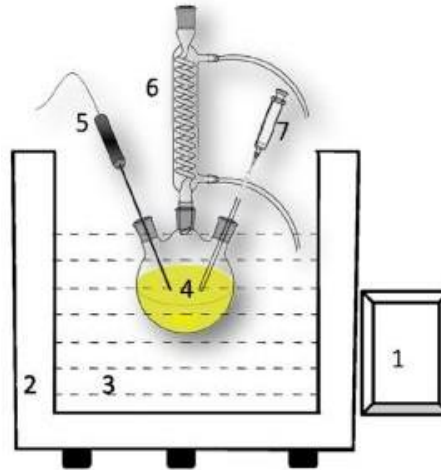
Se decidió mantener la temperatura de la reacción por debajo de 35°C debido a que no se evidenciaban las fases de glicerol y biodiésel en la separación. Otros parámetros como la frecuencia del ultrasonido venían fijas por defecto en el equipo.

La reacción de transesterificación se llevó a cabo en un sistema discontinuo tipo “batch” que consta de un reactor, sistema de agitación y homogeneización y sistema de condensación tal y como se muestra en la Figura 3.

El reactor consistió en un balón de vidrio de fondo redondo, con una capacidad de 250 ml de una boquilla; para evitar la pérdida de metanol por evaporación, se conectó un condensador de flujo contracorriente a la boquilla del balón usando agua como fluido de enfriamiento. Se utilizó un baño de ultrasonido como sistema de agitación y homogeneización a una frecuencia fija de 37 kHz. Para que la temperatura del baño del ultrasonido se mantuviera a temperatura ambiente (27-33°C) se optó por realizar reposiciones del agua que se encontraba en el interior del baño cada 5 min.

**Figura 3**

*Montaje experimental de la reacción de transesterificación. (1: panel de control; 2: tanque de acero inoxidable; 3: agua; 4: reactor de vaso esférico; 5: termostato; 6: sistema de condensación; 7: recogida de muestras.)*



A continuación, se detalla el procedimiento llevado a cabo para la reacción.

1. Se pesaron aproximadamente 50 g de aceite de ricino.
2. Se precalentó la muestra de aceite en un horno a 110°C por una hora con el fin de evaporar el agua presente en la misma.
3. Al mismo tiempo, se realizaron los cálculos correspondientes para la preparación del metóxido de potasio, según se estableció en el diseño experimental. En un vaso de precipitado se vertió el metanol y cierta cantidad de hidróxido de potasio previamente pesado; la muestra resultante fue llevada a una plancha de agitación a temperatura ambiente por un periodo de 5 minutos o hasta que la muestra estuviera completamente homogeneizada.
4. El aceite crudo previamente calentado y enfriado fue introducido en el baño de ultrasonido a temperatura ambiente por un minuto, posteriormente se le añadió

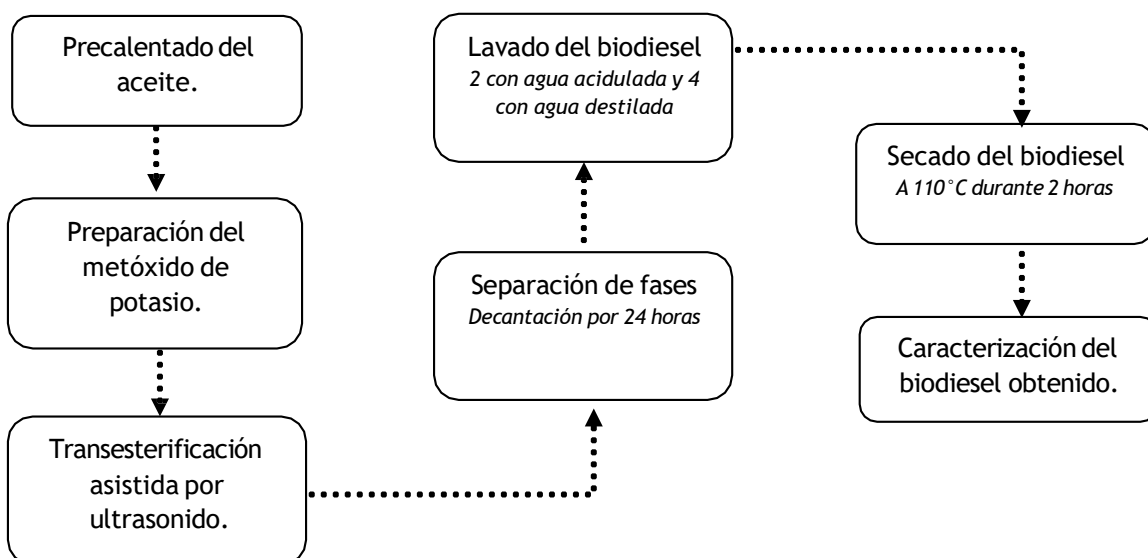
lentamente el metóxido de potasio y se selló el sistema con el condensador, la mezcla resultante se dejó reaccionar por un determinado tiempo según el diseño experimental.

5. Terminado el tiempo, se llevaron los productos de la reacción a un embudo de decantación para separar los subproductos de la reacción del biodiésel. Para lograr esto, se dejó reposar la muestra por un periodo de 24 horas.
6. Una vez obtenido el biodiésel, se procedió a realizar 2 lavados con agua acidulada y 4 con agua destilada para disminuir la basicidad del biodiésel y eliminar distintos residuos como glicerol, metanol y aceite sin reaccionar.
7. Después de los lavados, el biodiésel fue llevado a un horno a una temperatura de  $110^{\circ}\text{C}$  por un tiempo de dos horas para eliminar todo rastro de humedad presente en el mismo, finalmente este fue almacenado en envases de color ámbar para su posterior caracterización.

La figura 4 representa el procedimiento descrito anteriormente.

#### Figura 4

*Etapas secuenciales de los experimentos.*



#### 4.4 Caracterización del biodiésel obtenido. Para lograr el objetivo específico 3

Se determinó el rendimiento de la reacción comparando la cantidad de aceite que se utilizó, respecto a la cantidad de biodiésel obtenido (%p/p).

$$\%Rendimiento = \frac{Masa\ biodiesel}{masa\ aceite} * 100 \quad (Ec. 1)$$

#### Determinación de los ésteres metílicos de ácidos grasos

El contenido en FAME (g de FAME/g de biodiésel) de cada una de las muestras de biodiésel se determinó siguiendo las indicaciones de la norma europea EN 14103 (Anexo E) en un cromatógrafo Agilent 7890A acoplado con un detector FID, dotado de una columna capilar de DB-WAX y provisto de un inyector automático. La longitud de la columna fue de 30m, un diámetro interno de 25 mm y un espesor de película de 0,25µm. En la tabla 2 se especifican las condiciones del análisis.

**Tabla 2**

*Condiciones del análisis cromatográfico del biodiésel obtenido del aceite de ricino.*

<i>Condiciones cromatográficas</i>				
<i>Programa de temperaturas</i>				
<i>Temperatura horno de la columna</i>				
<i>tiempo de espera (min)</i>	<i>Rampa</i>	<i>T final (°C)</i>	<i>Gas portador:</i>	<i>Helio</i>
2		60	<i>Gas auxiliar:</i>	<i>H<sub>2</sub></i>
10	10°C/min	200	<i>Gas combustible:</i>	<i>Aire sintético</i>
7	5°C/min	240	<i>Caudal en la columna:</i>	<i>6,55 ml/min</i>
<i>Temperatura del inyector:</i>		250	<i>Caudal de aire:</i>	<i>400 ml/min</i>
<i>Temperatura del detector:</i>		250	<i>Caudal de H<sub>2</sub>:</i>	<i>30 ml/min</i>

Se fijó un Split ratio en el divisor de 20:1 y una presión de 24 psi. Se programaron 4 lavados con tolueno después de cada inyección de la jeringa y 6 bombeos.

Adicionalmente, se determinaron distintas propiedades físicas y químicas a la muestra obtenida con la mejor respuesta en el contenido de metil ésteres.

**Densidad:** Se determinó siguiendo el método descrito por la norma ASTM D4052-22.

**Viscosidad:** Se midió de la misma forma que la del aceite explicado anteriormente.

**Índice de acidez:** Se determinó siguiendo las indicaciones y procedimientos consignados en la norma UNE - EN ISO 660 (Anexo F).

**TGA:** Se le realizó un análisis termogravimétrico (TGA) a la muestra con la mejor respuesta para conocer su estabilidad térmica (Anexo G) siguiendo la norma ASTM D97-17b del 2022

## 5 Resultados y Análisis

En esta sección se exponen los resultados obtenidos durante cada una de las fases de la investigación, incluyendo la caracterización del aceite de ricino utilizado como materia prima, la obtención del biocombustible y su posterior caracterización y análisis.

### 5.1 Caracterización del aceite de ricino

El aceite de ricino que se usó como materia prima, presentaba color amarillo con una tonalidad traslucida y un olor característico de este tipo de aceite. Para verificar su calidad, se le midieron distintas propiedades fisicoquímicas. Una de esas propiedades es el índice de acidez; este se midió un total de 2 veces y se calculó un promedio dando como resultado un valor menor a 1, este valor indica que el aceite es de buena calidad por lo cual no es necesario realizar una etapa de pre-esterificación, esto se traduce en diversas ventajas tales como el ahorro de insumos,

mejoramiento de la eficiencia de la reacción y condiciones apropiadas para la obtención de biodiésel. El índice de acidez y las demás propiedades fisicoquímicas se muestran en la tabla 3.

**Tabla 3**

*Propiedades fisicoquímicas del aceite de ricino usado en el estudio.*

Propiedad	Unidad	Este estudio	Palma <sup>1</sup>	Colza <sup>2</sup>
Densidad 20°C	g/ml	0,937	0,920	0,913
Viscosidad cinemática 40°C	mm <sup>2</sup> /s	253,061	11,450*	50,10
Índice de acidez	mgKOH/g Ac	0,966	4,70	0,550
Índice de saponificación	mgKOH/g Ac	181,00	-	180,00

*Nota: Adaptado de <sup>1</sup>Avellaneda (2010); <sup>2</sup>Laajimi, Zorainy, Schieppati, & Boffito (2023); \*la viscosidad del aceite crudo de palma fue medida a 60°C.*

La viscosidad cinemática del aceite de ricino crudo presenta un valor comparativamente mayor a la de otros aceites como el de palma (11,45 mm<sup>2</sup>/s) (Avellaneda, 2010) o colza (50,10 mm<sup>2</sup>/s) (Laajimi, Zorainy, Schieppati, & Boffito, 2023) debido a la presencia del ácido ricinoleico, el cual es un ácido graso insaturado con un grupo hidroxilo (-OH) en su cadena de carbono; la presencia del hidroxilo aumenta las fuerzas de atracción intermoleculares entre las moléculas de ácido ricinoleico, lo que incrementa notoriamente su viscosidad. Así mismo, el ácido ricinoleico también es responsable del alto valor del índice de saponificación, esto se debe a su longitud, ya que está constituido por una cadena larga de 18 carbonos y por un grupo hidroxilo en el carbono 12 que aumenta la polaridad de la molécula, facilitando la interacción con el hidróxido de potasio (Cavalcante et al., 2021). El hidroxilo hace que el ácido ricinoleico sea más reactivo, y pueda formar micelas más fácilmente en un medio acuoso, promoviendo la saponificación más rápidamente en comparación con otros ácidos grasos que carecen de este grupo funcional. (Carrino, Visconti, Fiorentino, Fagnano, 2020; Stamenković, Veličković, Veljković, 2011). El ácido de ricino también tiende a formar polímeros.

## 5.2 Pruebas preliminares

Se realizaron distintos experimentos variando la temperatura en el reactor para determinar la influencia de esta variable en la reacción.

