

**PRODUCCIÓN Y PURIFICACIÓN DE BIODIESEL Y GLICERINA, A
PARTIR DE ACEITES VEGETALES Y CINÉTICA DE LA REACCIÓN DE
TRANSESTERIFICACIÓN.**

**JULIAN ALFREDO GONZÁLEZ GARNICA
LEONEL MORENO MOLANO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2007**

**PRODUCCIÓN Y PURIFICACIÓN DE BIODIESEL Y GLICERINA, A
PARTIR DE ACEITES VEGETALES Y CINÉTICA DE LA REACCIÓN DE
TRANSESTERIFICACIÓN.**

Autores:

**JULIAN ALFREDO GONZÁLEZ GARNICA
LEONEL MORENO MOLANO**

**Trabajo presentado como requisito para optar al título de
Ingeniero Químico**

**Orientadora: Prof^a Dr^a Maria Regina Wolf Maciel
Co-orientadora: MSc. Nívea de Lima da Silva
UNICAMP.**

Presentado en Colombia a: Prof. Dr. Mario Álvarez Cifuentes

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA**

2007

DEDICATORIA

*A DIOS POR ILUMINAR Y GUIAR CADA INSTANTE DE MI VIDA Y
DARME SABIDURIA.*

*A MIS PADRES Y MIS HERMANOS POR APOYARME EN TODO EN
MOMENTO Y SIEMPRE CONFIAR EN MÍ.*

JULIAN ALFREDO GONZALEZ GARNICA

DEDICATORIA

A DIOS POR BRINDARME FORTALEZA Y SABIDURIA

A MIS PADRES POR EL GRAN AMOR QUE ME BRINDAN

A MIS HERMANOS POR SU APOYO Y CONFIANZA

A MIS AMIGOS

LEONEL MORENO MOLANO

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a:

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER, ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA. Por brindarnos la oportunidad de adquirir el conocimiento necesario para la realización de este proyecto.

UNIVERSIDAD ESTATAL DE CAMPINAS UNICAMP, FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA FEQ. Por confiar en nosotros y abrirnos las puertas de sus instalaciones para la elaboración de este trabajo.

DR^a MARIA REGINA WOLF MACIEL Por hacernos parte de su equipo de investigación en el laboratorio de procesos de separación LDPS

MSC. NÍVEA DE LIMA DA SILVA. Por la colaboración que cada día nos ofrecía en el laboratorio

DR. MARIO ÁLVAREZ CIFUENTES Por su apoyo en la revisión y adecuación de este proyecto.

CONTENIDO

	Pág.
Introducción	1
1. Marco teórico	2
1.1. Aceites Vegetales	2
1.1.1. Aceite de residuos de fritura	2
1.1.2. Aceite de soya	3
1.1.3. Aceite de palma	4
1.1.4. Aceite de Coco	4
1.2. Etanol	5
1.2.1. Metanol. Ventajas y desventajas	6
1.2.2. Etanol. Ventajas y desventajas	7
1.3. Cinética de la producción de Biodiesel a partir de aceites vegetales. Reacción de Transesterificación	8
2. Desarrollo Experimental	11
2.1. Materiales, reactivos y equipos y purificación	11
2.1.1. Materiales	11
2.1.2. Reactivos	11
2.1.3. Equipos	11
2.2. Variables del Proceso	12

2.3.	Producción de Biodiesel	12
2.4.	Purificación de Biodiesel	12
2.4.1.	Procedimiento de lavado	15
2.4.2.	Destilación molecular	17
2.4.2.1.	Puesta en marcha del destilador	17
2.4.2.2.	Procedimiento de la Destilación	17
2.5.	Purificación de la glicerina	18
2.6.	Metodología Analítica	19
2.6.1.	Ácidos grasos libres (AGL).Procedimiento	19
2.6.2.	Determinación de la conversión en Esteres	19
2.6.3.	Determinación del porcentaje de humedad	20
2.6.4.	Viscosidad Cinemática a 40 °C	20
3.	Resultados	22
3.1.	Caracterización del biodiesel	22
3.2.	Determinación de la conversión en esteres	22
3.3.	Parámetros cinéticos del biodiesel producido a partir de aceite de fritura.	27
3.4.	Discusión de los resultados	31
4.	Conclusiones	32
5.	Bibliografía	33
6.	Anexos	34

