

**ESTUDIO EXPLORATORIO DE LA OBTENCIÓN DE BIOLUBRICANTES A
PARTIR DE BODIESEL DEL SEBO BOVINO.**

YAN CARLOS PRASCA CUELLO

DAMIAN DAVID ORTEGA DÍAZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

**ESTUDIO EXPLORATORIO DE LA OBTENCIÓN DE BIOLUBRICANTES A
PARTIR DE BODIESEL DEL SEBO BOVINO.**

YAN CARLOS PRASCA CUELLO

DAMIAN DAVID ORTEGA DÍAZ

Trabajo de grado para optar el título de Ingeniero Químico

DIRECTOR

FREDY AUGUSTO AVELLANEDA VARGAS

Doctor en Ingeniería Química Ambiental y Procesos

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTA DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BUCARAMANGA

2018

DEDICATORIA

A Dios, porque a Él todo le debo.

A mis padres, Lionel Prasca y Ana Cuello, que con su esfuerzo, dedicación y amor fueron los pilares de este triunfo. Disfrútenlo que todo es por ustedes.

A mi hermano Henry Christopher por su ayuda y compañía durante todo este camino.

A mi familia por siempre creer en mí y apoyarme

A Leidy Pinzón por acompañarme en esta etapa de mi vida haciéndola más alegre.

Y a todos mis amigos por su apoyo y compañía.

Yan Carlos Prasca Cuello

A Dios, porque Él hace que todo sea posible.

A mi mamá Daniris Diaz Quintero por darme la vida, estar siempre conmigo, por hacer de mí una mejor persona.

A mis abuelos Gilberto Ortega y Nolis Polo por brindarme el apoyo para estudiar en esta gran universidad, y ser como mis segundos padres. A mi papá Lewis Ortega por brindarme su apoyo.

A mi tía Nolis Ortega por brindarme amor como si fuera un hijo.

A mis amigos y compañeros de casa, Luis Salcedo, Andrés Prada, Juan Malagón y Diego Molina por siempre encontrar el lado más chévere a la hora de estudiar. Y también a Anggie Andrade, por estar a mi lado y a quien quiero mucho.

Damian David Ortega Diaz.

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander, a la escuela de Ingeniería Química y a todos los profesores por guiarnos durante este proceso de aprendizaje.

Al Ph.D. Fredy Augusto Avellaneda Vargas por darnos la confianza para desarrollar este proyecto a su lado, brindándonos su apoyo y conocimiento en todo momento.

Al grupo de investigación INTERFASE por abrirnos las puertas y facilitarnos el uso de equipos y reactivos necesarios para la realización de este proyecto.

Al grupo de investigación CICTA por facilitarnos los equipos e instrumentos para desarrollar parte esencial de este proyecto.

Al Químico Joaquín Orozco y al Ingeniero Químico Guillermo Acero por la ayuda y colaboración brindada en el laboratorio y la realización de los análisis.

A los técnicos de laboratorio Eduardo y Wilson por la disponibilidad y ayuda brindada cuando se les fue requerida.

A nuestros compañeros de laboratorio, Daniela Rivera, Paula Tello, Ingrid Rojas, Efrén y Elbert por la colaboración y buena compañía durante el desarrollo de este trabajo.

A la empresa HARINAGRO S.A por suministrarnos la materia prima.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. MARCO TEÓRICO	19
1.1. SEBO BOVINO	19
1.2. BIODIESEL	20
1.2.1. Esterificación	20
1.2.2. Transesterificación	20
1.3. BIOLUBRICANTE	21
1.3.1. Propiedades de los biolubricantes	22
2. METODOLOGÍA	24
2.1. CARACTERIZACIÓN MATERIA PRIMA	24
2.2. ESTERIFICACIÓN DEL SEBO BOVINO	24
2.2.1. Montaje de reacción	25
2.3. REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN	25
2.4. OBTENCIÓN DE BIOLUBRICANTE	26
2.4.1. Montaje de reacción biolubricante	26
2.4.2. Pruebas preliminares	27
2.4.3. Diseño experimental	27
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	29
3.1. SEBO BOVINO	29
3.2. SEBO ESTERIFICADO	30

3.3. BIODIESEL.....	30
3.4. BIOLUBRICANTE.....	33
3.4.1. Pruebas preliminares.....	33
3.4.2. Diseño experimental.....	34
3.4.3. Muestra seleccionada.....	37
3.4.4. Análisis infrarrojo.....	39
3.5. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO.....	40
3.6. SUBPRODUCTO SÓLIDO.....	41
4. CONCLUSIONES.....	43
5. RECOMENDACIONES.....	44
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	45
BIBLIOGRAFÍA.....	49
ANEXOS.....	51

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Reacción global de Transesterificación [16].	21
Figura 2. Síntesis de trimetilolpropano éster [10].	22
Figura 3. Montaje de reacción.	25
Figura 4. Montaje de reacción biolubricante.	27
Figura 5. Resultado contenido másico de FAME y rendimiento másico de biodiesel.	31
Figura 6. Efectos principales rendimiento.	32
Figura 7. Efectos principales FAME.	32
Figura 8. Superficie de respuesta.	33
Figura 9. Resultados viscosidad y rendimiento másico del biolubricante.	35
Figura 10. Efectos principales para viscosidad.	37
Figura 11. Espectro infrarrojo del biolubricante.	40
Figura 12. Análisis termogravimétrico (TGA).	41
Figura 13. TGA biolubricante y subproducto sólido.	42
Figura 14. Sebo bovino crudo (anexo A).	51
Figura 15. Sebo esterificado (anexo D).	56
Figura 16. Biodiesel (parte superior) y glicerina (Anexo E).	57
Figura 17. Biolubricante de sebo bovino (anexo F).	58

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Ácidos grasos presentes en el sebo bovino [11].	19
Tabla 2. Propiedades del sebo crudo.	29
Tabla 3. ANOVA biodiesel.	33
Tabla 4. Viscosidades de pruebas preliminares y normas de referencia.	34
Tabla 5. ANOVA biolubricante.	36
Tabla 6. Viscosidad, índice de viscosidad y rendimiento del biolubricante.	39
Tabla 7. DCC biodiesel (anexo B).....	53
Tabla 8. Resultados DCC biodiesel (anexo B).....	54
Tabla 9. DCC biolubricante (anexo C).	55
Tabla 10. Resultados DCC biolubricante (anexo C).	55

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. SEBO BOVINO CRUDO.....	51
ANEXO B. DISEÑO CENTRAL COMPUESTO (BIODIESEL).....	52
ANEXO C. DISEÑO CENTRAL COMPUESTO (BIOLUBRICANTE).....	55
ANEXO D. SEBO ESTERIFICADO.....	56
ANEXO E. BIODIESEL DE SEBO BOVINO.....	57
ANEXO F. BIOLUBRICANTE DE SEBO BOVINO.....	58

GLOSARIO

FAME	Fatty acid methyl ester (Metil esteres de ácidos grasos).
H₂SO₄	Ácido sulfúrico.
KOH	Hidróxido de potasio.
TMP	Trimetilolpropano.
NPG	Neopentilglicol.
PT	Pentaeritritol.
CH₃NaO	Metóxido de sodio.
SE	Sebo esterificado.
RM	Relación molar.
BD	Biodiesel.
Met	Metanol
Cat	Catalizador.
TGA	Análisis termogravimétrico.
ANOVA	Análisis de varianza.
DCC	Diseño central compuesto.

RESUMEN

TÍTULO: ESTUDIO EXPLORATORIO DE LA OBTENCIÓN DE BIOLUBRICANTES A PARTIR DE BIODIESEL DEL SEBO BOVINO*.

AUTORES: DAMIAN DAVID ORTEGA DIAZ**, YAN CARLOS PRASCA CUELLO**.

PALABRAS CLAVES: sebo bovino, esterificación, biodiesel, TMP, biolubricante.

DESCRIPCIÓN:

La actual necesidad del mundo de buscar nuevas materias primas que sean renovables para el área de los biocombustibles motiva la realización de este estudio, el cual tiene como objetivo producir un biolubricante a partir de un subproducto de la industria de la carne como lo es el sebo bovino. Inicialmente es acondicionado el sebo disminuyéndole su índice de acidez hasta un valor de 0.508 mgKOH/gAceite por medio de la reacción de esterificación con una relación molar 7.5:1 metanol:sebo, 1.75% p/p de catalizador (H_2SO_4) a 60 °C durante 150 minutos. Una vez acondicionado el sebo, se procede a realizar un diseño experimental para la producción del biodiesel, en dicho diseño se evalúan los efectos que tiene la relación molar metanol:sebo esterificado y el porcentaje de catalizador (KOH) sobre el contenido de metil ésteres (FAME). Se encuentra el mejor valor de FAME (92.5%) con una relación molar 7.5:1 y 0.75% de catalizador a 60°C durante 120 minutos. Habiendo obtenido el biodiesel se realiza un diseño experimental para producir biolubricante, en el que se estudian los efectos de la relación molar biodiesel:TMP y el porcentaje de catalizador (CH_3NaO) sobre la viscosidad. Como resultado final se obtiene un biolubricante que cumple con los requerimientos de la norma ISO VG32 e ISO VG220 utilizando una relación molar 4:1 y 0.51% de catalizador a 120°C, a una presión de 50 mbar durante 180 minutos.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Director: Fredy Augusto Avellaneda Vargas.

ABSTRACT

TITLE: EXPLORATORY STUDY OF THE OBTAINING OF BIOLUBRICANTS FROM BIODIESEL OF BEEF TALLOW*.

AUTHORS: YAN CARLOS PRASCA CUELLO**, DAMIAN DAVID ORTEGA DIAZ**

KEYWORDS: beef tallow, esterification, biodiesel, TMP, biolubricant.