**Tabla 4**

*Influencia de la temperatura de reacción en la síntesis de biodiésel*

Temperatura (°C)	Número de experimentos	Descripción
30	2	Se evidenció separación de fases
35	2	Se evidenció separación de fases
40	2	No se evidenció separación de fases

Los experimentos descritos en la tabla 4 se realizaron con un tiempo de reacción de una hora, una relación molar de 6:1, y un 1% en peso de KOH como catalizador. Se observó que, al trabajar a una temperatura mayor de 35°C, no se evidenciaban las fases de glicerol y biodiésel después de 24 horas de decantación, lo que sugiere una alta sensibilidad del sistema a la temperatura. Deep, Sandhu y Chander, (2016) encontraron que, en la transesterificación del aceite de ricino, temperaturas superiores a 30°C impedían la separación de los productos, requiriendo el uso de rotoevaporación para la obtención del biodiésel. De manera similar, Gandhi & Gogate, (2021a) reportaron que la temperatura que permitió maximizar el rendimiento de la reacción fue de 30°C, debido a la composición única del aceite de ricino, que permite su solubilidad en alcoholes a temperaturas moderadamente bajas.

La transesterificación del aceite de ricino presenta particularidades que lo diferencian de otros aceites usados en la producción de biodiésel, especialmente en términos de los requerimientos energéticos y las condiciones de proceso. Por ejemplo, en el caso de las grasas animales, la temperatura adecuada para la transesterificación se sitúa entre 50°C y 65°C, según Wang & Yang, (2017), un rango que permite una conversión eficiente sin comprometer la estabilidad del proceso. En

contraste, para el aceite de palma, investigaciones realizadas por Naju & Ahmad, (2012) y Avellaneda (2010) han demostrado que la temperatura ideal se encuentra en 60°C, lo que resalta las diferencias en los requerimientos térmicos de diversas materias primas en la producción de biodiésel.

### 5.3 Análisis de la obtención de biodiésel a partir de la transesterificación del aceite de ricino por ultrasonido.

En la tabla 5 se presenta el %FAME y el rendimiento obtenido en función de las variables de entrada expuestas en el diseño experimental. La tabla proporciona el panorama de cómo las variables del tiempo de reacción y la relación molar afectan el rendimiento y el %FAME en la transesterificación del aceite de ricino. Los resultados indican que un tiempo de reacción prolongado y una alta relación molar son vitales para maximizar la producción de biodiésel facilitando así una mayor conversión en la reacción de transesterificación del aceite.

**Tabla 5**

*Resultados obtenidos de la transesterificación del aceite de ricino asistido por ultrasonido a temperatura ambiente y 1% KOH (%p/p).*

Exp.	Factores		Respuesta	
	<i>t</i> (min)	RM	%Rend (gBiodiesel/gAceite)	%FAME (gFAME/gBiodiesel)
<b>1</b>	40	7:1	88,774	85,300
<b>2</b>	20	7:1	83,472	79,600
<b>3</b>	20	5:1	75,197	75,740
<b>4</b>	40	5:1	76,760	81,240
<b>5</b>	44	6:1	87,631	81,960
<b>6</b>	30	7,4:1	92,501	80,590
<b>7</b>	16	6:1	87,683	72,080
<b>8</b>	30	4,6:1	77,870	75,460
<b>9</b>	30	6:1	86,296	79,200
<b>10</b>	30	6:1	85,808	76,940
<b>11</b>	30	6:1	84,996	78,610
<b>12</b>	30	6:1	89,894	76,770
<b>13</b>	30	6:1	91,370	77,210

En este caso en particular, las condiciones que proporcionaron el mejor resultado fueron a 40 minutos de reacción con una relación molar metanol:aceite de 7 a 1. Estas condiciones se destacan como las más eficientes, proporcionando un %FAME de 85,3% y un rendimiento de 88,774%. Por otro lado, se aprecia que el %FAME y el rendimiento son relativamente menores en tiempos de 16 a 20 min y a RM menores a 6:1, lo que refuerza la importancia de estos parámetros.

En la Tabla 6 se presenta una comparación entre la mejor muestra de biodiésel obtenida en esta investigación y los resultados de experimentos realizados por Encinar, Gonzales, & Pardal. (2012), Gandhi et al. (2021) e Infante y Cristancho (2024). Encinar et al. (2012) y Gandhi. et al. (2021) llevaron a cabo sus estudios bajo condiciones similares, mientras que Infante et al. (2024) realizó la síntesis de biodiésel utilizando métodos tradicionales; proyecto que se realizó en paralelo con este estudio en el grupo de investigación INTERFASE de la Universidad Industrial de Santander.

**Tabla 6**

*Comparación de parámetros operacionales en la producción de biodiésel a partir de aceite de ricino bajo diferentes condiciones de transesterificación.*

Parámetro	Este estudio	Encinar et al. 2012	Gandhi et al. 2021	Infante et al. 2024
Contenido FAME (%)	85,30	90,80	56,00	84,69
RM (molMet:molAc)	7:1	6:1	6:1	6:1
Tiempo (min)	40	60	30	60
Catalizador (%p/p)	1	1	1	1
Frecuencia ultrasónica (kHz)	37	25	20	Agitación tradicional (1000 rpm)
Potencia de ultrasonido (kW)	0,100	0,250	0,100	0,018*
Temperatura (°C)	27-33	20	30	30

Nota\*: La potencia corresponde a la que consume el motor.

El estudio de Encinar et al. (2012) se destaca con un contenido de FAME del 90,8%, el más alto entre los comparados. Para lograr esa conversión utilizaron una relación molar de 6:1, 60 minutos de reacción, una frecuencia ultrasónica de 25 kHz, y una potencia de 0,250 kW. La combinación de una frecuencia moderada y una potencia adecuada parece haber sido clave para lograr este rendimiento. En contraste, Gandhi et al. (2021a) reportaron un contenido de FAME del 56,00%, conversión considerablemente menor que los otros estudios. Aunque también utilizaron una relación molar de 6:1, su tiempo de reacción fue más corto (30 minutos) sumado a una frecuencia ultrasónica de 20 kHz con una potencia de 0,100 kW. Estos valores más bajos de frecuencia y potencia podrían haber sido insuficientes para promover una transesterificación efectiva, lo que explica el menor rendimiento.

El método de síntesis empleado por Infante et al. (2024), logró un contenido de FAME del 84,69%. Aunque el tiempo de reacción fue de 60 minutos, la eficiencia obtenida es comparable a la de este estudio. Este resultado demuestra que, aunque la agitación tradicional sigue siendo efectiva, el ultrasonido tiene ventajas en términos de reducir el tiempo de reacción sin sacrificar la conversión.

En esta investigación, se logró alcanzar un contenido de FAME del 85,30% en 40 minutos, utilizando una relación molar de 7:1, una frecuencia ultrasónica de 37 kHz, y una potencia de 0,100 kW. A pesar de emplear una potencia más baja que Encinar, el uso de una frecuencia ultrasónica más alta parece haber compensado, facilitando una cavitación más intensa y una mejor transferencia de masa. Además, la flexibilidad de la temperatura ambiente (27-33°C) sugiere que el proceso es eficiente sin necesidad de un control térmico estricto, lo que simplifica la operación.

A grandes rasgos, Encinar et al. (2012) lograron el mejor rendimiento en FAME, pero a un costo de mayor tiempo y energía. Gandhi et al. (2021a), por otro lado, muestran cómo la reducción de la potencia y la frecuencia ultrasónica puede comprometer significativamente la eficiencia. Infante et al. (2024) demuestran que la agitación tradicional es efectiva, sin embargo, el ultrasonido puede lograr resultados comparables en menos tiempo. Este estudio muestra un buen equilibrio entre tiempo, potencia, y frecuencia, logrando una alta conversión de FAME con un consumo energético moderado y sin necesidad de un control estricto de la temperatura.

#### 5.4 Análisis ANOVA del modelo experimental

Se emplearon los softwares MINITAB STATICAL 22 y MATLAB como herramientas estadísticas para la elaboración del diseño experimental y su posterior análisis.

##### 5.4.1 Significancia de las variables de entrada del diseño experimental sobre %FAME (g FAME/g biodiésel).

Para evaluar la significancia estadística de las variables que influyen en el %FAME se realizó una comparación de los valores  $p$ . Los cuales si son inferiores a 0,05 indican que son significativamente diferentes de cero y brindan un nivel de confianza del 95,0%.

**Tabla 7**

*Análisis de varianza para %FAME*

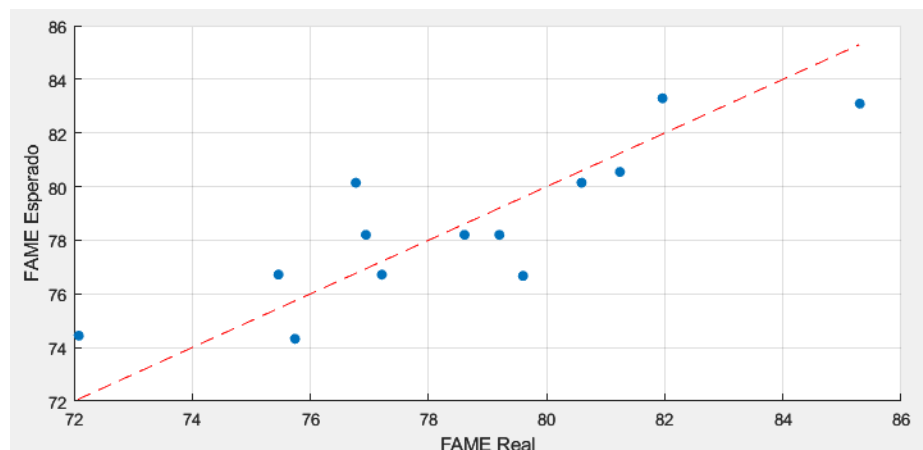
<b>Fuente</b>	<b>GL</b>	<b>SC Ajust.</b>	<b>MC Ajust.</b>	<b>Valor F</b>	<b>Valor p</b>
<b>Modelo</b>	5	113,821	22,7642	6,89	0,012
<b>Lineal</b>	2	107,991	53,9956	16,33	0,002
<b>Tiempo</b>	1	79,206	79,2064	23,96	0,002
<b>RM</b>	1	28,785	28,7848	8,71	0,021
<b>Cuadrado</b>	2	5,820	2,9098	0,88	0,456
<b>Tiempo*Tiempo</b>	1	0,972	0,9724	0,29	0,604
<b>RM*RM</b>	1	5,343	5,3428	1,62	0,244
<b>Interacción de 2 factores</b>	1	0,010	0,0100	0,00	0,958
<b>Tiempo*RM</b>	1	0,010	0,0100	0,00	0,958

<i>Error total</i>	12	136,963
<i>R cuadrado ajustado</i>	71,03%	

El análisis de varianza (ANOVA) revela que, entre las variables evaluadas, el tiempo de reacción y la razón molar (RM) son las únicas que presentan un efecto significativo sobre el contenido de FAME, con valores  $p$  de 0,002 y 0,021, respectivamente, lo que indica una influencia estadísticamente relevante. Estas dos variables son clave para aumentar la conversión de triglicéridos en ésteres metílicos durante la transesterificación. Por otro lado, el resto de las variables y sus interacciones no mostraron significancia estadística, como lo evidencian sus valores  $p$  superiores a 0,05. Específicamente, los términos cuadrados y la interacción entre tiempo y razón molar arrojaron valores  $p$  de 0,456 y 0,958, respectivamente, lo que sugiere que su impacto sobre el rendimiento de FAME es mínimo o inexistente dentro del rango de condiciones experimentales evaluadas. Este resultado indica que la variabilidad en el contenido de FAME no está significativamente influenciada por estos factores adicionales, centrando la atención en el control preciso del tiempo de reacción y la razón molar para mejorar el proceso. (Ver anexo I).

### Figura 5

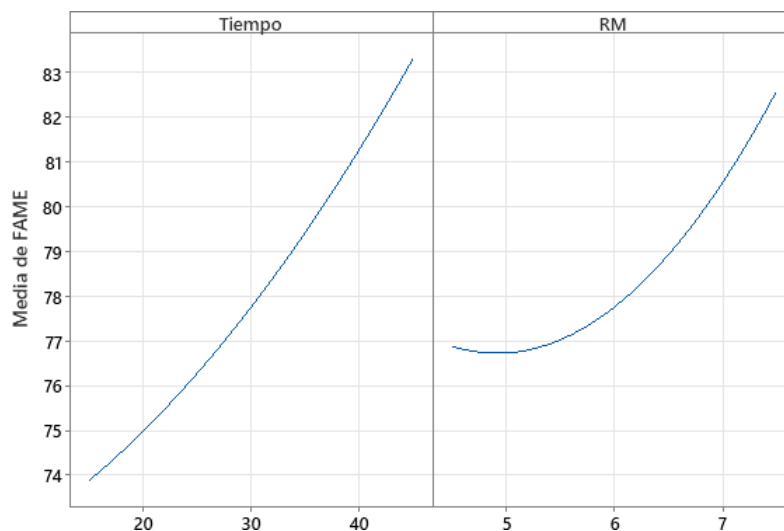
*Dispersión de los datos experimentales vs los predichos por el modelo*



El  $R^2$  obtenido presenta un valor aceptable de 71,03%, indicando que cerca del 71% de los datos obtenidos experimentalmente son compatibles con los datos predichos por el modelo. En la figura 5, la línea de tendencia (en rojo) ilustra la relación esperada entre el %FAME real y el %FAME predicho. Los puntos cercanos a la línea sugieren una alta precisión en las predicciones del modelo, mientras que los puntos más alejados indican áreas donde el modelo podría mejorarse. Este valor de  $R^2$  sugiere que el modelo tiene una buena capacidad para predecir los resultados experimentales, aunque aún hay espacio para mejorar la precisión.