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 Características del etanol	5
Tabla 2 Características del biodiesel	22
Tabla 3 Análisis de las gráficas. Constantes de la reacción global a diferentes temperaturas	31
Tabla 4 Determinación del peso específico del biodiesel lavado	34
Tabla 5 Determinación del peso específico del biodiesel destilado	34
Tabla 6 Acidez del biodiesel destilado	35
Tabla 7 Acidez del biodiesel lavado	35
Tabla 8 Determinación de la constante del viscosímetro	36
Tabla 9 Determinación de la viscosidad del biodiesel lavado	37
Tabla 10 Determinación de la viscosidad del biodiesel destilado	37
Tabla 11 Porcentaje de humedad del biodiesel destilado	38
Tabla 12 Datos aceite de fritura 30°C.	40
Tabla 13 Datos aceite de fritura 50°C.	40
Tabla 14 Datos aceite de fritura 70°C.	41
Tabla 15 Datos aceite de fritura 80°C.	41

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Separacion de las fases ester y glicerina	14
Figura 2. Lavado del biodiesel	16
Figura 3. Montaje de determinación del porcentaje de humedad	21
Figura 4. Montaje medida de la viscosidad cinematica a 40°C	21
Figura 5. Desarrollo de la reaccion de transesterificacion del aceite de residuo de fritura a 30°C y 1% de catalizador	23
Figura 6. Desarrollo de la reaccion de transesterificacion del aceite de residuo de fritura a 50°C y 1% de catalizador	23
Figura 7. Desarrollo de la reaccion de transesterificacion del aceite de residuo de fritura a 70°C y 1% de catalizador	24
Figura 8. Desarrollo de la reaccion de transesterificacion del aceite de residuo de fritura a 80°C y 1% de catalizador	24
Figura 9. Cromatograma de aceite residuo de fritura utilizando HPSEC.	25
Figura 10. Cromatograma de la reacción de transesterificación del aceite de coco. Tiempo correspondiente a 0,5 minutos, Temperatura de 50 °C.	26

Figura 11. Cromatograma de la reacción de transesterificación de aceite de palma. Tiempo correspondiente a 10 minutos, Temperatura de 50°C.	26
Figura 12 Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 30°C	27
Figura 13 Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 50°C	28
Figura 14 Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 70°C	28
Figura 15 Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 80°C	29
Figura 16 Graficas de la ecuación de arrhenius	30

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Determinación del peso específico del biodiesel	53
Anexo B. Determinación de ácidos grasos libres-AGL	54
Anexo C. Determinación de la viscosidad cinemática a 40°C	55
Anexo D. Determinación de la humedad del biodiesel	56
Anexo E. Especificaciones para el biodiesel	57
Anexo F. Datos obtenidos en el cromatógrafo HPSEC.	58

RESUMEN

Título: PRODUCCIÓN Y PURIFICACIÓN DE BIODIESEL Y GLICERINA, A PARTIR DE ACEITES VEGETALES Y CINÉTICA DE LA REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN.*

Autores: JULIAN ALFREDO GONZÁLEZ GARNICA, LEONEL MORENO MOLANO†

Palabras claves: aceites vegetales, etanol, biodiesel, glicerina, cinética de la reacción de transesterificación.

Descripción:

Este trabajo fue realizado para la producción y purificación de biodiesel y glicerina a partir de aceites vegetales, además se determinó la cinética de la reacción de transesterificación de aceite de residuo de fritura mezclado con etanol usando como catalizador NaOH en un reactor Bach enchaquetado de 1 Litro equipado con un agitador mecánico que operaba a 400 rpm este dato fue obtenido gracias a trabajos previos los cuales recomiendan trabajar a esas condiciones de agitación. Además se trabajo a temperaturas de 30°, 50°, 70° y 80°C se tomaron muestras a diferentes tiempos y estas fueron analizadas por medio de HPSEC (High Performance Size-Exclusion Chromatography). La razón molar aceite-etanol utilizada fue de 1:12 esto se uso teniendo en cuenta estudios realizados anteriormente en los cuales esta relación mostraba buenos resultados respecto a la formación de esteres y de glicerol.

Luego el exceso de alcohol era retirado por medio de una destilación al vacío en un roto evaporador a 80°C para después obtener la separación de las dos fases ,esteres y glicerol, en un embudo de decantación posteriormente se lavaba la fase de esteres con agua acidificada para retirar trazos de catalizador, glicerol ,alcohol y otras impurezas que llegase a presentar, de ahí se adiciona sulfato de sodio para retirar la mayor cantidad de agua presente en el biodiesel y después se destila nuevamente en un destilador molecular centrifugo.