DESCRIPTION:

The current need of the world to look for new raw materials that are renewable for the area of biofuels motivates the realization of this study, which aims at producing a biolubricant from a by-product of the meat industry such as beef tallow. Initially the tallow is conditioned by decreasing its acid value to a value of 0.508 by means of the esterification reaction with a molar ratio of 7.5: 1 methanol: tallow, 1.75% mass/mass of catalyst (H₂SO₄) at 60 °C for 150 min. Once the tallow is conditioned, an experimental design is made to produce biodiesel. In this design the effects of the methanol: esterified tallow molar ratio and the mass percentage of catalyst on the methyl ester content (FAME) are evaluated. The best value of FAME (92.5%) is found with a 7.5: 1 molar ratio and 0.75% catalyst at 60 °C for 120 minutes. After obtaining the biodiesel, an experimental design is made with it to produce biolubricant, in which the effects of the biodiesel molar ratio: TMP and the percentage of catalyst on the viscosity are studied. As a final result, it is obtained a biolubricant that meets the requirements of the ISO VG32 and ISO VG220 regulations, using a 4: 1 molar ratio and 0.51% catalyst at 120 °C, at a pressure of 50 mbar for 180 minutes.

* Bachelor Thesis

** Faculty of Engineering Physical Chemical. School of Chemical Engineering. Director: Fredy Augusto Avellaneda Vargas

INTRODUCCIÓN

Un lubricante es una sustancia que tiene como objetivo principal reducir el desgaste y la pérdida de calor resultantes del contacto de superficies en movimiento, reducir la oxidación, actuar como aislante en aplicaciones de transformación y como sello contra la suciedad, el polvo y el agua [1]. Las propiedades principales que lo definen son la estabilidad oxidativa, viscosidad, índice de viscosidad, estabilidad térmica, puntos de nube y punto de fusión [2]. Los lubricantes se obtienen a partir de diferentes tipos de materias primas, como lo son las fuentes fósiles (destilados del petróleo), naturales (de aceites vegetales y grasas animales) y sintéticas. Para el año 2007, la producción mundial de lubricantes llegó a la cifra de 41,8 millones de toneladas, presentando un incremento para el año 2015 del 2%. Del total de la producción mundial el 95% corresponden a los lubricantes derivados del petróleo [3]. En Colombia se consumen aproximadamente 50 millones de galones al año, distribuidos en 68% para automotores y 22% en procesos industriales [4].

El sebo bovino es un subproducto de la industria ganadera utilizado principalmente para la producción de jabones, cremas, disolventes y cera para pisos, incluso es empleado como combustible directo en calderas. Cuando se presenta exceso en la producción de sebo, este comúnmente es incinerado o dispuesto en rellenos sanitarios, causando problemas ambientales [5, 6]. Según FEDEGAN fueron sacrificadas en Colombia 3.393.127 cabezas de ganado en el año 2017, y es posible obtener 15 kg de sebo por cabeza de ganado, por lo que se tiene una producción aproximada de sebo en el 2017 de 51000 toneladas [7 8]. Este material graso ha recibido más atención debido a su disponibilidad y bajo costo, ya que según la resolución del Ministerio de agricultura y desarrollo rural No. 000181 del 29 jun de 2017, el precio del aceite crudo de palma tiene un valor de 1,980

\$COP/kg, mientras que el cebo presenta un valor de aproximadamente 1,500 \$COP/kg [6, 9]. Debido a esto el sebo bovino se presenta como materia prima de interés para la producción de biodiesel y aceites lubricantes, dándole valor agregado a esta grasa y reduciendo el impacto ambiental generado por éste [6].

Otro aspecto importante de los lubricantes es el modo de obtención de estos; que en el caso de los biolubricante existen diferentes métodos, siendo la transesterificación de un aceite la posibilidad más común y estudiada debido a que el lubricante obtenido presenta propiedades fisicoquímicas que cumplen con las normas establecidas [3]. La reacción para producir biolubricante se da entre metil ésteres (biodiesel) del aceite (en este caso sebo bovino) y un poliol, en presencia de un catalizador. Los polioles más usados para la reacción de transesterificación son el Neopentilglicol (NPG), Pentaeritritol (PT) y el Trimetilolpropano (TMP). Sin embargo, el más empleado es el TMP, ya que sus productos se caracterizan por presentar propiedades de lubricación superiores [3, 10].

Este proyecto tiene como objetivo principal emplear el sebo bovino como materia prima en la producción de biolubricantes, proceso que ha sido poco estudiado debido a que el enfoque actual es la utilización de materias primas de origen vegetal como palma, jatrofa, canola, ricino, entre otras [2, 3, 10]; además el uso del sebo en la producción de biolubricantes le otorga valor agrado a esta materia, y contribuye a la reducción de los problemas medio ambientales ocasionados por su quema y disposición inapropiada en vertederos sanitarios.

1. MARCO TEÓRICO

1.1. SEBO BOVINO

El sebo bovino es considerado un desecho en el procesamiento del ganado, obtenido del cocimiento de subproductos como huesos, vísceras, piel y grasas, utilizado principalmente en la industria de higiene y limpieza, barnices y lubricantes, y en la farmacéutica. Se caracteriza por ser sólido a temperatura ambiente debido a la alta composición de ácidos grasos saturados de cadena larga contenidos en éste [11] (Tabla 1), presentando punto de fusión entre los 44 y 47°C. Dentro de sus propiedades organolépticas se destaca su color amarillo (ver anexo A) y olor característico al de las grasas. Tiene diferentes grados de calidad que se debe principalmente a los procesos de obtención y al perfil de ácidos grasos que contienen [12].

Tabla 1. Ácidos grasos presentes en el sebo bovino [11].

Denominación	Nombre del ácido	Composición [% másico]
C14:0	Mirístico	2.72
C15:0	Pentadecanoico	0.86
C16:1	Palmítoleico	2.02
C16:0	Palmítico	25.33
C17:0	Heptadecanoico	1.67
C18:2	Linoleico	0.75
C18:1 (cis)	Oleico	29.87
C18:1 (trans)	Elaídico	1.82
C18:0	Estearico	34.70
C20:0	Araquídico	0.28

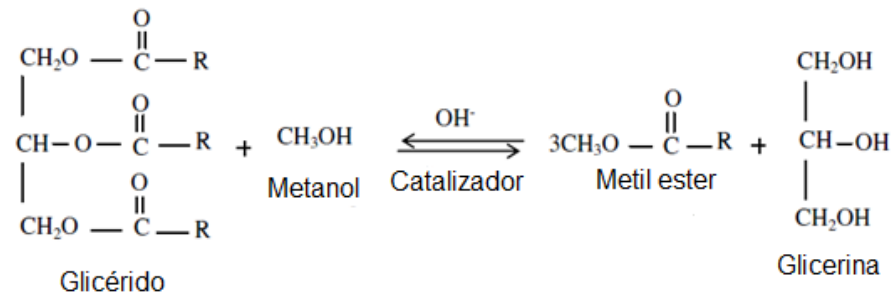
1.2. BIODIESEL

El biodiesel representa la materia prima para la producción del biolubricante, que se define como un metil éster de ácido graso obtenido a partir de la transesterificación de los triglicéridos presentes en los aceites vegetales o grasas animales [13].

1.2.1. Esterificación. Debido a que el sebo crudo presenta un alto índice de acidez (alto contenido de ácidos grasos libres) es necesario realizar un pretratamiento que disminuya este valor, ya que valores superiores a 2.0 mgKOH/gAceite inducen a la formación de jabones durante la reacción de transesterificación. Este proceso se conoce como reacción de esterificación ácida, donde los ácidos grasos libres presentes en el sebo reaccionan con un alcohol (metanol) en presencia de un catalizador ácido (H_2SO_4) [14].

1.2.2. Transesterificación. El sebo tratado (esterificado) está en condiciones para ser transformado en biodiesel mediante la reacción de transesterificación, en la cual los triglicéridos reaccionan con un alcohol en presencia de un catalizador para producir alquil éster de ácidos grasos y como subproducto la glicerina [15].

Figura 1. Reacción global de Transesterificación [16].



Una propiedad muy significativa para el biodiesel es el contenido de metil ésteres de ácidos grasos (FAME), que indica su pureza y cuyo valor debe superar el establecido por la norma NTC 5444 (>96.5%) para ser aceptado como biocombustible [17].

1.3. BIOLUBRICANTE

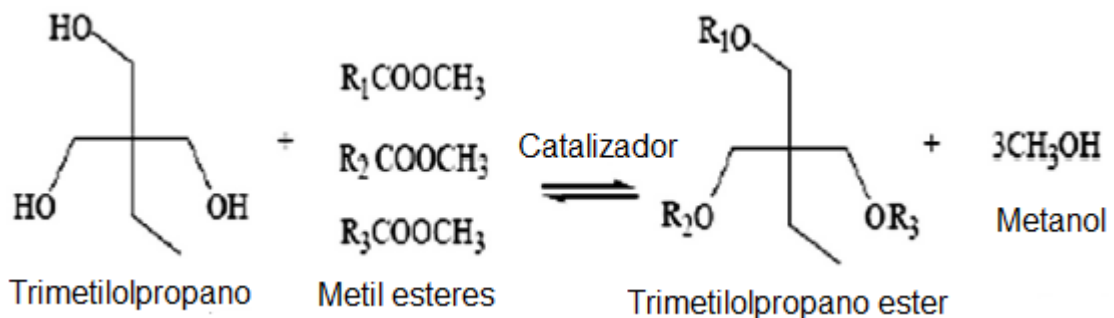
Un lubricante es una sustancia (comúnmente líquida) introducida entre dos superficies en movimiento para reducir la fricción entre ellas, mejorando la eficiencia y reduciendo el desgaste [18]. Pueden ser clasificados según su origen en aceites refinados, que son aquellos que provienen del destilado del petróleo, en aceites sintéticos, desarrollados como productos finales de reacciones que se adaptan según los requisitos, y en aceites naturales, sintetizados a partir de materias primas renovables conocidos como biolubricantes [1].