### Figura 6

*Estimación de FAME con respecto al tiempo y RM*



En la figura 6 se puede apreciar que a mayores tiempos de reacción y razón molar (metanol: aceite), mayor es el %FAME obtenido. Esto indica que ambos parámetros tienen un efecto positivo en la cantidad de FAME obtenido para el rango estudiado.

Diversas investigaciones han recalcado la importancia de la relación molar en la conversión del aceite a esteres metílicos. Sánchez (2015) en su investigación sobre la transesterificación del aceite de ricino y grasas animales destaca la influencia de la relación

molar en la reacción, obteniendo un mayor %FAME cuando se utilizaban relaciones molares mayores a la estequiométrica tales como 6:1 para grasas animales y de 9:1 para el aceite de ricino.

Otros estudios realizados por Avellaneda (2010) Aplicados al biodiésel de palma demostraron que aumentar la relación molar incrementaba significativamente el contenido de FAME. El estudio concluyó que se pueden obtener altos porcentajes de FAME mediante metanólisis básica de aceite crudo de palma con alta acidez, siempre que se agregue una cantidad adecuada de catalizador para neutralizar los ácidos grasos libres.

Teóricamente en una reacción de transesterificación estequiométrica, se necesita una relación de 3:1 (tres moles de metanol por cada mol de triglicéridos [aceite en este caso]) para convertir completamente los triglicéridos en FAME. No obstante, en la práctica, una relación molar mayor, como 6:1 o 9:1, es preferida para desplazar el equilibrio de la reacción hacia la formación de ésteres metílicos, aumentando así el rendimiento de FAME. Las investigaciones hechas por Sánchez (2015) y Avellaneda (2010) respaldan esta afirmación al demostrar que, al utilizar una relación molar superior a la estequiométrica, se obtienen mayores porcentajes de FAME. Esto se debe a que un exceso de metanol asegura que haya suficiente cantidad de este reactivo disponible para reaccionar con todos los triglicéridos presentes, superando cualquier limitación de masa que podría obstaculizar la conversión total en FAME.

En esta investigación, donde la relación molar máxima fue de 7,4:1, se observó que una mayor cantidad de metanol permitió mejorar el rendimiento de FAME sin afectar negativamente la separación de fases. No obstante, utilizar una relación molar excesivamente alta no siempre resulta beneficioso. En estudios con aceite de ricino y otros aceites vegetales, se ha observado que una relación molar demasiado elevada puede tener efectos contraproducentes. Por ejemplo,

un aumento excesivo de metanol puede diluir el sistema de reacción, lo que dificulta la separación de las fases (biodiésel y glicerol), complicando la purificación del producto final (Leung et al., 2010). Además, un alto contenido de metanol puede generar pérdidas adicionales de reactivo, incrementando los costos del proceso sin un aumento proporcional en el rendimiento de FAME (Atadashi et al., 2011).

En el caso específico del aceite de ricino, debido a su alto contenido de ácido ricinoleico (alrededor del 90%), se ha reportado que una relación molar muy elevada (mayor a 12:1) puede llevar a la formación de emulsiones estables que complican la separación del biodiésel del glicerol, afectando la eficiencia global del proceso (Borges & Díaz, 2012). Por lo tanto, aunque una relación molar moderadamente superior, como la de 7:1 utilizada en este estudio, puede mejorar el rendimiento de FAME sin generar mayores inconvenientes, los beneficios de seguir aumentando la relación molar se ven limitados por factores como la eficiencia de la separación de fases, los costos adicionales del metanol y las dificultades operativas.

El tiempo de reacción puede variar dependiendo el caso. Gandhi et al. (2021a) afirman en su investigación que el tiempo de reacción es un parámetro individual en la transesterificación del aceite de ricino asistida por ultrasonido. Alcanzaron una conversión máxima de 99% de contenido de FAME a los 120 minutos de reacción, una temperatura de 30°C, relación molar de 1:15 (aceite: metanol), 1% (p/p) de KOH, *duty cycle* 40%, y una potencia ultrasónica de 100 W. En otra investigación sobre la síntesis de biodiésel a partir de mahua a base de aceite, Gandhi y Gogate (2021b) encontraron que a 45 min la reacción había alcanzado la conversión óptima.

De forma general, un tiempo mayor permite una mayor exposición de los triglicéridos al catalizador y al metanol, lo que aumenta la conversión, pero también puede aumentar el consumo energético. Por otro lado, para conseguir tiempos de reacción más cortos, es necesario optimizar

los demás parámetros de reacción como los del ultrasonido para maximizar la eficiencia de la cavitación, lo que, a su vez, mejora la mezcla y acelera la reacción.

De acuerdo con lo visto anteriormente, es correcto decir que el tiempo de reacción óptimo depende de las condiciones específicas del proceso, y por ende no existe un tiempo universalmente óptimo que aplique a todas las situaciones. Los estudios mencionados muestran cómo diferentes combinaciones de parámetros pueden llevar a variaciones significativas en el tiempo necesario para alcanzar la conversión máxima.

Dado el comportamiento del contenido de FAME obtenido en esta investigación en función de los parámetros estudiados, se puede afirmar que la reacción aún no ha alcanzado el equilibrio. Esto se puede apreciar en la figura 6, donde ambas gráficas muestran una tendencia creciente, sugiriendo que una mayor duración de la reacción podría seguir incrementando el %FAME. Este comportamiento destaca la importancia de continuar estudiando los parámetros de reacción para alcanzar la máxima conversión posible.

#### 5.4.2 Significancia de las variables de entrada del diseño experimental sobre Rendimiento (g biodiésel/g aceite).

**Tabla 8**

*Análisis de varianza para rendimiento*

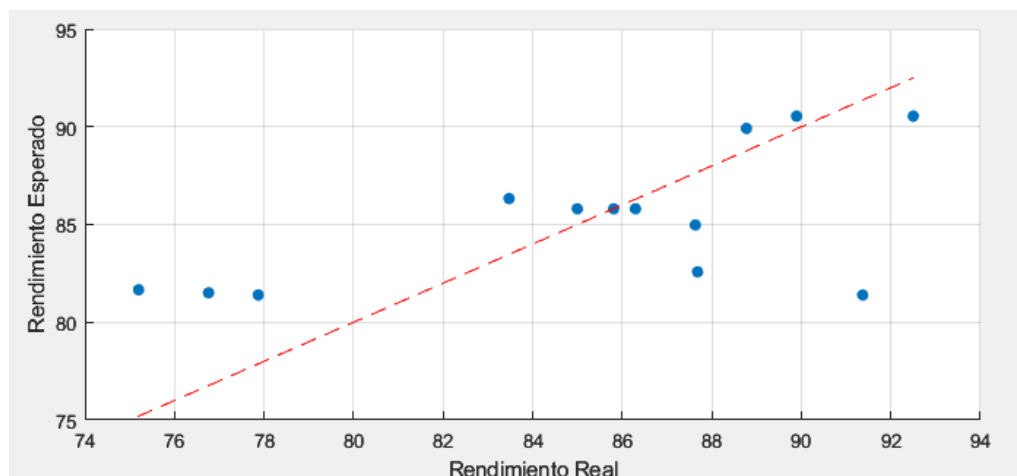
<b>Fuente</b>	<b>GL</b>	<b>SC Ajust.</b>	<b>MC Ajust.</b>	<b>Valor F</b>	<b>Valor p</b>
<b>Modelo</b>	5	272,955	54,591	4,030	0,048
<b>Lineal</b>	2	215,675	107,838	7,960	0,016
<b>Tiempo</b>	1	5,765	5,765	0,430	0,535
<b>RM</b>	1	209,911	209,911	15,490	0,006
<b>Cuadrado</b>	2	53,785	26,893	1,980	0,208
<b>Tiempo*Tiempo</b>	1	12,683	12,683	0,940	0,366
<b>RM*RM</b>	1	46,524	46,524	3,430	0,106
<b>Interacción de 2 factores</b>	1	3,494	3,494	0,260	0,627
<b>Tiempo*RM</b>	1	3,494	3,494	0,260	0,627

<i>Error total</i>	12	367,824
<i>R<sup>2</sup> ajustado (%)</i>	55,78	

En la tabla 8 se observa que solo el término lineal de la razón molar tiene un efecto significativo sobre el rendimiento de la reacción, con un valor  $p$  de 0,006 y un valor  $F$  de 15,49. El término lineal también es significativo con un valor  $p$  de 0,016 y un valor  $F$  de 7,96. Esto sugiere que la razón molar es un factor crítico en el rendimiento de la reacción. Las demás interacciones no influyen significativamente en la variable de respuesta, como lo muestran sus altos valores  $p$  (Ver anexo J).

### Figura 7

*Dispersión de los datos experimentales vs los predichos por el modelo.*



El  $R^2$  obtenido fue de 55,78%, un valor relativamente bajo que indica que cerca del 56% de los datos obtenidos experimentalmente son compatibles con los datos predichos por el modelo. En la figura 7, la línea de tendencia (en rojo) ilustra la relación esperada entre el rendimiento real y el rendimiento predicho, donde la dispersión de los puntos alrededor de esta línea muestra la precisión del modelo. Los puntos más alejados de la línea indican discrepancias significativas, sugiriendo áreas de mejora en el modelo predictivo o posibles valores atípicos

ocasionados por posibles errores sistemáticos o por el rango configurado de las variables de operación de este diseño experimental.

En este estudio, se observó un rendimiento máximo con relaciones molares entre 7 y 7,4 moles de metanol por mol de aceite, lo cual coincide con la tendencia general reportada en la literatura. Sin embargo, no se descarta que, con relaciones molares superiores, variaciones en la potencia, frecuencia y los ciclos del ultrasonido (*duty cycle*) o el tipo y cantidad de catalizador se puedan mejorar tanto el rendimiento como la conversión.

En el estudio hecho por Encinar et al. (2012), se informó que la cantidad adecuada de KOH es del 0,7% (p/p), bajo condiciones de relación metanol: aceite de 6:1 y frecuencia de 45 kHz, resultando en una conversión máxima del 92,2%. Santana et al. (2016) utilizaron hidróxido de sodio como catalizador y reportaron que el 0,75% es óptimo (con un rendimiento máximo del 86% a una temperatura de 50°C y relación molar de 9:1).

Gandhi et al. (2021a), estudiaron la interacción entre la potencia y el *duty cycle* en la conversión, manteniendo constantes los otros parámetros (tiempo, temperatura, relación metanol:aceite, cantidad de catalizador y frecuencia); Los resultados demostraron que para alcanzar el máximo rendimiento, el *duty cycle* necesario era el mínimo mientras que la potencia requerida era la máxima. El rendimiento más alto fue obtenido con un *duty cycle* del 40% y una potencia de 100 W. Con un *duty cycle* más alto, el proceso de generación de cavitaciones es muy rápido, lo que ocasiona que estas mismas no puedan crecer a una dimensión significativa y provoquen un colapso amortiguado con menor intensidad lo que compromete la conversión.