* Trabajo de Grado

† Facultad de Ingenierías Físico químicas. Escuela De Ingeniería Química. Dir Maria Regina Wolf Maciel

ABSTRACT

Title: PRODUCTION AND PURIFICATION OF BIODIESEL AND GLYCERINE, SINCE VEGETAL OILS AND KINETIC OF VEGETAL OILS TRANSESTERIFICATION REACTION.*

Authors: JULIAN ALFREDO GONZÁLEZ GARNICA, LEONEL MORENO MOLANO[†]

Key words: vegetal oils, ethanol, biodiesel, glycerine, kinetic of transesterification reaction

Description:

This work was elaborated for biodiesel and glycerine production and purification since vegetal oils, besides it determined the kinetic of the vegetal waste frying oils transesterification reaction, mixed with ethanol and NaOH as catalyst into a batch jacket reactor of one liter capacity, the reactor is equipped with a mechanical stirrer, which works at 400 rpm, this information was obtained from previous researches. Furthermore, the investigation was made at several temperatures like 30, 50, 70 and 80 °C and taking samples at different times. Then, they were analyzed by HPSEC (High Performance Size-Exclusion Chromatography). The oil-ethanol molar ratio used was 1:12 taking into account researches made before this, in which this relation showed a good performance according to the esters and glycerol formation.

In the next step, excess alcohol was removed by a vacuum distillation route evaporator at 80° C, later two phases separation (esters and glycerol) is getting in a decantation funnel. After that, the esters phase was washed with acidified water to retire catalyst traces, glycerol, alcohol and other impurities presents in biodiesel, then sodium sulfate is added to remove much water like as possible. Finally, biodiesel is distilled in a molecular distiller.

* Graduation Project

[†] Physicochemical Faculty .Chemical Engineering school. Dir. Maria Regina Wolf Maciel

INTRODUCCION

El biodiesel es un combustible alternativo al diesel, producido a través de la transesterificación de aceites vegetales o grasa animal, con alcohol en presencia de un catalizador. Ese combustible es definido por la American Society for Testing Materials (ASTM), como un combustible renovable y constituido por una mezcla de esteres alquílicos de ácidos grasos de cadenas largas, derivados de aceites vegetales o grasas animales.

La producción de biodiesel fue realizada utilizando alcohol etílico en presencia de diferentes materia primas tales como: aceite de soya, aceite de coco, aceite de palma, residuos de fritura e hidróxido de sodio como catalizador. El análisis de la conversión en ester (Biodiesel) fue realizada por cromatografía líquida por exclusión de tamaño (HPSEC).

Después de la separación de la glicerina y la remoción de alcohol, el biodiesel debe ser adicionalmente purificado, por medio de la eliminación de jabones y otras impurezas. Los procesos habituales usados para esta purificación son, por ejemplo, lavado y destilación. En este caso se usará para la purificación la destilación molecular.

1. Marco Teórico

1.1. Aceites Vegetales

A excepción de la energía hidroeléctrica y de la energía nuclear la mayor parte de la energía consumida tiene su origen en el petróleo, en el carbón o en el gas natural. Las reservas mundiales de estas fuentes energéticas son limitadas, siendo necesario buscar nuevas fuentes de energía alternativas.

En esta perspectiva surgen los aceites vegetales. De hecho estos constituyen una fuente de energía renovable e inagotable, teniendo un contenido energético próximo al de diesel fósil.

Las investigaciones relacionadas con la utilización de los aceites vegetales en motores diesel fueron iniciadas por el propio *Rudolf Diesel* en 1900. En las décadas siguientes las investigaciones se tornaron más sistemáticas y actualmente se sabe acerca de sus utilizaciones.

1.1.1. Aceite Residuos de Fritura

La utilización de aceites vegetales en fritura produce una cantidad significativa de aceites alimenticios usados. Estos poseen productos de degradación y materias externas, que alteran sus características originales

- Partículas en suspensión (pan, huevo, restos de alimentos, etc.)
- Alteración de la composición química debido al calentamiento arriba de los 180°C. formándose compuestos polinsaturados (sí el calentamiento del aceite efectuado a elevadas temperaturas y por un largo periodo de tiempo, los productos fritos con ese aceite pueden ser perjudiciales para la salud.)
- Cuando el calentamiento es demasiado intenso (normalmente por encima de los 250 °C.) el aceite comienza a quemar presentado humos

y cenizas en suspensión que confieren una coloración oscura. Estas partículas pueden ser también perjudiciales para la salud humana.