Biolubricante es el término usado principalmente para referirse a aceites lubricantes derivados de materias primas renovables o biomasa. Las principales características que los diferencian de los lubricantes convencionales a base de petróleo es que no son tóxicos para los seres humanos y pueden biodegradarse en un tiempo relativamente corto [19, 20].

De los métodos estudiados para la producción de biolubricantes la transesterificación inversa de un aceite vegetal o grasa animal es la más empleada, debido a que el producto presenta buenas propiedades de lubricación. Esta metodología utiliza metil ésteres de ácidos grasos (Biodiesel) para hacerlos reaccionar con un alcohol poli hídrico (poliol) en presencia de un catalizador para producir un poliol éster (biolubricante). Los polioles comúnmente usados para esta reacción son el neopentilglicol (NPG), pentaeritritol (PT) y el trimetilolpropano (TMP), siendo este último el más utilizado debido a que el éster resultante se caracteriza por presentar propiedades lubricantes superiores [3, 10, 21].

La producción de biolubricante mediante la transesterificación de un aceite vegetal usando TMP se muestra en la Figura 2.

Figura 2. Síntesis de trimetilolpropano éster [10].



1.3.1. Propiedades de los biolubricantes. Los biolubricantes tienen muchas propiedades fisicoquímicas valiosas y útiles, alta lubricidad, alto índice de viscosidad, alto punto de inflamación y bajas pérdidas por evaporación [1]. A continuación, se da una breve definición de estas propiedades.

Viscosidad: Es la más importante propiedad de un aceite. Esta indica la resistencia a fluir y está directamente relacionada con la temperatura, presión y la formación

de película [1]. La viscosidad cinemática de aceites lubricantes se expresa comúnmente en centistokes [mm^2/s].

Índice de viscosidad: Indica la variación en la viscosidad de un aceite cuando se experimentan cambios de temperatura. Para su cálculo se compara la viscosidad cinemática del aceite (v) con la de dos aceites de referencia (v_1 y v_2). Un alto índice de viscosidad indica pequeños cambios en la viscosidad cuando se experimentan cambios en la temperatura [1, 22].

Estabilidad oxidativa: La estabilidad oxidativa es la capacidad de exhibir resistencia a la tendencia a la formación de óxido, que aumenta cuando aumenta la temperatura. Los contribuyentes más significativos a la oxidación incluyen superficies metálicas, temperatura, contaminantes, presión, agitación y agua. Una baja estabilidad oxidativa indica que el aceite se oxida rápidamente durante el uso si no se trata, se vuelve espeso y se polimeriza a una consistencia similar a la del plástico [1].

Estabilidad térmica: Es la capacidad de resistir las temperaturas de mecanizado y mantener la composición química de los componentes del fluido de proceso. La inestabilidad térmica de un fluido conduce a la descomposición química acelerada bajo la aplicación de calor [1].

2. METODOLOGÍA

2.1. CARACTERIZACIÓN MATERIA PRIMA

La materia prima empleada fue el sebo bovino proporcionado por la empresa Harinagro S.A. ubicada en la ciudad de Bucaramanga-Santander. Los dos lotes de sebo fueron proporcionados en un recipiente cerrado los cuales se almacenaron en un lugar sin luz directa para evitar problemas de oxidación en las muestras.

Se caracteriza el sebo bovino midiendo su densidad usando el método del picnómetro, el índice de acidez (se lleva a cabo a 50°C para garantizar homogeneidad en la muestra) empleando la norma UNE ISO 660, su estabilidad térmica en un analizador Termogravimétrico (TGA) Discovery 5500 TA Instruments en atmosfera inerte y la viscosidad en un reómetro Brookfield DV III.

2.2. ESTERIFICACIÓN DEL SEBO BOVINO

Con el fin de disminuir el índice de acidez de las muestras se realiza la reacción de esterificación empleando las condiciones encontradas por Ramírez, Y. [12] debido a que con estas condiciones se logra disminuir el índice de acidez a valores inferiores al recomendado (2 mgKOH/gAceite); relación molar metanol:sebo de 7.5:1 y un porcentaje de catalizador (H_2SO_4) de 1,25%p/p a 60°C con un tiempo de reacción de 150 minutos y agitación de 500 rpm. Pasado los 150 minutos el producto de reacción es llevado a un embudo de decantación por 120 minutos. Posterior a esto se realizan 5 lavados con agua destilada a 90 °C para eliminar el catalizador y se lleva a un horno a 90 °C por 60 minutos para eliminar las trazas de agua.

Al sebo esterificado se le mide el índice de acidez para comprobar que cumpla con el valor recomendado, y el rendimiento de la reacción medido como los gramos de

sebo esterificado obtenidos por cada 100 gramos iniciales de sebo crudo utilizado (g sebo esterificado/g sebo crudo x 100).

2.2.1. Montaje de reacción. La reacción se lleva a cabo en un balón de fondo plano sumergido en baño maría, con un condensador de reflujo total para evitar pérdidas por evaporación de metanol y un termómetro para el control de la temperatura, sobre una placa de calentamiento bajo agitación magnética. En la Figura 3 se aprecia el montaje.

Figura 3. Montaje de reacción.



2.3. REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN

Para la reacción de transesterificación se evalúan 2 factores, la relación molar metanol:sebo esterificado y el porcentaje de catalizador. Para el estudio de estos se realiza un diseño central compuesto de 2 factores, el cual consta de 4 puntos factoriales, 4 puntos axiales y 1 punto central con 4 réplicas, los cuales se muestran en el anexo B. El tipo de catalizador y las condiciones que se mantienen constantes son tomadas de la bibliografía; temperatura de 60°C, tiempo de

reacción de 120 minutos, agitación de 500 rpm y usando KOH como catalizador [12, 21, 23].

Para el desarrollo de la reacción de transesterificación se realiza el mismo montaje descrito para la reacción de esterificación (ver figura 3). El producto de reacción es llevado a un embudo de decantación por 20 horas para separar la glicerina del biodiesel, posteriormente se realizan 3 lavados con agua acidulada y 3 lavados con agua destilada al biodiesel, luego se lleva al horno a 105 °C durante 120 minutos para eliminar el exceso de agua, por último, se centrifuga el Biodiesel a 4500 rpm durante 8 minutos utilizando el equipo HERAEUS MEGAFUGE 16 Centrifuge, con el objetivo de eliminar impurezas [23].

Al biodiesel obtenido se le mide inicialmente el contenido de metil ésteres de ácidos grasos (FAME) por cromatografía de gases en el equipo AGILENT TECHNOLOGIES 7890A GC SYSTEM empleando la norma UNE-EN 14103, además se le mide la estabilidad térmica y el rendimiento de la reacción medido como los gramos de biodiesel obtenidos por cada 100 gramos iniciales de sebo esterificado utilizado ($\text{g sebo biodiesel/g sebo esterificado} \times 100$). Las variables de respuesta para seleccionar las mejores condiciones son el contenido másico de FAME y el rendimiento de la reacción.

2.4. OBTENCIÓN DE BIOLUBRICANTE

2.4.1. Montaje de reacción biolubricante. La reacción se realiza en un roto evaporador BUCHI R-210 equipado con una bomba de vacío BUCHI V-700, un controlador de vacío BUCHI V-850 y un baño térmico LAUDA ALPHA RA 8. El montaje de reacción se muestra en la Figura 4.

Figura 4. Montaje de reacción biolubricante.



2.4.2. Pruebas preliminares

De los polioles que pueden ser usados para la producción de biolubricante se selecciona el TMP, debido a que es el que presenta mejores resultados [3], además en otro estudio con grasa animal, los resultados obtenidos empleando NPG muestran bajos efectos lubricantes en los productos sintetizados [21], por lo que se descarta este reactivo. Para catalizar esta reacción comúnmente son usados 3 compuestos: CH_3NaO , KOH y H_2SO_4 . Se realizan 3 pruebas preliminares, una con cada catalizador bajo las mismas condiciones de reacción, reportadas en bibliografía como las que mejores resultados brindan. Relación molar biodiesel:TMP de 4:1, 0.8% de catalizador, temperatura de 120 °C, presión de 50 mbar y tiempo de reacción de 3 horas [3, 10]. Los productos de reacción se caracterizan midiendo su viscosidad (a 40 y 100 °C) e índice de viscosidad, los cuales son tomados como parámetros de selección del catalizador a usarse.

2.4.3. Diseño experimental. Para el desarrollo de la reacción de transesterificación inversa (producir biolubricante) se evalúa la influencia de la relación molar biodiesel:TMP y el porcentaje másico de catalizador en las

propiedades fisicoquímicas del producto, esto a través de la implementación de un diseño central compuesto de 2 factores. La relación molar 4:1 con 0.8 %p/p de catalizador (escogido de las pruebas preliminares) ha mostrado resultados con propiedades lubricantes superiores [3, 21], por lo que se establece como punto central del diseño. Las condiciones de temperatura, presión y tiempo de reacción son las establecidas en las pruebas preliminares. Los puntos del diseño experimental se muestran en el anexo C.

La reacción se lleva a cabo en el montaje mostrado en la Figura 4 y el producto resultante presenta dos fases, una líquida y una sólida, que son llevadas a la centrifuga durante 10 minutos a 5000 rpm para ser separadas.

Para la caracterización del biolubricante (parte líquida) se mide la densidad, viscosidad (a 40 y 100 °C), índice de viscosidad empleando la norma ASTM D 2270-04, estabilidad térmica, análisis infrarrojo y el rendimiento de la reacción medido como los gramos de biolubricante obtenidos respecto a los gramos iniciales de biodiesel empleado.

Se establece la viscosidad, índice de viscosidad y el rendimiento de la reacción como variables de respuesta para determinar las mejores condiciones de reacción.