Para Encinar et al. (2012), la frecuencia del ultrasonido afecta el proceso desde un punto de vista cinético. Observaron que a 45 kHz, el período de inducción es menor y la reacción se

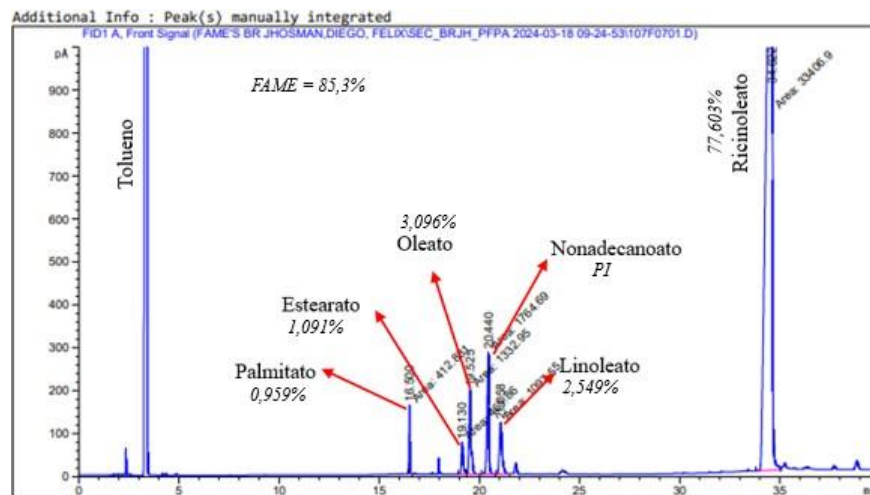
completa más rápido en comparación con 25 kHz, aunque el rendimiento final de la reacción fue similar para ambas frecuencias. Las frecuencias más altas producen burbujas de cavitación más pequeñas con una mayor relación superficie/volumen, efecto que mejora la emulsificación y la tasa de reacción del biodiésel.

### 5.5 Caracterización del biodiésel obtenido

Se midieron diversas propiedades fisicoquímicas de la muestra de biodiésel que mostró la mejor respuesta tras 40 minutos de reacción y una relación molar de 7:1. Este biodiésel presentaba un color amarillo brillante con una tonalidad translúcida y un olor característico (ver Anexo K). A continuación, se presenta el cromatograma obtenido para estas condiciones en donde se aprecia el aporte de cada éster metílico al contenido de FAME total (Ver anexo L).

#### Figura 8.

*Cromatograma obtenido de la muestra de biodiesel a 85,3% de FAME y su composición de ésteres metílicos.*



En la Tabla 9 se presentan las propiedades fisicoquímicas medidas para este biodiésel, comparándolas con el sintetizado por Encinar et al. (2012) e Infante et al. (2024).

**Tabla 9**

*Comparación de las propiedades fisicoquímicas del biodiésel de ricino obtenido por ultrasonido y mediante agitación tradicional.*

Propiedad	Unidad	Valor			Límite	Norma
		Este estudio	Encinar et al. (2012)	Infante et al. (2024)		
%FAME	% p/p	85,30	93,30	84,690	>96,5	EN 14103
Densidad	g/ml	0,932	0,915	0,921	0,86-0,90	EN ISO 3675
Viscosidad cinemática 40°C	cSt	14,230	15,80	8,240	3,5-5	EN ISO 3104
Viscosidad dinámica 40°C	cP	9,542	14,457	7,594		
Índice de acidez	mgKOH/g Ac	0,609	0,490	0,270	<0,5	EN 14104

A pesar de que el contenido en FAME obtenido en esta investigación (85,3%) es inferior al valor mínimo que exige la norma (96,5%), no está muy alejado de lo que han reportado otras investigaciones. Infante et al. (2024) obtuvieron un contenido de FAME de 84,69% utilizando un método tradicional de agitación, con 60 minutos de reacción y una relación molar de 6:1 (metanol: aceite). Encinar et al. (2012) obtuvieron un contenido de FAME de 93,3%, superior tanto al valor de este estudio como al de Infante et al. (2024) empleando ultrasonido como método de agitación a 45 kHz, 0,250 kW, RM de 6:1 (metanol:aceite) y KOH al 0,7% p/p. Estas diferencias sugieren que, además del tiempo de reacción y la relación molar, otros factores como la intensidad del ultrasonido podrían configurarse para mejorar el contenido de metil ésteres.

Gandhi et al. (2021a) reportaron porcentajes de FAME inferiores al 80% cuando el tiempo de reacción era inferior a 75 minutos, variando otros factores como la relación molar y el porcentaje de catalizador. Sin embargo, con 120 minutos de reacción y una relación molar de 15:1, alcanzaron un 99% (%p/p) de FAME. De manera similar, Luque de Castro, Dorado et al. (2015) obtuvieron un %FAME máximo de 86,57% con 3 horas de reacción, una relación molar

de 4,87 y un %Cat. de 1,4% (%p/p) a 20 kHz de frecuencia de agitación. Estos estudios indican que aún existen márgenes de mejora en las condiciones de reacción, y que el incremento del tiempo de reacción y/o la relación molar manteniendo fijas las demás variables puede ser una estrategia efectiva para aumentar el %FAME.

El contenido en FAME no permite que el biodiésel obtenido sea usado como combustible. Sin embargo, el uso del biodiésel no se limita a ser un combustible convencional. Benavides, Quintero, & Ariza, (2011) estudiaron la diversificación del uso del biodiésel de aceite de palma como fase continua en lodos de perforación. Un área donde propiedades como la densidad pueden ser aprovechadas de manera eficiente. O como lo proponen Sáez-Bastante et al. (2015), quienes plantean la opción de no utilizar el biodiesel como biocombustible puro, sino mezclado en bajas proporciones con gasóleo o biodiesel de distintos aceites vegetales

La densidad es una de las propiedades más importantes de los combustibles, debido a que los sistemas de inyección, bombas e inyectores deben suministrar el combustible con la máxima precisión, con el propósito de que la combustión se produzca de forma adecuada (Dzida y Prusakiewicz, 2008). Se sabe que esta propiedad depende tanto de la composición de los ésteres metílicos como de la pureza del combustible; de ahí que esta propiedad se vea influida principalmente por la elección del aceite vegetal y, en cierta medida, por los pasos de purificación aplicados (Predojevic, 2008).

La densidad del biodiésel de aceite de ricino obtenido aplicando ultrasonido en este estudio presenta un valor de 932,8 kg/m<sup>3</sup>, superior al rango de 860-900 kg/m<sup>3</sup> que establece la norma europea. Tanto Encinar et al. (2012) como Infante et al. (2024) reportaron un valor similar de 915 y 921,7 kg/m<sup>3</sup> respectivamente. Esto se debe a la presencia mayoritaria del ricinoleato de metilo en el biodiésel. El ricinoleato contiene un grupo hidroxilo y un doble enlace en su

composición, que permiten una mayor unión entre las moléculas, reflejándose en una densidad más elevada (Scholz y da Silva, 2008).

La densidad elevada limita su uso directo como combustible en motores convencionales, por lo que no es recomendable. Gordillo (2014) en su estudio explica que los fluidos de perforación a base de aceite (emulsión inversa) se pueden preparar con biodiésel con densidad entre  $838,785 \text{ kg/m}^3$  y  $2636,18 \text{ kg/m}^3$ . La alta densidad del biodiésel resulta útil, ya que los lodos a base de aceite resultantes son más fácilmente controlados mientras se perfora. A mayor profundidad del pozo, generalmente se requiere una densidad mayor del biodiésel para controlar la presión de formación, por lo cual se opta por utilizar densificantes en la mezcla agua:biodiésel como: barita, hemalita, carbonato de calcio entre otros, dependiendo de los requisitos de perforación.

La viscosidad es una propiedad crucial para el uso del biodiésel, ya que influye tanto en la eficiencia de la inyección como en la combustión en el motor. Una mayor viscosidad genera más arrastre en la bomba de inyección, lo que resulta en mayores presiones y volúmenes de inyección, especialmente a bajas temperaturas de funcionamiento del motor, lo que puede llevar a un aumento de las emisiones de NOx debido a las temperaturas máximas de combustión más altas (Pinzi, Garcia., Lopez-Gimenez, Luque de Castro, Dorado, & Dorado, (2009).

En este estudio, la viscosidad cinemática del biodiésel de ricino a  $40^\circ\text{C}$  fue de  $14,23 \text{ cSt}$ , similar a los  $14,3 \text{ cSt}$  y  $15,8 \text{ cSt}$  reportados por Deep et al. (2016) y Encinar et al. (2012) respectivamente. Estos valores superan los límites de viscosidad entre  $3,5$  y  $5,0 \text{ cSt}$  establecidos por la norma EN 14214, lo que hace que el biodiésel de ricino no cumpla con los requisitos normativos para ser utilizado como combustible. Sin embargo, puede ser utilizado como materia prima para producir biolubricantes como lo hicieron en su trabajo Infante et al. (2024) en donde

sometieron el biodiésel de aceite de ricino a una segunda etapa de transesterificación, con trimetilpropano (TMP) como reactivo límite, para producir metanol y ésteres de piliol (biolubricante). Estos últimos reportaron una viscosidad cinemática de 8,24 cSt en el biodiesel, también por encima de los límites normativos, aunque inferior a la obtenida en esta investigación.

Al igual que la densidad, la alta viscosidad se debe al ricinoleato de metilo, el cual contiene en su cadena carbonada un grupo OH capaz de formar puentes de hidrógeno (Berman, Nizri, & Wiesman, 2011).

Para reducir la viscosidad y cumplir con los estándares, una opción es mezclar el biodiésel de ricino con biodiésel de otras fuentes menos viscosas, como el aceite de palma o soja, lo que podría disminuir la viscosidad general del producto final (Agarwal, Das et al., 2010). Otra posibilidad es modificar las condiciones de reacción, aumentando la temperatura de reacción o utilizando un catalizador diferente para obtener ésteres metílicos con cadenas más cortas y menos ramificadas, lo que podría reducir la viscosidad, e incorporar aditivos como el acetato de etilo o el etanol en pequeñas cantidades (Leung, Wu et al., 2010; Knothe, 2006).

El índice de acidez es una medida de la concentración de ácidos grasos libres (AGL) que puede verse afectada por la posible contaminación del biodiésel con ácidos minerales residuales. La presencia de AGL en el biodiésel podría aumentar la capacidad de corrosión del combustible y favorecer la formación de depósitos en el motor, particularmente en los inyectores, al catalizar la polimerización en caliente; aunque por su carácter débil, presentan riesgos mucho más bajos que los ácidos minerales fuertes (Cvengroš, 1998).

En este estudio, el índice de acidez calculado fue de 0,609 mgKOH/gaceite, superando el límite de 0,5 mgKOH/gaceite establecido por la norma EN 14104, lo que hace que el biodiésel no cumpla con los requisitos normativos, este valor pudo ser consecuencia de una eliminación incompleta de subproductos como ácidos grasos libres o restos de catalizador en la etapa de lavado lo cual podría haber incrementado el índice de acidez. Por su parte, Encinar et al. (2012) e Infante et al. (2024) obtuvieron un índice de acidez de 0,49 y 0,27 mgKOH/gaceite respectivamente, cumpliendo con la norma.

Para reducir el índice de acidez y cumplir con los estándares, una opción es realizar una esterificación previa de los AGL con un catalizador ácido (como el ácido sulfúrico), lo que podría disminuir significativamente el índice de acidez antes de la transesterificación (Canakci y Van Gerpen, 2001). Otra posibilidad es mejorar el proceso de purificación, agregando etapas adicionales o incluir un sistema de agitación en el lavado para eliminar los AGL residuales y otros compuestos ácidos que se hayan formado durante la reacción (Zhou y Boocock, 2006). Además, el uso de catalizadores heterogéneos como la zeolita podría reducir la formación de subproductos ácidos, disminuyendo así el índice de acidez del biodiésel (Sharma, Singh, & Gupta, 2011).