A pesar de las diferentes características y análisis efectuados a aceites alimenticios usados, se verifica que la diferencia con los aceites no usados, es que en la mayor parte de los casos el calentamiento y la filtración son suficientes para remover partículas en suspensión obteniendo una materia prima que puede ser utilizada en procesos de producción de jabón o utilizada como fuente de energía en la cual esta incluida la producción de biodiesel.

1.1.2. Aceite de Soya.

La producción de soya constituye uno de los más importantes sectores del complejo agroindustrial, por la amplia utilización de sus productos en las industrias de cosméticos y como materia prima en el procesamiento de alimentos para el consumo humano. Los triglicéridos del aceite de soya contienen ácidos grasos, saturados e insaturados.

La composición del aceite de soya bruto varía bastante, particularmente en el tipo de ácido graso insaturado dependiendo de la variedad de la soya y de las condiciones climáticas donde fue plantada.

El aceite de soya es una excelente fuente de ácidos grasos esenciales, linoléico (50%) y linolenico (7%), además contiene ácido oleico (24%), e tocoferol (vitamina E). Por causa de este contenido relativamente alto de ácido linoléico, el aceite de soya no es tan estable a la auto-oxidación cuanto deseable y el aroma, olores desagradables se desenvuelven más rápidamente que en aceites que no lo contienen.

1.1.3. Aceite de Palma

Como otros aceites y grasas comestibles, el aceite de palma y sus derivados, por ejemplo, la oleina de palma y la estearina de palma, son fácilmente absorbidos y utilizados en el proceso metabólico. Cada gramo de aceite concentrado tiene una densidad de energía equivalente a nueve calorías y es entonces, fuente alimenticia útil que satisface las exigencias diarias de energía. El aceite de palma tiene una composición de ácidos grasos que es aproximadamente 51% insaturada y 49% saturada, en cuanto que la oleina de palma es más insaturada (cerca de 56%). Esta composición de aceite provee para nuestra exigencia diaria de ácido graso esencial en la forma de 11% de contenido de ácido linoléico. Considerando que es un aceite comestible dietético de origen vegetal está, esencialmente, libre de colesterol. Su composición natural de ácido graso también requiere una mínima modificación química para su uso en una gran variedad de formulaciones alimenticias. Esto es ventajoso en relación a otros aceites comestibles líquidos, pues estos requieren hidrogenación (resultando en la formación de ácidos grasos trans), hecho este que puede perjudicar la salud humana.

1.1.4. Aceite de Coco

La utilización de aceite de coco en la producción de biodiesel fue motivada por ser uno de los pocos aceites vegetales constituidos de aproximadamente 80% de ácidos grasos con números de carbono entre 8 y 14 tales como: ácido caprílico ($C_8H_{16}O_2$), ácido laurico ($C_{12}H_{24}O_2$), ácido mirístico ($C_{14}H_{28}O_2$). Ese hecho permite la utilización del biodiesel de aceite de coco como queroseno vegetal, una vez que el queroseno es constituido básicamente por hidrocarbonatos con 14 y 12 carbonos.

1.2. Etanol

El etanol es hoy una de las principales fuentes de energía en el Brasil. Es una fuente de energía renovable, poco contaminante, y se ha aplicado en celdas de combustible, posibilitando la eficiencia energética mejor que la utilizada y con prácticamente ninguna emisión de contaminantes. Además de esto, Brasil es el mayor productor mundial de caña de azúcar y también de etanol.

Las principales características del Etanol:

ESTADO FÍSICO	LÍQUIDO INCOLORO Y VOLÁTIL, CON OLOR Y SABOR CARACTERÍSTICOS;
Fórmula Molecular:	CH_2OH_5
Peso Molecular:	46
Densidad API:	47,1
Masa Específica:	789,1 Kg./M ³
Temperatura de fusión (a 101,35 kPa): -	117,22° C
Temperatura de ebullición (a 101,35 kPa):	77,78° C
Calor latente:	921096,00 J/Kg.
Valores Caloríficos:	26990,90 J/Kg. (mas bajo) a 29,28 J/Kg. (mas alto)
Razón aire-combustible:	9,0 : 1
Octanaje (Método motor ASTM):	99
Índice de Cetano:	10

Tabla 1. Características del etanol.