Al subproducto sólido se le realiza un análisis de estabilidad térmica con el objetivo de comparar sus propiedades con las del biolubricante.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. SEBO BOVINO

En la Tabla 2 se presentan los valores de índice de acidez y densidad de las dos muestras utilizadas, además de algunos reportados por otros autores. Se observa que el índice de acidez del sebo bovino presenta mucha variabilidad, ya que se reportan valores tan altos como 38.13 mgKOH/gSebo hasta valores muy inferiores como 4.67 mgKOH/gSebo. Esta variabilidad se debe principalmente a la interacción del sebo con el medio ambiente y a las condiciones climatológicas a las que es expuesto. También a la genética del bovino, que se traduce en una variación significativa en la composición de ácidos grasos libres [12]. Debido a esta variabilidad y los altos valores se concluye que es imprescindible un pretratamiento que lo estandarice y que disminuya el índice de acidez para producir biodiesel o cualquier uso que se le desee dar.

Tabla 2. Propiedades del sebo crudo.

FUENTE	GRASA	ÍNDICE DE ACIDEZ (mgKOH/g)	DENSIDAD (g/ml)
Este estudio (muestra 1)	Sebo bovino	8.27	0.943
Este estudio (muestra 2)	Sebo bovino	4.67	0.966
(Ramírez, Y.,2016)	Sebo bovino	38.13	0.91
(Márquez, K.)	Sebo bovino	3.30	0.8757
(Rivera, I., 2009)	Sebo bovino	4.8	-
(Violín, J.)	Sebo bovino	24.85	0.896

3.2. SEBO ESTERIFICADO

Luego de la reacción de esterificación se obtiene un índice de acidez de 0,508 mgKOH/gSebo \pm 0.08 y un rendimiento de 98% \pm 0.5, valores similares a los encontrados por Ramírez, Y. [12] en su trabajo (1 mgKOH/gSebo), demostrando buena reproducibilidad de los resultados obtenidos al emplear estas condiciones. El índice de acidez hallado se encuentra por debajo del valor recomendado (2 mgKOH/gSebo) para producir biodiesel sin presentar problemas relacionados con la producción de jabones [14].

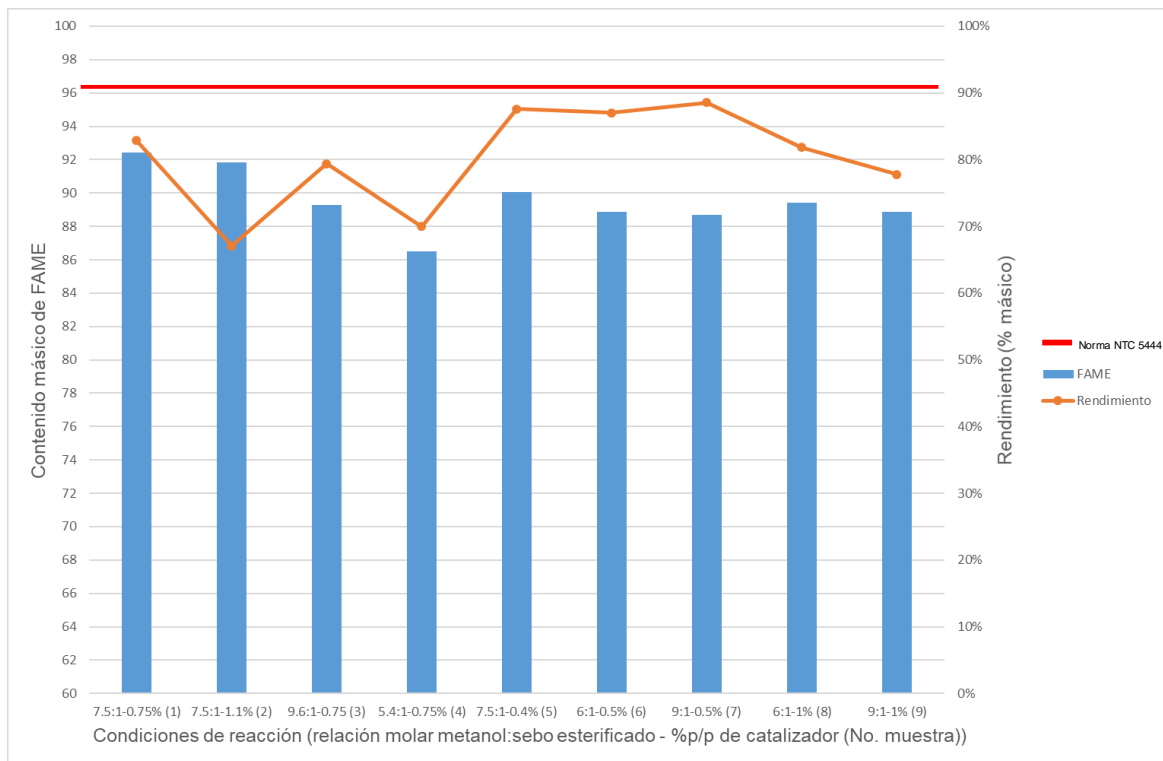
El sebo esterificado presenta un cambio de color favorable con respecto al sebo crudo, pasando de un tono amarillo a uno blanco, y su olor característico a grasa se mantiene. Además, se observa que pasados 120 minutos el sebo esterificado se solidifica (ver anexo D).

3.3. BIODIESEL

Los resultados para el porcentaje másico de FAME y el rendimiento de las reacciones realizadas se muestran en la Figura 5.

Se observa que la muestra con mejores resultados es aquella llevada a cabo con condiciones de relación metanol: sebo esterificado de 7.5:1 y un porcentaje de catalizador (KOH) de 0.75%, presentando una composición de FAME del 92.5% y un rendimiento del 86%, basado en la cantidad de sebo esterificado empleada inicialmente. Este resultado supera los valores encontrados por Ramírez, Y. en su trabajo con biodiesel a partir de sebo bovino, donde obtiene un porcentaje de FAME menor (90.85%) usando mayores cantidades de reactivos debido a la relación molar metanol:sebo esterificado que emplea (9:1) [12].

Figura 5. Resultado contenido másico de FAME y rendimiento másico de biodiesel.



Para evidenciar la influencia que la relación molar y el porcentaje de catalizador usado tienen sobre la composición de FAME y el rendimiento de la reacción se realizó un análisis ANOVA a los datos del diseño experimental, donde inicialmente se tuvieron en cuenta los efectos simples, cuadráticos y combinados de estos factores, donde se encuentra que la combinación de los efectos no presenta significancia sobre las variables de respuesta, razón por la cual se omitió el análisis (Tabla 3). Teniendo en cuenta lo anterior, se obtuvieron las gráficas de efecto de estos factores sobre las variables mencionadas, las cuales se muestran en la Figura 6 y 7.

Figura 7. Efectos principales FAME.

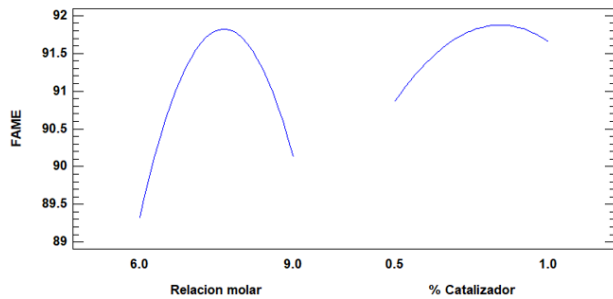
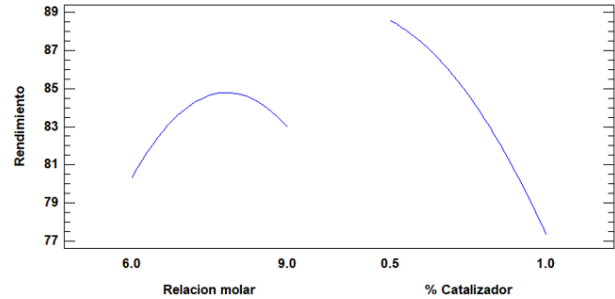


Figura 6. Efectos principales rendimiento.



Se observa que la relación molar metanol:sebo esterificado tiene un efecto semejante tanto para el porcentaje de FAME como para el rendimiento, provocando aumentos en los valores de estos cuando se aumenta este factor hasta alcanzar un punto máximo, para luego decaer. En lo que refiere a la relación entre el porcentaje másico de catalizador y el rendimiento de la reacción, se describe como inversa, ya que a medida que las cantidades de catalizador usadas aumentan los valores de rendimiento decaen; este comportamiento coincide con el hallado por Marques, K. *et al.* en su estudio. Para la composición de FAME, el porcentaje de catalizador influye de manera similar a como lo hace la relación molar con esta variable, donde se alcanza un valor máximo (aproximadamente de 92%) a medida que aumenta este, para luego decaer.

El biodiesel obtenido presenta un contenido másico en FAME de 92.5%, valor inferior al requerido por la norma NTC 5444 (línea roja) por lo que se descarta su implementación en aplicaciones de transporte, pero no afecta significativamente los intereses de este trabajo debido a que únicamente se buscaba producir el biolubricante con el mejor biodiesel que se pudiera obtener.

En lo que respecta a las propiedades organolépticas, el biodiesel obtenido presenta un color amarillo translucido brillante (ver anexo E) y un olor semejante al del sebo esterificado.

Tabla 3. ANOVA biodiesel.