### **5.5.1 Análisis termogravimétrico del biodiésel y del aceite.**

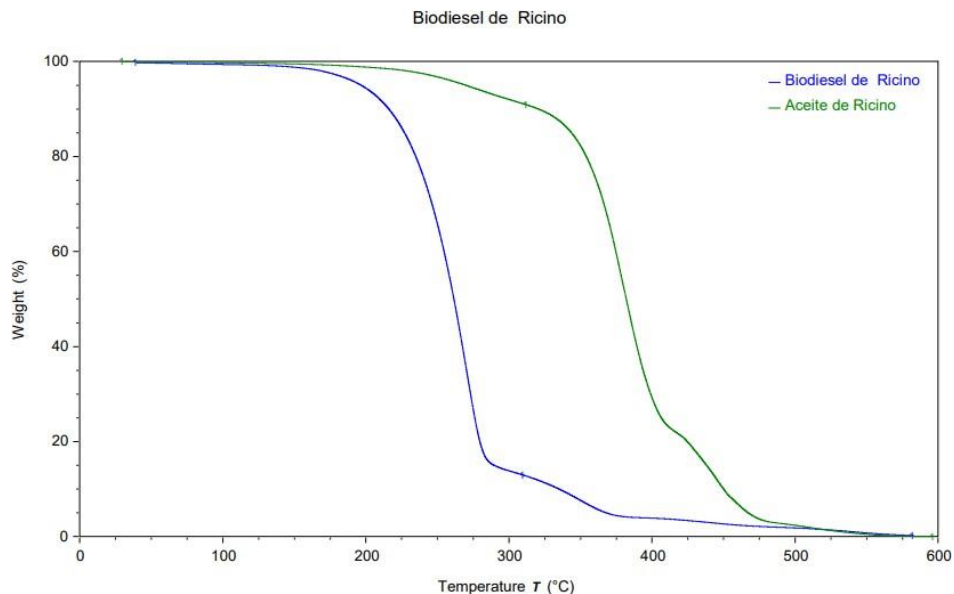
El análisis termogravimétrico (TGA) de la muestra de biodiésel obtenida a 40 minutos de reacción y una relación molar de 7:1 y del aceite de ricino utilizado como materia prima, proporciona información crucial sobre su estabilidad térmica y su susceptibilidad a la oxidación.

El gráfico de TGA del aceite de ricino revela que la descomposición principal ocurre entre 300°C y 450°C, lo que sugiere una estabilidad térmica notable a temperaturas inferiores.

Este comportamiento es consistente con lo reportado por Baroutian, Aroua, Raman, & Sulaiman, (2010)., quienes encontraron que los triglicéridos en aceites vegetales comienzan a descomponerse significativamente a partir de los 300°C, con la degradación de los ácidos grasos principales.

### Figura 9

*Prueba TGA del aceite de ricino y del biodiésel de ricino a 40 min y RM 7:1*



En comparación, el biodiésel de ricino muestra una descomposición principal entre 200°C y 300°C. Este comportamiento es característico de los ésteres metílicos y está en línea con lo reportado por Sousa, Lucena, & Fernandes, (2010), quienes observaron que el biodiésel derivado de diferentes aceites tiende a descomponerse más rápidamente que sus aceites originales debido a la menor estabilidad térmica de los ésteres metílicos.

Al comparar la estabilidad térmica del aceite y el biodiésel de ricino, se observan diferencias clave que también han sido documentadas en estudios anteriores: El aceite de ricino, con su estabilidad térmica a temperaturas más elevadas, refleja la complejidad estructural de los triglicéridos, como se ha señalado en investigaciones de Demirbas, (2008). El biodiésel de ricino,

con su descomposición más rápida a temperaturas más bajas, confirma lo observado en estudios como el de Atadashi, Aroua, & Aziz, (2010).

El comportamiento térmico observado en el TGA tiene importantes implicaciones para las condiciones de almacenamiento del biodiésel de ricino. La rápida descomposición a temperaturas más bajas indica que debe almacenarse cuidadosamente, evitando la exposición a altas temperaturas, para mantener su calidad. Estudios como el de Fangrui & Milford, (1999) enfatizan la importancia de este manejo adecuado en la preservación de la eficiencia del biodiésel.

El análisis TGA del aceite y biodiésel de ricino, en comparación con otros estudios, confirma su comportamiento térmico esperado. El aceite de ricino muestra mayor estabilidad térmica a altas temperaturas, mientras que el biodiésel de ricino es menos estable térmicamente.

## **6 Conclusiones**

El aceite de ricino, también conocido como aceite de higuera, se presenta como una opción interesante para la síntesis de biodiésel debido a sus propiedades fisicoquímicas. Su bajo contenido de ácidos grasos libres (AGL) permite su uso en la transesterificación sin necesidad de pretratamiento. Además, este aceite es beneficioso ya que la reacción se puede llevar a cabo a temperatura ambiente, lo que reduce los costos energéticos y mejora la sostenibilidad del proceso de producción de biodiésel.

El biodiésel obtenido no cumple con las condiciones requeridas para ser utilizado como combustible. Sin embargo, se identificaron posibles aplicaciones para uso como materia prima para la producción de biolubricantes, como material de fase continua en lodos de perforación de emulsión inversa o como aditivo en biocombustibles provenientes de otros aceites vegetales.

Tanto el aumento del tiempo de reacción como de la relación molar (RM) tuvieron un efecto positivo en el contenido de ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) en el biodiésel producido mediante transesterificación asistida por ultrasonido de aceite de ricino. No obstante, podrían existir configuraciones alternativas de estas y otras variables que potencialmente influyan de manera aún más significativa en el contenido de FAME.

Las condiciones experimentales que produjeron los mejores resultados para la síntesis de biodiésel de aceite de ricino mediante la aplicación de ultrasonido fueron 40 minutos de reacción y una relación molar de 7:1, utilizando una concentración de KOH del 1% (p/p), a temperatura ambiente y una frecuencia de ultrasonido de 37 kHz. Bajo estas condiciones, se logró un rendimiento de biodiésel respecto al aceite del 88,774% (p/p) y un contenido de metil ésteres del 85,30% (p/p).

La aplicación de ultrasonido en la transesterificación del aceite de ricino resultó en un incremento del 0,61% en el contenido de FAME en el biodiésel, en comparación con el proceso tradicional de agitación, además de reducir 20 minutos el tiempo de reacción. Estos resultados demuestran que el uso de ultrasonido no solo mejora la velocidad del proceso, sino que también ofrece ventajas frente al método tradicional. Sin embargo, dado que no se alcanzó el equilibrio químico en las condiciones experimentales, existe un margen significativo para optimizar las variables del proceso y mejorar el rendimiento global.

## **7 Recomendaciones**

Se sugiere que en futuras investigaciones se estructure un diseño experimental que explore un rango más amplio de las variables de operación estudiadas. Además, sería beneficioso considerar nuevas configuraciones de variables, como la potencia y frecuencia del equipo de ultrasonido, el tipo y cantidad de catalizador, así como la temperatura de reacción, entre otras. Estas adiciones podrían contribuir a optimizar el proceso de producción de biodiésel.

Se recomienda probar el método de transesterificación asistida por ultrasonido con otros aceites vegetales, como el aceite de palma, aceite de soja y aceites de desecho, para evaluar la versatilidad y eficacia del proceso en diferentes escenarios.

Es fundamental desarrollar un método de estandarización propio para determinar con precisión la cantidad de FAME en el biodiésel, ya que la norma EN 14103 puede presentar dificultades al evaluar el contenido de metil ésteres en aceites vegetales con composiciones particulares. Para lograrlo, se debe realizar una calibración en el cromatógrafo utilizando un patrón interno, lo que permitirá obtener una ecuación específica que facilite una medición más exacta y confiable del contenido de FAME en diferentes tipos de aceites.

## 8 Referencias bibliográficas

- Alhama López, F., & Trillo Márquez, D. (2020). Problemas inversos en mecánica de fluidos y transferencia de calor: Aplicación del Análisis Dimensional en Series Temporales (ADST). Universidad Politécnica de Cartagena. <https://repositorio.upct.es/handle/10317/9655>
- Álvarez, G., & Montoya, A. (Eds.). (2015). IX Congreso Nacional de Ingeniería Termodinámica: *Libro de actas*. Universidad Politécnica de Cartagena.
- Atadashi, I. M., Aroua, M. K., & Aziz, A. A. (2010). High quality biodiesel and its diesel engine application: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 14(7), 1999-2008.
- Avellaneda Vargas, 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 doctoral, Universitat Rovira i Virgili).
- Baquero Parra, M. A. (2017). Desarrollo de un prototipo de sistema fotovoltaico autónomo para zonas no interconectadas.
- Baroutian, S., Aroua, M. K., Raman, A. A. A., & Sulaiman, N. M. N. (2010). A packed bed membrane reactor for production of biodiesel using activated carbon-supported catalyst. *Bioresource Technology*, 101(18), 7027-7033.
- Benavides F, Quintero J & Ariza E (2011). Estudio de factibilidad del uso del biodiesel como fase continua en lodos de perforación de emulsión inversa. *Revista Fuentes: El Reventón Energético*. <https://revistas.uis.edu.co/index.php/revistafuentes/article/view/2421/2754>
- Berman, P., Nizri, S., & Wiesman, Z. (2011). Castor oil biodiesel and its blends as alternative fuel. *Biomass and Bioenergy*, 35(7), 2861-2866. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.03.038>
- Borges, M. E., & Díaz, L. (2012). Recent developments on heterogeneous catalysts for biodiesel production by oil esterification and transesterification reactions: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(5), 2839-2849.
- Buitrago, L. (2023). Análisis de la implementación de energías renovables en Colombia <https://repository.universidadean.edu.co/bitstream/handle/10882/12734/BuitragoLuis2023.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Bustamante, S. J. (2021, 20 julio). Síntesis de biodiésel asistida por ultrasonidos a partir de aceites vegetales no comestibles. <https://repositorio.upct.es/handle/10317/9655>.
- Canakci, M., & Van Gerpen, J. (2001). Biodiesel production from oils and fats with high free fatty acids. *Transactions of the ASAE*, 44(6), 1429-1436. <https://doi.org/10.13031/2013.7010>

- Carrino, L., Visconti, D., Fiorentino, N., Fagnano (2020). Biofuel production with castor bean: A win-win strategy for marginal land. *Agronomy*, 10(11), 1690.  
[https://www.researchgate.net/publication/345311228\\_Biofuel\\_Production\\_with\\_Castor\\_Bean\\_A\\_Win-Win\\_Strategy\\_for\\_Marginal\\_Land](https://www.researchgate.net/publication/345311228_Biofuel_Production_with_Castor_Bean_A_Win-Win_Strategy_for_Marginal_Land)
- Castro-Martínez, C., Beltrán-Arredondo, L. I., & Ortiz-Ojeda, J. C. (2012). Producción de biodiesel y bioetanol: ¿una alternativa sustentable a la crisis energética. *Ra Ximhai*, 8(3), 93-100.
- Cavalcante, F., Simao, N., Falcão, I., da Silva Sousa J., Junior, L., (2021). da Silva Sousa P., Rocha, T., Germano de Sousa, I., de Lima Gomes, P., Opportunities for improving biodiesel production via lipase catalysis. *Fuel*, 288, 119577.  
<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119577>
- Cerveró, J. M., Coca, J., & Luque, S. (2008). Production of biodiesel from vegetable oils. *Grasas y aceites*, 59(1), 76-83.
- Colombia. Congreso de la República. (2004). Ley 939 de 2004, por la cual se dictan disposiciones sobre la producción y comercialización de biocombustibles en Colombia.
- Consejo económico y social de las Naciones Unidas. (2020). El papel de los combustibles fósiles en un sistema energético sostenible. *The United Nations Chronicle*.  
<https://www.un.org/es/chronicle/article/el-papel-de-los-combustibles-fosiles-en-un-sistema-energetico-sostenible>
- Cvengroš, J. (1998). Acidity and corrosiveness of methyl esters of vegetable oils. *Lipid/Fett*, 100(1), 41-44.
- da Costa Barbosa, D., Serra, T. M., Meneghetti, S. M. P., & Meneghetti, M. R. (2010). Biodiesel production by ethanolysis of mixed castor and soybean oils. *Fuel*, 89(12), 3791- 3794.
- de Araújo, C. D. M., de Andrade, C. C., e Silva, E. D. S., & Dupas, F. A. (2013). Biodiesel production from used cooking oil: A review. *Renewable and sustainable energy reviews*, 27, 445-452.
- Deep, A., Sandhu, S. S., & Chander, S. (2016). Optimization of reaction parameters of transesterification for castor oil. *Indian Journal of Engineering & Materials Sciences*, 23(1), 69-75.
- Demirbas, A. (2008). Biodiesel: A realistic fuel alternative for diesel engines. Springer Science & Business Media.
- Dzida, M., & Prusakiewicz, P. (2008). The effect of temperature and pressure on the physico-chemical properties of petroleum diesel oil and biodiesel fuel. *Fuel*, 87(10-11), 1941-1948. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2007.10.015>