A pesar de muchas investigaciones con biodiesel etílico que ya fueron realizadas en diversas partes del mundo, todos los países que utilizan Biodiesel lo hacen vía metílica. Esto ocurre porque en la mayoría de esos países la disponibilidad de etanol derivado de la biomasa es bastante reducida. Así, entre etanol y metanol fósil, evidentemente, se escoge el más

barato y el más reactivo, o sea el metanol. Entre tanto debido a la inmensidad territorial y que el escenario brasileño es atípico. Es un hecho bastante reconocido la importancia del alcohol etílico (etanol) en el mercado energético Brasileño.

La utilización de ambos alcoholes posee sus propias ventajas y desventajas quedando la selección luego de un análisis de disponibilidad y de los objetivos.

1.2.1. Metanol. Ventajas y desventajas.

Ventajas

- El consumo de metanol en el proceso de transesterificación es cerca de 45% menor que el del etanol anhidro.
- El precio del metanol es casi la mitad del etanol.
- Para una misma tasa de conversión (las mismas condiciones operacionales) el tiempo de reacción utilizado metanol es casi la mitad que utilizando etanol.
- Considerando la misma producción de biodiesel el consumo de vapor en la ruta metílica es cerca del 20% del consumo en la ruta etílica y el consumo de electricidad es menos de la mitad.
- Los equipos de la planta de proceso con la ruta metílica es cerca de un cuarto de volumen de los equipos para la ruta etílica, para una misma productividad y misma cantidad.

Desventajas

- A pesar de poder ser producido a partir de la biomasa es tradicionalmente un producto fósil.
- Es bastante tóxico
- Mayor riesgo de incendios (más volátil) posee llama invisible.

- Transporte es controlado por la policía por tratarse de materia prima para la extracción de drogas.

1.2.2. Etanol. Ventajas y desventajas.

Ventajas

- Producción alcoholera en el Brasil ya consolidada.
- Produce biodiesel con mayor índice de centano y mayor lubricidad comparado con el biodiesel metílico.
- Se produce a partir de biomasa (como es el caso de casi toda la totalidad de la producción brasileña), **PRODUCE UN COMBUSTIBLE 100% RENOVABLE.**
- Genera aun más ocupación y renta en el medio rural.
- Genera aun más economía de divisas.
- No es tan tóxico como el metanol
- Menor riesgo de incendios.

Desventajas

- Los ésteres etílicos poseen mayor afinidad a la glicerina dificultando la separación.
- Posee azeotropía, cuando se mezcla con agua, con esto su deshidratación requiere mayores gastos energéticos e investigaciones con equipos.
- Los equipos de proceso de la planta con ruta metilica es ceca de un cuarto de volumen de los equipos para ruta etílica, para una misma producción y cantidad.
- Dependiendo del precio de la materia prima los costos de producción de biodiesel etílico pueden ser hasta 100