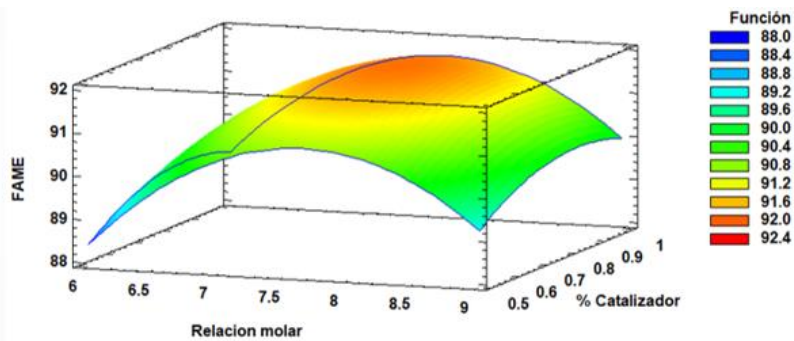
Análisis de Varianza para FAME

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Modelo	33.0151	4	8.25377	11.83	0.0019
Residuo	5.58223	8	0.697778		
Total (Corr.)	38.5973	12			

Suma de Cuadrados Tipo III

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Relacion molar	30.8461	1	30.8461	44.21	0.0002
% Catalizador	2.5104	1	2.5104	3.60	0.0944
Relacion molar*Relacion molar	29.9377	1	29.9377	42.90	0.0002
% Catalizador*% Catalizador	2.04359	1	2.04359	2.93	0.1254
Residuo	5.58223	8	0.697778		
Total (corregido)	38.5973	12			

Figura 8. Superficie de respuesta.



$$FAME = 31.858 + 14.0991*(Relación\ molar) + 14.5906*(\% \text{ Catalizador}) - 0.922*(Relación\ molar)^2 - 8.6721*(\% \text{ Catalizador})^2$$

3.4. BIOLUBRICANTE

3.4.1. Pruebas preliminares. Los valores de viscosidad (a 40 y 100 °C) de los productos de reacción obtenidos para las pruebas preliminares realizadas con los tres catalizadores objeto de estudio y las normas de referencia se muestran en la Tabla 4.

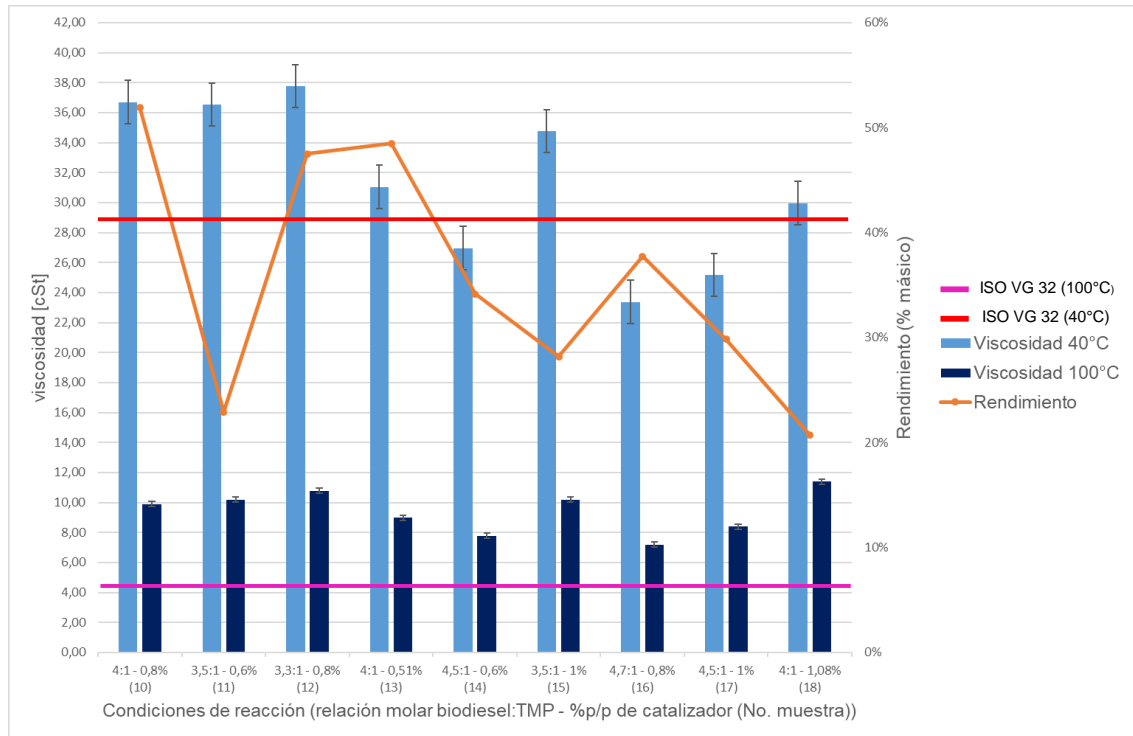
Tabla 4. Viscosidades de pruebas preliminares y normas de referencia.

	Viscosidad a 40°C	Viscosidad a 100°C	Índice de viscosidad
ISO VG 32	>28.8	>4.1	>90
ISO VG 100	>90.0	>4.1	>216
Producto reacción con H ₂ SO ₄	10.67	5.33	247
Producto reacción con KOH	109.87	11.20	198
Producto reacción con CH ₃ NaO	34.67	8.53	166

Se observa que los valores de viscosidad del producto obtenido en la reacción catalizada con ácido sulfúrico no cumplen con los mínimos requeridos por las normas de referencia, razón por la cual se descarta este compuesto como catalizador en el desarrollo de este trabajo. De los resultados obtenidos para las reacciones catalizadas por hidróxido de potasio y metóxido de sodio, se evidencia que en ambos casos las propiedades estudiadas cumplen con los requerimientos establecidos por la norma ISO VG 32, por lo que ambos compuestos son opciones aceptables como catalizadores de la reacción. Debido a que el producto de la reacción con KOH se obtiene en estado completamente sólido a temperatura ambiente, se decide escoger el metóxido de sodio como compuesto catalizador, ya que el producto resultante de esta se obtiene en estado líquido, siendo más acorde con los fines de este trabajo.

3.4.2. Diseño experimental. Los resultados para viscosidad y rendimiento del diseño experimental desarrollado se presentan en la Figura 9.

Figura 9. Resultados viscosidad y rendimiento másico del biolubricante.



En la figura 9 se evidencia que todas las muestras cumplen con el valor de viscosidad requerido por la norma ISO VG 32 a 100°C (línea púrpura), mientras que para los valores de viscosidad a 40 °C las muestras 14 (4.5:1-0.6%), 16 (4.7:1-0.8%) y 17(4.5:1-1%), las cuales presentan las mayores relaciones molares biodiesel:TMP no cumplen con la norma (línea roja). También se observa que al disminuir la relación molar los valores de viscosidad aumentan, comportamiento que coincide con el reportado por Rivera, D. *et al.* en su estudio, en el que analizan las propiedades de un biolubricante obtenido a partir de grasa aviar residual.

A partir de la figura 9 también se determinan las mejores condiciones experimentales, que son relación molar biodiesel:TMP de 4:1 y un porcentaje másico de catalizador de 0.51, ya que con estas se cumplen los requisitos de la norma ISO VG 32 empleando menor cantidad de reactivos comparada con las

demás muestras que también cumplen con los requisitos de la norma; estos resultados se asemejan a las encontradas por Yunus, R. *et al.* (3.9:1;0.8%) para un lubricante obtenido de la transesterificación de aceite palma con trimetilolpropano [24]. Debido a que todos los valores de viscosidad a 100°C cumplen con la norma, sólo se tiene en cuenta los valores de viscosidad a 40°C para el análisis estadístico.

Mediante el análisis ANOVA realizado a los datos (Tabla 5) se demostró que los factores analizados, relación molar y porcentaje de catalizador tienen significancia sobre la viscosidad y el rendimiento de las muestras de biolubricantes estudiadas; la forma en que estos factores influyen sobre la viscosidad se muestra en la Figura 10. La relación molar afecta de manera inversamente proporcional a la viscosidad, ya que, aumentos en los valores de este factor ocasionan disminución en los valores de viscosidad obtenidos. Para el caso del porcentaje de catalizador (CH₃NaO), se observa que la relación que mantiene con la viscosidad está dada por una semi parábola con apertura hacia abajo, lo que indica que los valores de viscosidad aumentan con el incremento en los porcentajes máxicos de catalizador usados hasta un punto máximo (aproximadamente 36.5 cSt), para luego decaer.

Tabla 5. ANOVA biolubricante.

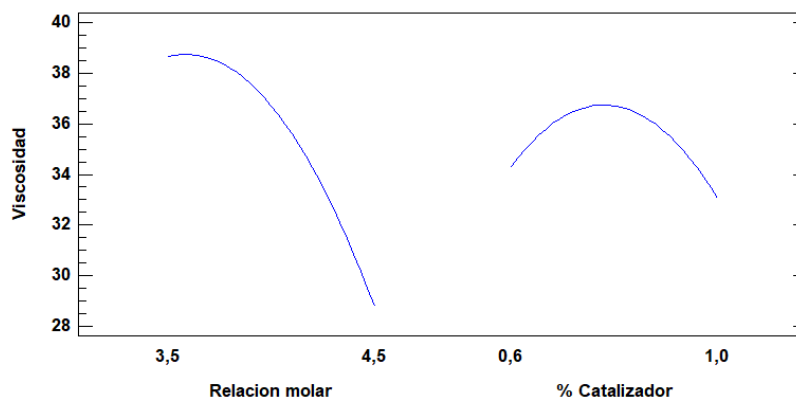
Análisis de Varianza para Viscosidad

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Modelo	294,707	4	73,6768	20,08	0,0006
Residuo	25,6817	7	3,66882		
Total (Corr.)	320,389	11			

Suma de Cuadrados Tipo III

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Relacion molar	45,98	1	45,98	12,53	0,0095
% Catalizador	54,6636	1	54,6636	14,90	0,0062
Relacion molar*Relacion molar	57,3361	1	57,3361	15,63	0,0055
% Catalizador*% Catalizador	58,3951	1	58,3951	15,92	0,0053
Residuo	25,6817	7	3,66882		
Total (corregido)	320,389	11			

Figura 10. Efectos principales para viscosidad.



3.4.3. Muestra seleccionada. A la muestra obtenida con las mejores condiciones halladas anteriormente se le miden algunas de sus propiedades fisicoquímicas, tales como, viscosidad a 40 y 100 °C e índice de viscosidad, además de su rendimiento, cuyos valores se muestran en la Tabla 6 donde se comparan con los resultados reportados por otros estudios y las normas internacionales de referencia para este trabajo.