- Elango, R. K., K. Sathiasivan, C. Muthukumaran, V. Thangavelu, M. Rajesh, and K. Tamilarasan. 2019. Transesterification of Castor Oil for Biodiesel Production: Process Optimization and Characterization. *Microchemical Journal* 145:1162–68.
- Encinar, J. M., González, J. F., & Pardal, A. (2012). Transesterification of castor oil under ultrasonic irradiation conditions: Preliminary results. *Fuel Processing Technology*, 103, 9-15. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.04.010>
- Fangrui, M., & Milford, A. H. (1999). Biodiesel production: A review. *Bioresource Technology*, 70(1), 1-15.
- Fangrui, M., & Milford, A. H. (1999). Biodiesel production: A review. *Bioresource Technology*, 70(1), 1-15.
- Gandhi, S. S., & Gogate, P. R. (2021a). Intensified transesterification of castor oil using ultrasonic horn: response surface methodology (RSM) based optimization, *International Journal of Green Energy*, DOI: 10.1080/15435075.2021.1911808
- Gandhi, S. S., & Gogate, P. R. (2021b). Process intensification of fatty acid ester production using esterification followed by transesterification of high acid value Mahua (Lluppai Ennai) oil: Comparison of the ultrasonic reactors. *Fuel*, 294, Article 120560. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.120560>
- González-Flores, M. A., Soto-Regalado, E., & Franco-Gómez, N. (2019). Innovaciones educativas mediadas por tecnología en educación superior. *Espacios en Blanco. Revista de Educación*, 29(2), 9-34. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=43019325001>
- Gordillo F (2014). Estudio de la factibilidad del uso del biodiesel de aceite vegetal como base continua en fluidos de perforación de emulsión inversa. *Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutierrez*. [http://repositoriodigital.tuxtla.tecnm.mx/xmlui/bitstream/handle/123456789/2877/MDRP\\_IQ2014004.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://repositoriodigital.tuxtla.tecnm.mx/xmlui/bitstream/handle/123456789/2877/MDRP_IQ2014004.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
- Gutiérrez, H., & De la vara, R. (2012). Análisis y Diseño de Experimentos. [https://www.researchgate.net/publication/44401609\\_Analisis\\_y\\_Disenos](https://www.researchgate.net/publication/44401609_Analisis_y_Disenos)
- Infante, C., & Cristancho, D. (2024). Obtención de una base biolubricante a partir de la transesterificación inversa de aceite de ricino (Tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.
- Issariyakul, T., & Dalai, A. K. (2014). Biodiesel from vegetable oils. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 446-471.

- Ji, J., Wang, J., Li, Y., Yu, Y., Xu, Z., & Luo, H. (2006). Continuous production of biodiesel from soybean oil using supercritical methanol in an ultrasonic field. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 45(8), 711-715.
- Jin, Y., Zeng, X., Huang, J., & Yu, Z. (2006). Evaluación del proceso de digestión anaerobia de lodos de papel de imprenta en condiciones termofílicas. *Bioresource Technology*, 97(7), 907-913. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.03.028>
- Kawaguchi, H., & T. K. (2009). Ultrasonic Processing of Liquids: A Review of Applications. *Materials Science and Engineering*, 63(1), 105-123.
- Keera, S. T., El Sabagh, S. M., & Taman, A. R. (2018). Castor oil biodiesel production and optimization. *Egyptian journal of petroleum*, 27(4), 979-984.
- Knothe, G. (2006). Analyzing biodiesel: Standards and other methods. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(10), 823-833. <https://doi.org/10.1007/s11746-006-5033-y>
- Kumar, D., & Ali, A. (2012). Ultrasound-assisted transesterification of Jatropha curcas oil using solid catalysts for the biodiesel production. *Energy Conversion and Management*, 52(8-9), 2877-2883.
- Laajimi, H., Zorainy, M. Y., Schieppati, D., & Boffito, D. C. (2023). Sonocatalytic Biodiesel Transesterification to Produce a Lubricant. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 62(1), 267–278. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.2c03766>
- Lam, M. K., Lee, K. T., & Mohamed, A. R. (2010). Homogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel: A review. *Biotechnology Advances*, 28(4), 500-518. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2010.03.002>
- Leung, D. Y. C., Wu, X., & Leung, M. K. H. (2010). A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Applied Energy*, 87(4), 1083-1095. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.10.006>
- Lombeida Lincango, N. A. (2015). Diseño de un reactor tipo batch para la obtención de biodiesel a partir de aceite de ricino (*Ricinus communis*) (Tesis de pregrado, Quito, 2015.).
- Luna, F. M. T., Salmin, D. C., Santiago, V. S., Maia, F. J. N., Silva, F. O. N., Mazzetto, S. E., & Cavalcante, C. L. (2019). Oxidative Stability of Acylated and Hydrogenated Ricinoleates Using Synthetic and Natural Antioxidants. *Journal of Chemistry*, 2019. <https://doi.org/10.1155/2019/3973657>
- Magalhães, R., & Steffen Jr., V. (2019). Simplified mechanical design procedure for thermoelectric generators. *ChemEngineering*, 3(1), 18. <https://www.mdpi.com/2305-7084/3/1/18>

- Malani, Umriwad, S. B., Kumar, K., Goyal, A., & Moholkar, V. S. (2019). Ultrasound–assisted enzymatic biodiesel production using blended feedstock of non–edible oils: Kinetic analysis. *Energy Conversion and Management*, 188, 142–150. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.03.052>
- Marchetti, J. M., Miguel, V. U., & Errazu, A. F. (2007). Possible methods for biodiesel production. *Renewable and sustainable energy reviews*, 11(6), 1300-1311.
- Martínez, G., Sánchez, N., Encinar, J. M., & González, J. F. (2014). Fuel properties of biodiesel from vegetable oils and oil mixtures. Influence of methyl esters distribution. *Biomass and Bioenergy*, 63, 22-32.
- Miao, X., & Wu, Q. (2006). Biodiesel production from heterotrophic microalgal oil. *Bioresource technology*, 97(6), 841-846.
- Mofijur, M., Atabani, A. E., Masjuki, H. H., Kalam, M. A., & Masum, B. M. (2013). A study on the effects of promising edible and non-edible biodiesel feedstocks on engine performance and emissions production: A comparative evaluation. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 23, 391-404. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.03.013>
- Naju, D. E., & Ahmad, A. L. (2012). "Optimization of palm oil transesterification by ultrasonic assisted process: A response surface methodology approach." *Fuel*, 93, 280-286. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.11.015>
- Neupane, D. (2023). Biofuels from renewable sources, a potential option for biodiesel production. *Bioengineering*, 10(3), Article 379. <https://doi.org/10.3390/bioengineering10030379>
- Pehnt, M., & Henkel, J. (2011). Life cycle assessment of carbon nanotubes: Prospects of an emerging technology. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(8), 4246-4257. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.07.015>
- Pinzi, S., Garcia, I. L., Lopez-Gimenez, F. J., Luque de Castro, M. D., Dorado, G., & Dorado, M. P. (2009). The ideal vegetable oil-based biodiesel composition: A review of social, economical and technical implications. *Energy & Fuels*, 23(5), 2325-2341. <https://doi.org/10.1021/ef801098a>
- Predojevic, Z. J. (2008). The production of biodiesel from waste frying oils: A comparison of different purification steps. *Fuel*, 87(15-16), 3522-3528.
- Sáez-Bastante, J., Pinzi, S., Jiménez-Romero, F. J., De Castro, M. L., Priego-Capote, F., & Dorado, M. P. (2015). Synthesis of biodiesel from castor oil: Silent versus sonicated methylation and energy studies. *Energy Conversion and Management*, 96, 561-567. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2015.03.010>

- Sánchez, N. S. (2015). Obtención de biodiésel mediante transesterificación de aceite de ricino y grasas animales: Aprovechamiento energético de la glicerina como subproducto del proceso. [https://dehesa.unex.es/bitstream/10662/3085/1/TDUEX\\_2015\\_Sanchez\\_Sanchez.pdf](https://dehesa.unex.es/bitstream/10662/3085/1/TDUEX_2015_Sanchez_Sanchez.pdf)
- Santana, H. S., Tortola, D. S., Reis, É. M., Silva, J. L., & Taranto, O. P. (2016). Transesterification reaction of sunflower oil and ethanol for biodiesel synthesis in microchannel reactor: Experimental and simulation studies. *Chemical Engineering Journal*, 306, 467-475. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.05.122>
- Scholz, V., & da Silva, J. N. (2008). Prospects and risks of the use of castor oil as a fuel. *Biomass and Bioenergy*, 32(2), 95-100. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2007.09.007>
- Sharma, Y. C., Singh, B., & Gupta, S. N. (2011). Application of an efficient nonconventional heterogeneous catalyst for biodiesel synthesis from *Pongamia pinnata* oil. *Energy & Fuels*, 25(9), 3889-3895. <https://doi.org/10.1021/ef2005152>
- Sousa, L. P., Santos, N. A. M., Azevedo, D. C. S., & Cavalcante, C. L. (2010). Production and characterization of ethyl esters from crambe oil: An alternative feedstock for biodiesel. *Industrial Crops and Products*, 32(3), 501-505.
- Sousa, L., Lucena, I., & Fernandes, F. (2010). Transesterification of castor oil: Effect of the acid value and neutralization of the oil with glycerol. *Fuel Processing Technology*, 91, 194-196. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2009.08.009>
- Stamenković, O., Veličković, A., Veljković, V. (2011). The production of biodiesel from vegetable oils by ethanolysis. Current state and perspectives. *Fuel*, 90(11), 3141-3155. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.06.049>
- Stavarache, C., Vinatoru, M., Maeda, Y., & Asakura, Y. (2005). Ultrasonically driven continuous process for vegetable oil transesterification. *Ultrasonics Sonochemistry*, 12(6), 367-372.
- Trujillo-Mendoza, G. M., & Trujillo-Perilla, E. J. (2020). Evaluación de la relación entre los aspectos térmicos y la generación distribuida en sistemas de energía fotovoltaica. *Energies*, 13(10), 2467. <https://www.mdpi.com/1996-1073/13/10/2467>
- Van Gerpen, J. (2005). Biodiesel processing and production. *Fuel processing technology*, 86(10), 1097-1107.
- Yusoff, N., Abdullah, S. R. S., & Hassan, M. A. (2015). Advances in ultrasound-assisted transesterification for biodiesel production. *Applied Thermal Engineering*, 87, 5-12.
- Zeng, Q. (2021). The lubrication performance and viscosity behavior of castor oil under high temperature. *Green Materials*, 10(2), 51-58. <https://doi.org/10.1680/JGRMA.20.00068>

Zhou, W., & Boocock, D. G. B. (2006). Phase behavior of the base-catalyzed transesterification of soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(12), 1047-1052. <https://doi.org/10.1007/s11746-006-5156-1>

## 9 Anexos

### Anexo A.

*Especificaciones técnicas del equipo utilizado para medir la viscosidad del aceite y del biodiésel*

Especificaciones	Unidades	MCR 72	MCR 92
Cojinete	-	Mecánico	Aire
Motor EC (DC sin escobillas) con codificador óptico de alta resolución	-	✓	✓
Modo rotación	-	✓	✓
Modo oscilación	-	✓ <sup>(1)</sup>	✓
Control de la deformación directo	-	✓	✓
Control de esfuerzo directo	-	✓	✓
Torque máximo	mNm	125	125
Torque mínimo, rotación	μNm	200	1
Torque mínimo, oscilación	μNm	200	1
Resolución del torque	nNm	100	100
Deflexiones angulares, valor fijo	μrad	1 a ∞	1 a ∞
Deflexiones angulares, resolución	Nrad	614	614
Velocidad por etapas, constante de tiempo	Ms	100	100
Deformación por etapas, constante de tiempo	Ms	100	100
Velocidad angular mínima <sup>(2)</sup>	rad/s	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-4</sup>
Velocidad angular máxima	rad/s	157	157
Frecuencia angular mínima <sup>(3)</sup>	rad/s	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-4</sup>
Frecuencia angular máxima	rad/s	628	628
Velocidad mínima (CSS/CSR)	Rpm	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-3</sup>
Velocidad máxima	Rpm	1500	1500
Máximo rango de temperatura	°C	-50 a 400	-50 a 400
SafeGap (Patente austriaca AT 517074), limitador de fuerza normal durante la configuración del gap	-	✓	✓
TruRay™ (Patente EP3220127B1) iluminación que se puede atenuar del área de la muestra	-	✓	✓
Conexiones		USB, Ethernet, RS232, interfaces analógicas, puerto Pt100	
Dimensiones	Mm	380 x 660 x 530	380 x 660 x 530
Peso	Kg	33	33