La viscosidad del biolubricante se determinó en 31.04 y 8.99 cSt a 40 y 100 °C, respectivamente. El valor obtenido muestra que el biolubricante sintetizado cumple con los requerimientos de viscosidad establecidos por la norma ISO VG 32 y se acerca a los resultados reportados por otros autores para lubricantes sintetizados a partir de materias primas renovables, como se muestra en la Tabla 6. Las diferencias observadas entre los valores de viscosidad de este estudio y los reportados por otros autores, puede atribuirse a las variaciones en los perfiles de ácidos grasos de las grasas o aceites usados como materia prima, las condiciones de operación o las técnicas de preparación usadas, como lo manifiesta Musa, U. *et al.* en su trabajo [3].

Aunque el producto obtenido presenta un valor alto de índice de viscosidad (177), este se encuentra por debajo de valores reportados por otros autores como

Ebtisam, K. *et al.* (171-140) que emplea aceite de palma y jatrofa, Mohammed. *et al.* (183) usando jatrofa y Phani, K. (204) para un biolubricante sintetizado a partir de aceite de canola. Este valor de índice de viscosidad indica que el biolubricante producido a partir de sebo bovino no presenta grandes variaciones de viscosidad cuando se expone a cambios de temperaturas y cumple con las especificaciones requeridas por las normas ISO VG 46 e ISO VG 220 de aceites para engranajes ligeros, además de satisfacer los requerimientos de viscosidad establecidos por la norma ISO VG 32, por lo que es posible afirmar que las características del biolubricante sintetizado en este estudio son comparables a las de algunos lubricantes comerciales. El biolubricante sintetizado se caracteriza por presentar un color similar al del biodiesel de sebo bovino, pero más opaco (ver anexo F).

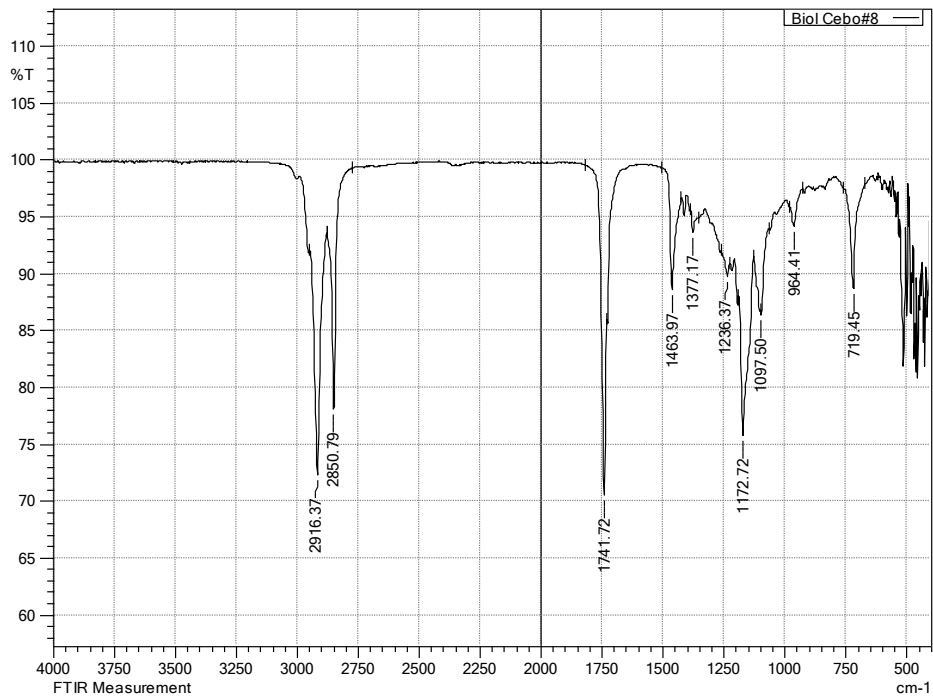
Debido a que no se tiene conocimiento sobre la naturaleza del subproducto sólido, para el cálculo del rendimiento del biolubricante sólo se tiene en cuenta la parte líquida; éste fue del 48.5%, basado en el peso inicial de biodiesel de sebo bovino usado, valor cercano al obtenido por Rivera, D. *et al.* (aproximadamente 53%) para la parte líquida de su biolubricante sintetizado a partir de aceite aviar residual. Se observa en la Tabla 6, que el rendimiento del biolubricante producido en este estudio presenta un valor considerablemente bajo con relación a otros trabajos donde se emplean aceites vegetales como materia prima, lo que representaría una desventaja económica al momento de ser considerado como una opción viable.

Tabla 6. Viscosidad, índice de viscosidad y rendimiento del biolubricante.

	Viscosidad a 40°C	Viscosidad a 100°C	Índice de viscosidad	Rendimiento	Fuente
Este estudio	31.04	8.99	177	48.5 %	
ISO VG 32	>28.8	>4.1	>90	-	
ISO VG 46	>41.4	>4.1	>90	-	
ISO VG 220	>12	>4.1	>50	-	
Lub. Aceite palma	38.25	7.58	171	97.4 %	(Ebtisam, 2015)
Lub. Aceite jatropa	51.89	8.53	140	98.2 %	(Ebtisam, 2015)
Lub. Aceite canola	40.5	7.8	204	91.2 %	(Phani, 2013)

3.4.4. Análisis infrarrojo. La Figura 11 muestra los resultados para el análisis infrarrojo realizado a la muestra de biolubricante seleccionada anteriormente. Se demuestra que se ha logrado la transformación de biodiesel a biolubricante, esto de acuerdo a Coates, J. que expone que las longitudes de onda entre 3300 cm^{-1} y 3100 cm^{-1} muestran la presencia de un alcohol, por lo que la no aparición de estas longitudes de onda en los resultados mostrados en la Figura 11 representa la ausencia de este grupo funcional; esto se debe a que posiblemente el OH en el TMP ha reaccionado eficazmente con el éster metílico de ácido graso para producir éster de TMP [25, 3].

Figura 11. Espectro infrarrojo del biolubricante.

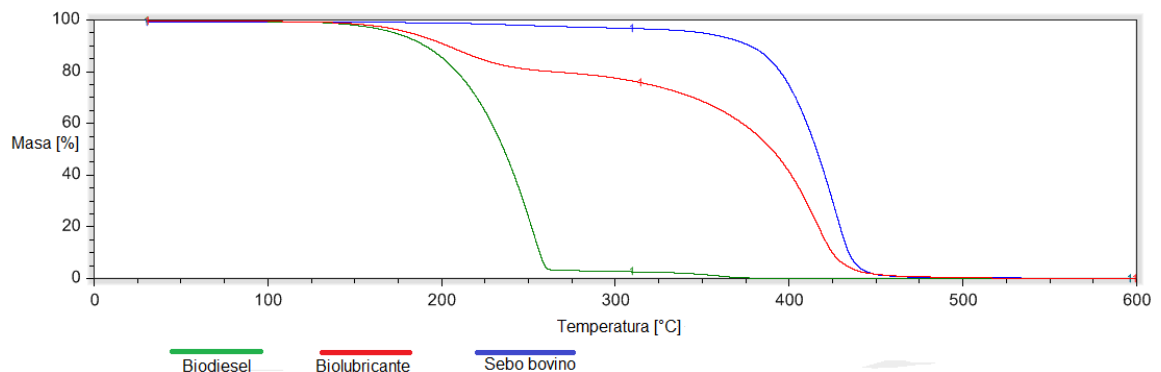


3.5. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO

Los resultados del análisis termogravimétrico para el estudio de la estabilidad térmica del sebo bovino, biodiesel de sebo bovino y biolubricante de sebo bovino se muestran en la Figura 12. Se observa que el sebo bovino (curva azul), presenta una pérdida de masa en una sola etapa que finaliza en 458.1°C. Este comportamiento coincide con el expuesto por Silva, A. *et al.* en su trabajo, donde argumentan que dicha pérdida de masa puede atribuirse a la volatilización y/o descomposición de los triglicéridos presentes en la grasa bovina [6]. Por otro lado, el resultado obtenido difiere con el encontrado por Silva, E. *et al.*, quienes hallaron que el sebo bovino presenta una pérdida de masa en dos etapas, las cuales atribuyen a la volatilización y descomposición de los ácidos grasos insaturados y saturados, respectivamente [17]; esta situación demuestra la variabilidad existente entre las propiedades que pueden encontrarse en diferentes muestras de sebo bovino, como se comentó anteriormente en este trabajo. Para el caso del biodiesel

(línea verde), al igual que Silva, A *et al.* y Silva, E. *et al.* se presentó una pérdida de masa en una sola etapa, la cual se refiere a la volatilización de los ésteres metílicos formados en la reacción de transesterificación. Como se ve en la figura 12, esta disminución en la masa ocurre a temperaturas menores que la del sebo, demostrando que la reacción se realizó con éxito, ya que, una disminución en la temperatura de volatilización después de la reacción indica la formación de biodiesel [6]. En lo que respecta al biolubricante obtenido, se observa que se presenta una pérdida de masa en tres etapas que finaliza en 458.1°C; un estudio parecido fue realizado por Ebtisam, K. *et al.*, donde analiza la estabilidad térmica de un biolubricante sintetizado a partir de aceite de palma donde reporta una pérdida de masa en tres etapas que finaliza a una temperatura de 512 °C [10].

Figura 12. Análisis termogravimétrico (TGA).

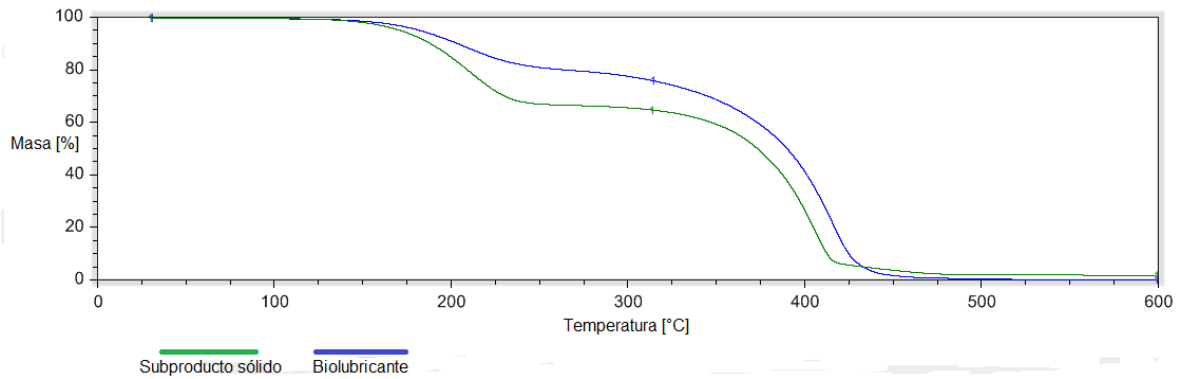


3.6. SUBPRODUCTO SÓLIDO

Al subproducto sólido se le realiza un análisis de resistencia térmica (Figura13) para ser comparado con el biolubricante (parte líquida) con el único fin de establecer si hay diferencias entre ellos, ya que en la literatura no se reporta la naturaleza de este subproducto. En la gráfica TGA se evidencia que el subproducto sólido presenta pérdida de masa a temperaturas inferiores comparadas a las del biolubricante, lo que muestra una pequeña variación entre el

subproducto y el biolubricante, pero sin ser evidencia suficiente para afirmar que son sustancias diferentes. Cabe mencionar que este sólido se presenta como una sustancia con potencial para ser analizada en estudios posteriores.

Figura 13. TGA biolubricante y subproducto sólido.



4. CONCLUSIONES

Se obtuvo un biolubricante por medio de la transesterificación inversa del sebo bovino que cumple con los requerimientos de viscosidad e índice de viscosidad establecidos por la norma ISO VG 32 empleando condiciones de relación molar biodiesel:TMP de 4:1 y un porcentaje másico de catalizador de 0.51%.

Se logra disminuir el índice de acides hasta un valor inferior al recomendado por bibliografía empleando una relación molar 7.5:1 metanol:sebo crudo y un porcentaje de catalizador (H_2SO_4) de 1.25%p/p a 60°C durante 150 minutos.

Las mejores condiciones encontradas para producir biodiesel a partir del sebo esterificado se alcanzaron utilizando una relación molar metanol:sebo esterificado 7.5:1 y un porcentaje de catalizador (KOH) de 0,75% a 60°C durante 120 minutos, para obtener un biodiesel con un contenido de metil éster (FAME) de 92.5% con un rendimiento de 86%. Analizando los valores de las réplicas al punto central se evidencia que la reproducibilidad es buena debido a que los valores de FAME y rendimiento son cercanos entre sí.

5. RECOMENDACIONES

Para la producción del biolubricante evaluar la influencia de otros factores como la temperatura, presión y tiempo de reacción con el fin de alcanzar mayores viscosidades para cumplir con otras normas y mejor el rendimiento de la reacción.

Utilizar otros polioles como Neopentilglicol (NPG), Pentaeritritol (PT) para observar si se pueden obtener buenos resultados.

Realizar un análisis más profundo al biolubricante, como por ejemplo evaluar su estabilidad a la oxidación, su punto de fluidez para tener una visión más amplia del producto que se obtiene.

Como se obtiene un subproducto sólido desconocido, se recomienda ampliar el estudio sobre éste para determinar si puede ser utilizado, o por el contrario encontrar una forma para minimizarlo y que no afecte de manera tan significativa la parte líquida que en este trabajo es considerada biolubricante.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] MOBARAK, H. M., NIZA MOHAMAD, E., MASJUKI, H. H., KALAM, M. A., AL MAHMUD, M., HABIBULLAH, A. M., ASHRAFUL. The prospects of biolubricants as alternatives in automotive applications. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews. Febrero, 2014. Vol 33, p. 34-43.
- [2] PHANI, Kiran. Comparative tribological properties evaluation of trimethylolpropane-based biolubricants derived from methyl oleate and canola biodiesel. Tesis de maestría Saskatoon.: University of Saskatchewan. 2012. 62 p.
- [3] MUSA, U., MOHAMMED, I. A., SADIQ, M. M., ABERUAGBA, F., OLURINDE, A. O., OBAMINA, R. Synthesis and characterization of trimethylolpropane-based biolubricants from castor oil. En: Annual Conference of NSChE. Noviembre, 2015. Vol 45, p. 248.253.
- [4] MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. Manual técnico para el manejo de aceites lubricantes usados de origen automotor e industrial [en línea], 17 de julio de 2018. Disponible en Internet: <https://acp.com.co/web2017/images/pdf/combustiblesylubricantes/FAU/Manual-AU-final-14.pdf>.
- [5] McGLASHAN, S. A. Usos industriales y energéticos de los subproductos de origen animal, pasado y futuro. En: Sitio Argentino de Producción Animal. 2016. P. 1-10.
- [6] SILVA, Antonio., DIAS, Anne., Di SOUZA, Luis., DA SILVA, Vinicius., LUZ, Geraldo., ARAÚJO, Antonio. Síntese e caracterização de biodiesel de sebo bovino e de sua mistura B10. En: Orbital. Marzo, 2015. Vol. 7, p. 21-27.
- [7] MARQUEZ, Kátia., RIBEIRO, Kiany., FREIRE, Sinara., PEREIRA, Adeilton., GOUVEIA, Antonio., CARVALHO, Fernando. Optimização do processo de produção de biodiesel metílico do sebo bovino aplicando delineamento

- composto central rotacional e superficie de resposta. En: Cadernos de Pesquisa. 2009. p. 31-36.
- [8] FEDERACIÓN COLOMBIANA DE GANADEROS. [en línea], 28 de junio de 2018. Disponible en Internet: www.fedegan.org.co/estadisticas/produccion-0.
- [9] MINISTERIO DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL. Resolución número 000181 de 2017. [en línea], 28 de junio de 2018. Disponible en Internet: <http://web.fedepalma.org/sites/default/files/files/Fedepalma/precios-de-referencia-para-la-liquidacion-de-la-cuota-de-fomento.pdf>.
- [10] EBTISAM, K., ELMELAWY, M. S., KHALIL, S. A., ELBASUNY, N. M. Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils. En: Egyptian Journal of Petroleum. Marzo, 2016. vol. 26, p. 53–59.
- [11] ESPINOSA, Michele., CANIELAS, Laiza., ARANDA, Maria., SCHMITT, Candice., ASSIS, Rosangela., RODRIGUES, Suelen., ALVES, Maria., BASTOS, Elina. Beef tallow biodiesel produced in a pilot scale. En: Fuel Processing Technology. Enero, 2009. vol. 90, no. 4, p. 570–575.
- [12] RAMIREZ, Y. Acondicionamiento del sebo de bovino residual como materia prima para la obtencion de Biodiesel. Tesis de pregrado. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. 2016.
- [13] TEJADA, Candelaria., TEJEDA, Lesly., VILLABONA, Ángel., MONROY, Luis. Obtención de biodiesel a partir de diferentes tipos de grasa residual de origen animal. En: Luna Azul. Enero, 2013. vol. 36, p. 10–25.
- [14] PIMNGERN, Natta., PUNSUVON, Vittaya. Optimization of Esterification and Transesterification Reactions for Biodiesel Production from Crude Coconut Oil Using RSM Techniques. En: Key Engineering Materials. 2017. vol. 723, p. 610–615.
- [15] NAWAZ, Haq., ASIF, Muhammad., QASIM, Mohammad., REHMAN, Ata. Biodiesel production from waste tallow. En: Fuel. Mayo, 2008. vol. 87, p. 2961-2966.

- [16] NAWAZ, Haq., ASIF, Muhammad., FARUQ, Umar., SHEIKH, Munir. Acid and Base Catalyzed Transesterification of Animal Fats to Biodiesel. En: Iran. J. Chem. Chem. Eng. 2008. vol. 27, no. 4, p. 41–48.
- [17] SILVA, Erisandro., CONCEICAO, Marta., CAVALCANTI, Eduardo., FERNANDES, Valter., MEDEIROS, Ana., SOUZA, Antonio. Analysis of thermal and oxidative stability of biodiesel from *Jatropha curcas* L. and beef tallow. En: Thermal Analysis And Calorimetry. 2013. vol. 113, p. 437–442.
- [18] SALIMON, Jumat., SALIH, Nadia., YOUSIF, Emad. Biolubricants : Raw materials , chemical modifications and environmental benefits. En: Eur. J lipid Sci. Technol. 2010. vol. 112, p. 519–530.
- [19] BART, Jan., GUCCIARDI, Emanuel., CAVALLARO, Stefano. Biolubricants Science and Technology.1 ed. Woodhead Publishing, 2013. ISBN 978-0-85709-263-2.
- [20] BONDIOLI, Paolo., BELLA, Laura., MANGLAVITI, Andrea. Synthesis of biolubricants with high viscosity and high oxidation stability. En: Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Marzo, 2003. vol. 10, no. 2, p. 150-160.
- [21] RIVERA, Daniela., TELLO, Paula. Obtención de un biolubricante a partir de una grasa residual de la industria avícola. Tesis de pregrado. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. 2018.
- [22] MARINESCU, Loan., ROWE, Brian., DIMITROV, Boris., OHMORI, Hitoshi. Tribology of Abrasive Machining Processes. 2 ed. William Andrew, 2012. 538-540 p. ISBN 978-1-4377-3467-6.
- [23] ROJAS, Ingrid., DUEÑAS, Leidy. Obtención y caracterización de biodiésel a partir de grasa residual avícola. Tesis de pregrado. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. 2017.
- [24] YUNUS, Robiah., FAKHRU'L-RAZI, A., OOI, T., IYUKE, S., IDRIS, A. Development of Optimum Synthesis Method for Transesterification of Plam Oil Methyl Esters and Trimethylolpropane to Environmentally Acceptable Palm Oil-Based Lubricant. En: Journal of Oil Palm Research. Diciembre, 2003. vol. 15, no. 2, p. 35–41.