**Anexo B.***Procedimiento Experimental para la Determinación del Índice de Acidez según la Norma UNE EN ISO 660*

## Procedimiento Experimental

1. Preparación de la muestra
  - Pesar aproximadamente 10 gramos de aceite de ricino en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Registrar el peso exacto de la muestra para su posterior cálculo.
2. Adición de solvente
  - Añadir 50 ml de etanol al 95% al matraz Erlenmeyer que contiene la muestra de aceite. Colocar una barra de agitación en el matraz.
3. Calentamiento y agitación
  - Colocar el matraz Erlenmeyer en el agitador magnético y calentar suavemente hasta que la mezcla esté completamente homogénea. Agitar continuamente durante este proceso.
4. Adición del indicador
  - Añadir 3-4 gotas de fenolftaleína a la solución de aceite y etanol. La fenolftaleína actúa como un indicador, cambiando de color en el punto final de la titulación.
5. Titulación
  - Llenar la bureta con la solución alcohólica de KOH 0.1 M. Registrar el volumen inicial de la bureta.
  - Titular la mezcla de aceite y etanol con la solución de KOH, añadiendo lentamente y agitando constantemente hasta que la solución adquiera un color rosado persistente durante al menos 30 segundos.
  - Registrar el volumen de KOH utilizado al alcanzar el punto final de la titulación.
6. Cálculo del índice de acidez
  - Calcular el índice de acidez utilizando la fórmula:

$$IA = \frac{V * N * 56,1}{m}$$

Donde:

- V es el volumen de la solución de KOH 0.1 M utilizado (en ml).
- N es la normalidad de la solución de KOH.
- 56.1 es el peso equivalente de KOH.

- $m$  es la masa de la muestra de aceite (en gramos).

### *Anexo C*

#### *Procedimiento Experimental para la Determinación del Índice de Saponificación según la Norma UNE EN ISO 3657*

##### Procedimiento Experimental

###### 1. Preparación de la muestra

- Pesar aproximadamente 2 gramos de aceite de ricino en un matraz de bola de 250 ml. Registrar el peso exacto de la muestra para su posterior cálculo.

###### 2. Adición de la solución de KOH

- Añadir 25 ml de la solución alcohólica de KOH 0.5 M al matraz que contiene la muestra de aceite. Colocar una barra de agitación en el matraz.

###### 3. Reflujo de la mezcla

- Conectar el matraz a un refrigerante de reflujo y calentar suavemente en un baño de agua caliente o manta calefactora. Mantener el reflujo durante 60 minutos, agitando ocasionalmente para asegurar una mezcla homogénea.

###### 4. Enfriamiento de la mezcla

- Después del reflujo, dejar enfriar la mezcla a temperatura ambiente.

###### 5. Titulación

- Añadir 1 ml de fenolftaleína como indicador a la mezcla enfriada.
- Titular la mezcla con ácido clorhídrico 0.5 M, añadiendo lentamente y agitando constantemente hasta que el color rosa desaparezca.
- Registrar el volumen de HCl utilizado para neutralizar la mezcla.

###### 6. Titulación en blanco

- Realizar una titulación en blanco siguiendo los mismos pasos, pero sin añadir la muestra de aceite. Añadir 25 ml de la solución alcohólica de KOH 0.5 M al matraz, calentar y titular de la misma manera.

###### 7. Cálculo del índice de saponificación

- Calcular el índice de saponificación utilizando la fórmula:

$$IS = B - \frac{V * N * 56,1}{m}$$

Donde:

- B es el volumen de la solución de HCl 0.5 M utilizado en la titulación en blanco (en ml).
- V es el volumen de la solución de HCl 0,5 M utilizado en la titulación de la muestra (en ml).
- N es la normalidad de la solución de HCl.
- 56,1 es el peso equivalente de KOH.
- m es la masa de la muestra de aceite (en gramos).

**Anexo D***Especificaciones técnicas del baño de ultrasonido utilizado en la síntesis de biodiesel*

Potencia de ultrasonido	37 KHz
Volumen	5,75 l
Dimensiones Externas (Ancho x Prof. x Altura)	365 x 186 x 264 mm
Peso	4,6 Kg
Potencia de calentamiento	400 W
Consumo Total de Corriente	500 W
Dimensiones Gradilla	255 x 115 x 80 mm
Capacidad de la Gradilla	5 Kg
Voltaje	115 V / 60 Hz

*Tomado de: Equipos y Laboratorio, n.d.*

### *Anexo E*

Procedimiento Experimental para la Determinación del Contenido de Ésteres Metílicos de Ácidos Grasos según la Norma EN 14103

#### 1. Introducción

La norma EN 14103 especifica un método para la determinación del contenido de ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) en biodiesel. Este procedimiento experimental describe los pasos necesarios para llevar a cabo esta determinación.

#### 2. Materiales y Reactivos

- Instrumental y Vidriería:
  - Jeringa de vidrio de 10  $\mu$ l y 100  $\mu$ l
  - Matraz volumétrico de 10 ml y 50 ml
  - Vial de inyección para cromatografía de gases (GC)
  - Pipetas volumétricas de 1 ml y 5 ml
- Reactivos:
  - Solución estándar de metil heptadecanoato o nonadecanoato en heptano/tolueno (1 mg/ml)
  - Heptano/Tolueno (grado cromatográfico)
  - Muestra de biodiesel
- Equipos:
  - Cromatógrafo de gases (GC) con detector de ionización de llama (FID), con su respectiva columna capilar y sistema de adquisición de datos.

#### Procedimiento Experimental

##### 1. Preparación de la muestra

- Añadir 250 mg de la muestra de biodiesel en un matraz volumétrico de 10 ml.
- Añadir 10 ml de heptano al matraz volumétrico para diluir la muestra de biodiesel.
- Mezclar bien la solución para asegurar la homogeneidad.

##### 2. Preparación del estándar interno

- Preparar una solución estándar interna pipeteando 0.1 ml de la solución de metil heptadecanoato en un matraz volumétrico de 50 ml.

- Añadir heptano hasta llegar a la marca de 50 ml y mezclar bien.
3. Preparación de la muestra para GC
    - Pipetear 1 ml de la solución de muestra de biodiesel diluida en un vial de inyección para GC.
    - Añadir 100 µl de la solución estándar interna al vial de inyección.
    - Mezclar bien la solución.
  4. Configuración del Cromatógrafo de Gases
    - Ajustar las condiciones del cromatógrafo de gases de acuerdo con las especificaciones recomendadas por el fabricante de la columna. O a lo revisado en la literatura
  5. Inyección de la muestra
    - Inyectar 1 µl de la muestra preparada en el cromatógrafo de gases.
    - Realizar al menos dos inyecciones para asegurar la reproducibilidad.
  6. Análisis de los resultados
    - Identificar y cuantificar los picos correspondientes a los ésteres metílicos de ácidos grasos en el cromatograma.
    - Calcular el contenido de FAME utilizando la siguiente fórmula:

$$C = \frac{\sum(A_X * R_X) - A_{EI}}{A_{EI}} * \frac{W_{EI}}{W} * P * 100$$

Donde:

- $A_X$ , es el área del pico del éster metílico individual X identificado en la muestra de ensayo (desde C6:0 hasta C24:1).
- $R_X$ , es el factor de corrección teórico del detector de ionización de llama (TCF) correspondiente al FAME X relativo al patrón interno (C19:0).
- $A_{EI}$  es el área del pico correspondiente al éster metílico del ácido nonadecanoico.
- $P$  es la pureza del éster metílico del ácido nonadecanoico.
- $W_{EI}$  es la masa del éster metílico de ácido nonadecanoico que se utiliza como patrón interno (mg).
- $W$ , es la masa de la muestra de ensayo (mg).

**Anexo F***Procedimiento Experimental para la Determinación del Índice de Acidez en biodiesel según la Norma EN 14104*

## Procedimiento Experimental

1. Preparación de la muestra
  - Pesar 10 gramos de biodiesel en un matraz de Erlenmeyer de 250 ml. Registrar el peso exacto de la muestra para su posterior cálculo.
2. Preparación de la solución alcohólica de KOH
  - Preparar una solución de KOH 0.1 M disolviendo la cantidad necesaria de hidróxido de potasio en etanol al 95%.
3. Neutralización del etanol
  - Añadir unas gotas de fenolftaleína a 100 ml de etanol al 95% y titular con la solución de KOH 0.1 M hasta que se observe un cambio de color permanente (ligeramente rosado). Este etanol neutralizado se usará en el siguiente paso.
4. Disolución de la muestra
  - Añadir 50 ml de etanol neutralizado al matraz que contiene la muestra de biodiesel. Colocar una barra de agitación en el matraz y agitar hasta que la muestra esté completamente disuelta.
5. Titulación
  - Añadir 3 gotas de fenolftaleína a la mezcla de biodiesel y etanol.
  - Titular con la solución de KOH 0.1 M, añadiendo lentamente y agitando constantemente hasta que se observe un color rosado persistente durante al menos 10 segundos.
  - Registrar el volumen de KOH 0.1 M utilizado para neutralizar la mezcla.
  - Calcular el índice de acidez utilizando la siguiente fórmula:

$$IA = \frac{V * N * 56,1}{m}$$

Donde:

- V es el volumen de la solución de KOH 0.1 M utilizado (en ml).
- N es la normalidad de la solución de KOH.
- 56,1 es el peso equivalente de KOH.
- m es la masa de la muestra de biodiesel (g).

***Anexo G***

En un análisis termogravimétrico (TGA), se mide la cantidad y rapidez del cambio de la masa de una muestra en función de la temperatura o del tiempo en una atmósfera controlada. Esta variación puede ser una pérdida o una ganancia de masa debido a la descomposición, oxidación o deshidratación de la muestra.

Este análisis fue realizado en el equipo Thermogravimetric analyzer TA Instruments 2050 con un incremento en la temperatura de 10°C/min, atmósfera inerte con flujo de aire de 50 ml/min, en un rango de temperatura de 25 a 600°C.

**Anexo H***Planteamiento del diseño experimental*

El diseño central compuesto (DCC) es un diseño de experimentos que se utiliza para ajustar superficies cuadráticas y optimizar variables de respuesta con un número mínimo de experimentos, con el fin de ver con es la interacción de cada una de las variables de operación. El diseño consta de 3 componentes: Una porción factorial, una porción axial y puntos centrales.