- [25] COATES, John. Interpretation of infrared spectra: A practical approach. En: encyclopedia of analytical Chemistry, R. A. Meyers (Ed) John Wiley and Sons, Newtown, USA. 2000. 10815-10837.
- [26] MARTINEZ, S. Evaluación del efecto de resinas de intercambio iónico sobre la reducción de componentes minoritarios y del tiempo de filtrado (CSFT) del biodiesel de palma. Universidad Industrial de Santander.

BIBLIOGRAFÍA

COATES, John. Interpretation of infrared spectra: A practical approach. En: encyclopedia of analytical Chemistry, R. A. Meyers (Ed) John Wiley and Sons, Newtown, USA. 2000. 10815-10837.

EBTISAM, K., ELMELAWY, M. S., KHALIL, S. A., ELBASUNY, N. M. Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils. En: Egyptian Journal of Petroleum. Marzo, 2016. vol. 26, p. 53–59.

MARQUEZ, Kátia., RIBEIRO, Kiany., FREIRE, Sinara., PEREIRA, Adeilton., GOUVEIA, Antonio., CARVALHO, Fernando. Optimização do processo de produção de biodiesel metílico do sebo bovino aplicando delineamento composto central rotacional e superfície de resposta. En: Cadernos de Pesquisa. 2009. p. 31-36.

MUSA, U., MOHAMMED, I. A., SADIQ, M. M., ABERUAGBA, F., OLURINDE, A. O., OBAMINA, R. Synthesis and characterization of trimethylolpropane-based biolubricants from castor oil. En: Annual Conference of NSChE. Noviembre, 2015. Vol 45, p. 248.253.

PHANI, Kiran. Comparative tribological properties evaluation of trimethylolpropane-based biolubricants derived from methyl oleate and canola biodiesel. Tesis de maestría Saskatoon.: University of Saskatchewan. 2012. 62 p.

SILVA, Antonio., DIAS, Anne., Di SOUZA, Luis., DA SILVA, Vinicius., LUZ, Geraldo., ARAÚJO, Antonio. Síntese e caracterização de biodiesel de sebo bovino e de sua mistura B10. En: Orbital. Marzo, 2015. Vol. 7, p. 21-27.

SILVA, Erisandro., CONCEICAO, Marta., CAVALCANTI, Eduardo., FERNANDES, Valter., MEDEIROS, Ana., SOUZA, Antonio. Analysis of thermal and oxidative stability of biodiesel from *Jatropha curcas* L . and beef tallow. En: Thermal Analysis And Calorimetry. 2013. vol. 113, p. 437–442.

RAMIREZ, Y. Acondicionamiento del sebo de bovino residual como materia prima para la obtencion de Biodiesel. Tesis de pregrado. Bucaramanga.: Universidad Industiral de Santander. 2016.

YUNUS, Robiah., FAKHRU'L-RAZI, A., OOI, T., IYUKE, S., IDRIS, A. Development of Optimum Synthesis Method for Transesterification of Plam Oil Methyl Esters and Trimethylolpropane to Environmentally Acceptable Palm Oil-Based Lubricant. En: Journal of Oil Palm Research. Diciembre, 2003. vol. 15, no. 2, p. 35–41.

ANEXOS

ANEXO A. SEBO BOVINO CRUDO.

Figura 14. Sebo bovino crudo (anexo A).



ANEXO B. DISEÑO CENTRAL COMPUESTO (BIODIESEL).

El diseño central compuesto es un diseño de segundo orden que permite estimar los efectos de curvatura pura, y no requiere de muchas pruebas para obtener un modelo matemático que permita realizar buenas predicciones. Más aun, en un modelo flexible, lo que quiere decir que se puede construir a partir de diseños más sencillos, constituyéndolo como un diseño de experimento económicamente viable. El diseño central compuesto consta de tres partes fundamentales [26].

- ✓ Un diseño factorial a 2 niveles con solo una réplica.
- ✓ N_0 replicas al punto central (mínimo una).
- ✓ Dos puntos axiales sobre cada eje.

El número total de experimentos (N) se determina mediante la siguiente expresión:

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

Donde;

N es el número total de experimentos.

k es el número de factores del diseño.

N_0 es el número de réplicas al punto central.

Para determinar la distancia de los puntos axiales al punto central (α) y el número de réplicas sobre este se usan las siguientes ecuaciones:

$$\alpha = F^{1/4} ; F = 2^k$$

$$N_0 = \lambda_4(\sqrt{F} + 2)^2 - F - 2k$$

Donde;

α es la distancia de los puntos axiales al punto central.

λ_4 es una constante que depende del número de factores k .

En definitiva, la totalidad de los experimentos se compone de la porción factorial, que incluye los niveles alto y bajo para los factores escogidos, las N_0 replicas al punto central, y los puntos axiales que se determinan de la siguiente manera.

$$\pm\alpha = \frac{X_i - X_0}{X}; X = \frac{(+)-(-)}{2}; X_0 = \frac{(+)+(-)}{2}$$

Donde;

X_i es el valor del punto axial para el valor de α especificado.

(+) y (-) son los niveles alto y bajo de la porción factorial, respectivamente.

Este diseño consta de 2 factores, por lo que el valor de 1.4141 y λ_4 de 0.7844 . Así se obtiene el total de los experimentos como se muestra en la tabla 7.

Tabla 7. DCC biodiesel (anexo B).

Muestra	Condiciones		
	RM Met:SE	% Cat (KOH)	
3	7.5:1	0.75%	Punto central
4	7.5:2	0.75%	
6	7.5:3	0.75%	
7	7.5:4	0.75%	
8	7.5:5	0.75%	
10	6.0:1	0.5%	Puntos factoriales
11	9.0:1	0.5%	
12	6.0:1	1%	
13	9.0:1	1%	
1	7.5:1	1.1%	Puntos axiales
2	9.6:1	0.75%	
5	5.4:1	0.75%	
9	7.5:1	0.4%	

Tabla 8. Resultados DCC biodiesel (anexo B).

Muestra	Condiciones [RM Met:SE-%Cat]	FAME	Rendimiento
1	7.5:1-1.1% (2)	91,82	67%
2	9.6:1-0.75 (3)	89,28	79%
3	7.5:1-0.75%	91,8	81%
4	7.5:1-0.75%	92	81%
5	5.4:1-0.75% (4)	86,48	70%
6	7.5:1-0.75% (1)	92,43	83%
7	7.5:1-0.75%	91,33	84%
8	7.5:1-0.75%	90,83	85%
9	7.5:1-0.4% (5)	90,073	88%
10	6:1-0.5% (6)	88,88	87%
11	9:1-0.5% (7)	88,7	89%
12	6:1-1.0% (8)	89,41	82%
13	9:1-1.0% (9)	88,86	78%

ANEXO C. DISEÑO CENTRAL COMPUESTO (BIOLUBRICANTE).

Los valores del DCC para el biolubricante se obtuvieron aplicando la metodología mostrada en el anexo B, y se muestran en la tabla 9.

Tabla 9. DCC biolubricante (anexo C).

Muestra	Condiciones		
	RM BD:TMP	% Cat (CH ₃ NaO)	
14	4.0:1	0.8%	Punto central
15	4.0:2	0.8%	
16	4.0:3	0.8%	
17	4.0:4	0.8%	
18	3.5:1	0.6%	Puntos factoriales
21	4.5:1	0.6%	
22	3.5:1	1.0%	
24	4.5:1	1.0%	
19	3.3:1	0.8	Puntos axiales
20	4.0:1	0.51%	
23	4.7:1	0.8%	
25	4.0:1	1.08%	

Tabla 10. Resultados DCC biolubricante (anexo C).

Muestra	Condiciones [RM BD:TMP-%Cat]	Viscosidad dinámica [cP]		Viscosidad cinemática [cSt]		Índice de viscosidad	Rendimiento
		40 °C	100 °C	40 °C	100 °C		
14	4:1 - 0.8%	34,67	8,53	38,96	9,58	166	49%
15	4:1 - 0.8%	29,33	8,53	32,96	9,58	176	58%
16	4:1 - 0.8%	32	9,07	35,96	10,19	173	49%
17	4:1 - 0.8%	34,67	9,07	38,96	10,19	169	50%
	4:1 - 0.8% (10)			36,71	9,89	170	52%
18	3,5:1 - 0,6% (11)	32,53	9,07	36,55	10,19	172	23%
19	3,3:1 - 0,8% (12)	33,6	9,6	37,75	10,79	172	48%
20	4:1 - 0,51% (13)	27,63	8	31,04	8,99	177	49%
21	4,5:1 - 0,6% (14)	24	6,93	26,97	7,79	180	34%
22	3,5:1 - 1% (15)	30,93	9,07	34,75	10,19	175	28%
23	4,7:1 - 0,8% (16)	20,8	6,4	23,37	7,19	186	38%
24	4,5:1 - 1% (17)	22,4	7,47	25,17	8,39	187	30%
25	4:1 - 1,08% (18)	26,67	10,13	29,97	11,38	183	21%

Densidad [Kg/m ³]	890
-------------------------------	-----

ANEXO D. SEBO ESTERIFICADO.

Figura 15. Sebo esterificado (anexo D).



ANEXO E. BIODIESEL DE SEBO BOVINO.

Figura 16. Biodiesel (parte superior) y glicerina (Anexo E).



ANEXO F. BIOLUBRICANTE DE SEBO BOVINO.

Figura 17. Biolubricante de sebo bovino (anexo F).