En este caso se realiza un DCC variando los siguientes parámetros de operación: Razón molar, tiempo y temperatura.

$$N = 2k + 2k + N_0$$

$N$ , cantidad de experimentos

$N_0$ , réplicas al punto central

$K$ , número de factores del diseño

El ajuste de la distancia de los puntos axiales al punto central se realiza de la siguiente forma:

$$\alpha = F^{1/4}$$

$$F = 2^k$$

$\alpha$ , distancia de los puntos axiales al punto central.

$$N_0 = (\sqrt[2]{F + 2})^2 - F - 2k$$

$\lambda$ , constante que depende del número de factores  $k$ , aunque los puntos centrales se pueden reducir mínimo a 3.

$$\pm\alpha = \frac{X_i - X_0}{X}$$

$$X = \frac{(+)-(-)}{2}$$

$$X = \frac{(+)+(-)}{2}$$

, valor del punto axial (+),

nivel alto

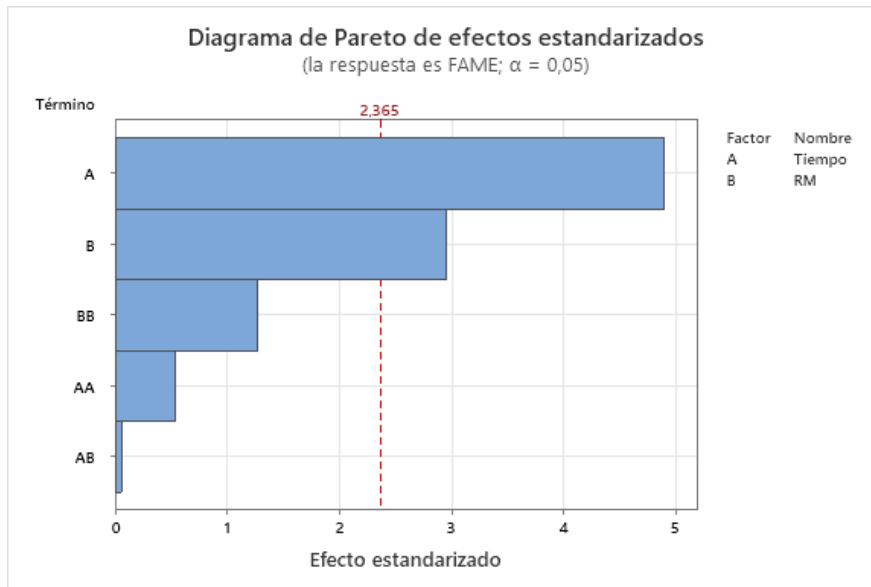
(-), nivel bajo

Niveles del diseño experimental

	Niveles				
Variabes	$-\alpha$	-1	0	1	$\alpha$
Tiempo (min)	16	20	30	40	44
RM	4,6:1	5:1	6:1	7:1	7,4:1

Distribución de la matriz del diseño experimental

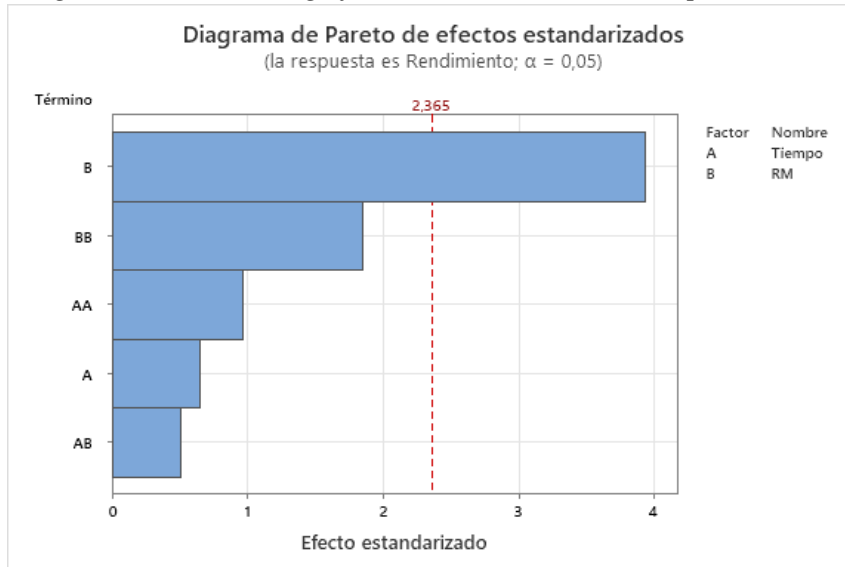
Puntos Centrales		Puntos Factoriales		Puntos axiales	
Tiempo (min)	RM	Tiempo (min)	RM	Tiempo (min)	RM
30	6:1	40	7:1	44	6:1
30	6:1	20	7:1	30	7,4:1
30	6:1	20	5:1	16	6:1
30	6:1	40	5:1	30	4,6:1
30	6:1				

**Anexo I***Diagrama de significancia de los parámetros sobre el contenido de FAME*

Se puede apreciar en el diagrama que solo las interacciones independientes de tiempo y RM son las que tienen una influencia significativa sobre el contenido en FAME.

**Anexo J**

*Diagrama de significancia de los parámetros sobre el rendimiento*



Se puede apreciar en el diagrama que la única interacción significativa sobre el rendimiento es RM.

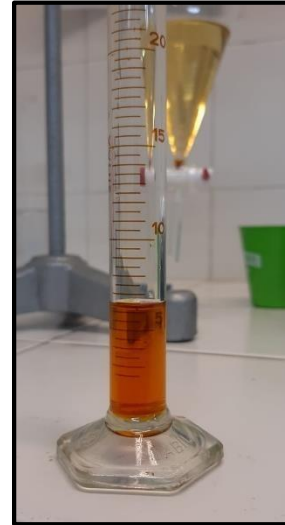
*Anexo K*

*Evidencias fotográficas*

Separación de fases



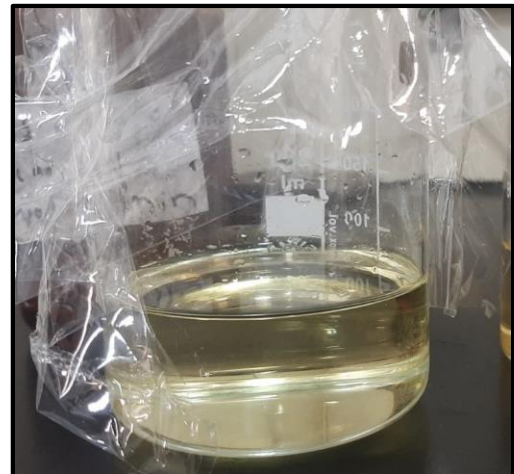
Glicerol resultante



Biodiesel Húmedo



Biodiesel después del secado

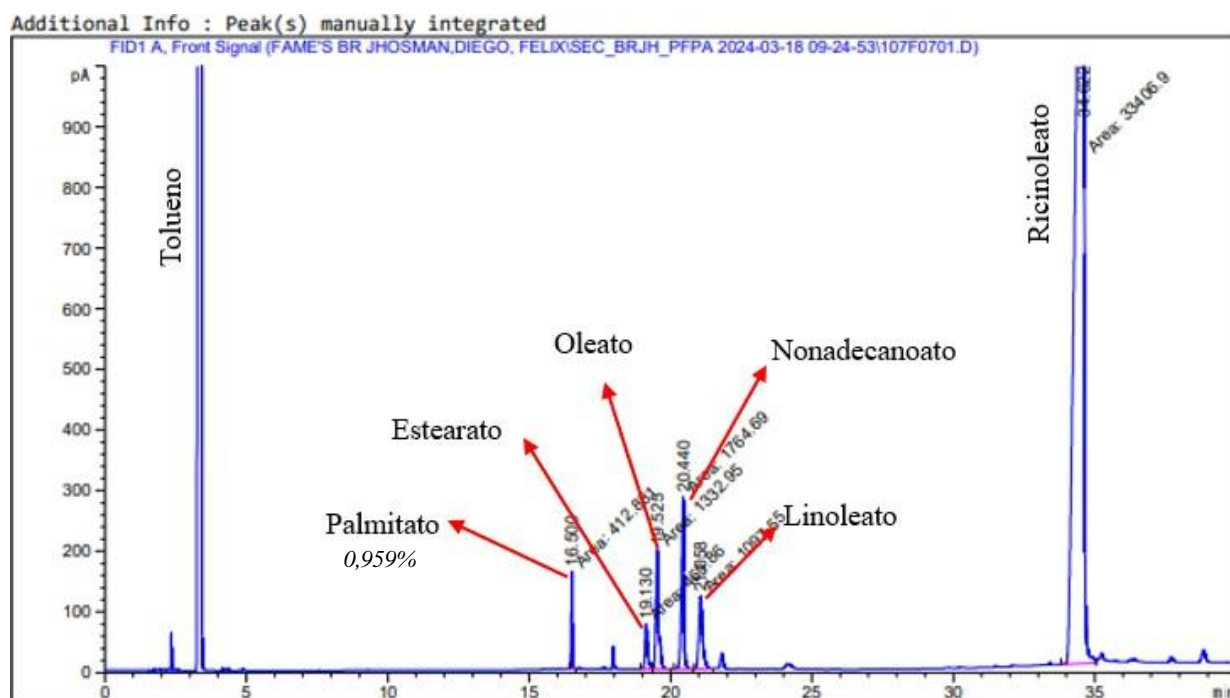


## Anexo L

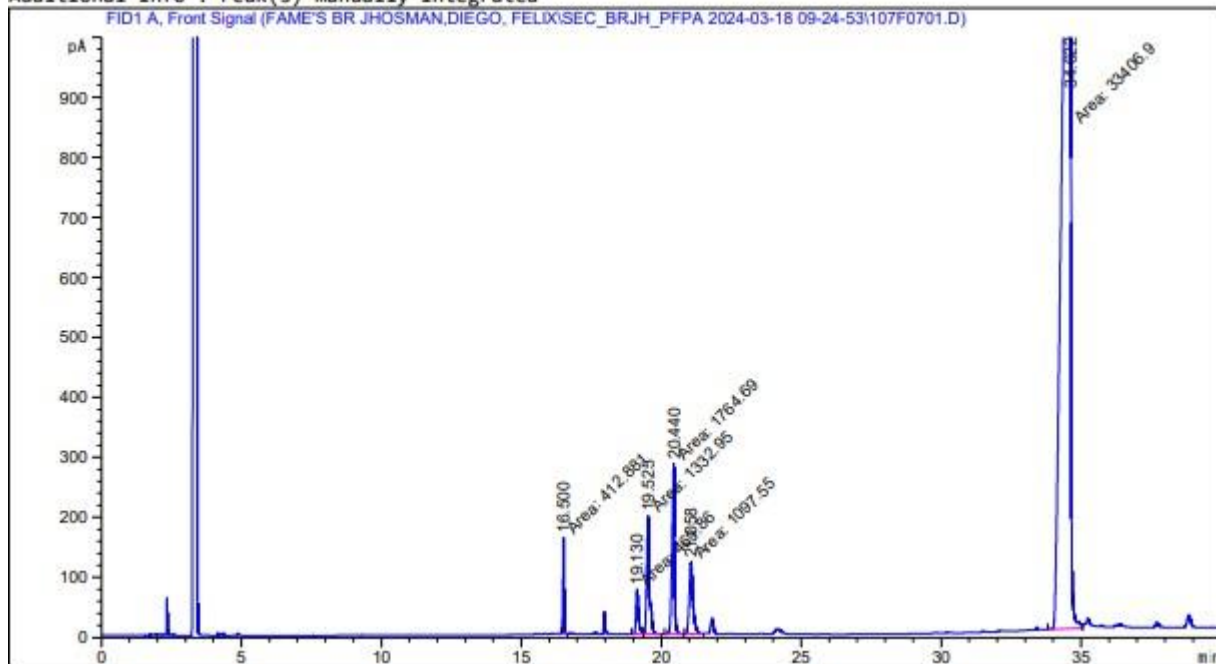
### Cromatograma

Para cada experimento se obtuvieron dos cromatogramas y se calculó el %FAME siguiendo la fórmula descrita en el anexo E. de los dos resultados obtenidos se calculó un promedio. A continuación, se presenta el cromatograma obtenido a 40 min de reacción, una relación molar de 7:1, temperatura ambiente y 1% Cat

(%p/p).



Additional Info : Peak(s) manually integrated



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	16.500	MF	0.0428	412.88098	160.64201	1.07284
2	19.130	MF	0.1051	469.85959	74.50813	1.22089
3	19.525	FM	0.1127	1332.94836	197.07272	3.46357
4	20.440	MM	0.1033	1764.68579	284.63058	4.58540
5	21.058	MM	0.1531	1097.55042	119.49581	2.85190

GC 7890A 3/22/2024 9:27:03 AM SYSTEM

Page 1 of 2

Data File C:\CHEM32\...R JHOSMAN,DIEGO, FELIX\SEC\_BRJH\_PFP A 2024-03-18 09-24-53\107F0701.D

Sample Name: BRJHExp#1AM7K1T27t40minPF

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
6	34.622	MF	0.2983	3.34069e4	1866.20996	86.80539

Totals : 3.84849e4 2702.55923

\*\*\* End of Report \*\*\*

***Anexo M****Estándares y solventes*

Los estándares se destinaron a la identificación y cuantificación de las sustancias de interés, para esta investigación se requirieron estándares para identificar y cuantificar los metil- ésteres presentes en el biocombustible, además de un estándar de referencia o patrón interno. Los reactivos que se emplearon como estándares para el presente estudio son:

- Metil nonadecanoato grado analítico con una pureza del 98 % p/p
- Fenolftaleína referencia Merck.
- Solución hidróxido de potasio al 0,1N.
- Tolueno para cromatografía referencia Merck.