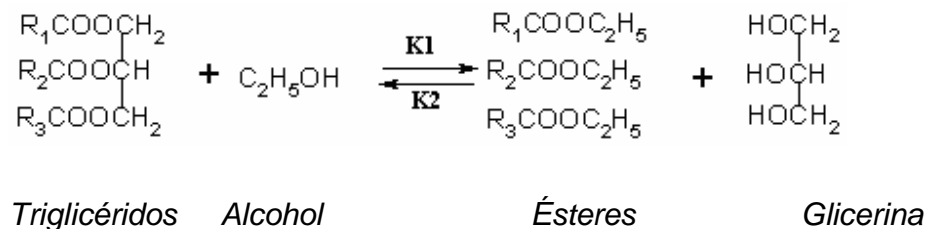
% mayores que el metílico

1.3. Cinética de la producción de biodiesel a partir de aceites vegetales. Reacción de Transesterificación.

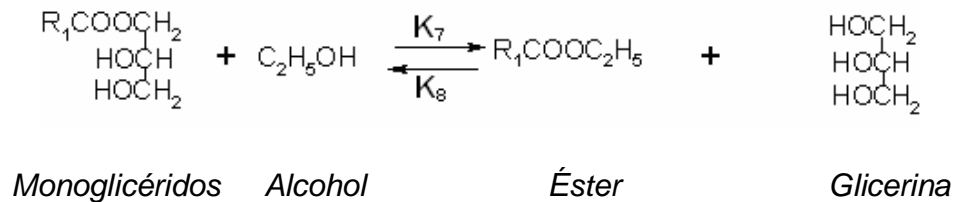
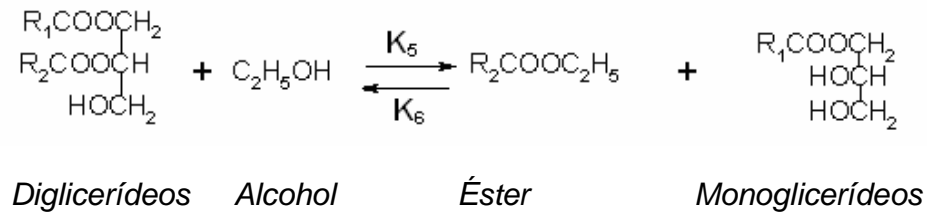
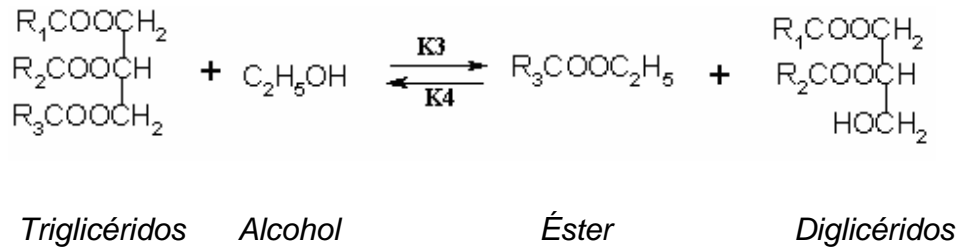
La transesterificación es la forma más usual de producción de biodiesel. Esta reacción consiste en la mezcla de un alcohol, preferiblemente de bajo peso molecular, con un aceite vegetal o grasa animal. Diferentes variables influyen la reacción de transesterificación, como la temperatura de reacción, el nivel de agitación, el tiempo de reacción, la concentración de catalizador, la pureza de la materia prima. En este contexto, diversos estudios fueron realizados por el Laboratorio de Desenvolvimiento de Procesos de Separación (LDPS) de la Universidad Estatal de Campinas UNICAMP, buscando la optimización de las variables de los procesos de la transesterificación de aceites vegetales. [2, 3,5]

La reacción de transesterificación ocurre en tres etapas consecutivas y balanceadas, como se presenta abajo:

Reacción Global



Etapas de la reacción



En este trabajo se realizó el estudio cinético de la reacción de transesterificación de aceites vegetales, buscando determinación de las: constantes cinéticas (K), energía de activación de la reacción de transesterificación (Ea). Se resalta que este estudio es de fundamental importancia para un buen dimensionamiento de reactores de transesterificación y viene siendo realizado por este grupo de investigación para diferentes oleaginosas. Durante este estudio, se determinaron los parámetros cinéticos para la transesterificación del aceite de palma, aceite de

coco y aceite de residuos de fritura y de este último se van a presentar los datos obtenidos. En este estudio se analizó la reacción global del proceso ya que era muy complejo estudiar las reacciones múltiples que ocurren en la producción de biodiesel.

La separación de las fases es una etapa importante de la producción de biodiesel. El proceso de refinado de los productos de la reacción de transesterificación pueden elevar substancialmente los costos de producción. La pureza del biodiesel debe ser alta y de acuerdo con las especificaciones (*Anexo 2*). De acuerdo con la especificación de la Unión Europea, el porcentaje de ácidos grasos libres, alcohol e agua deben ser mínimos de modo que la pureza del biodiesel sea mayor a 96,5 %.

La mezcla típica del producto de una reacción de transesterificación contiene ésteres, monoglicéridos, diglicéridos, glicerol, alcohol y catalizador, en varias concentraciones. En la separación el principal objetivo es remover los ésteres de esta mezcla, a bajo costo, y asegurar un producto de alta pureza. El glicerol en la forma pura es visto como un producto secundario de la reacción, pero para mantener la competitividad del costo de producción, la remoción y la reventa de glicerol es esencial. La mezcla restante, que contiene subproductos y alcohol debe tener el mínimo de contaminantes si la conversión fuera alta, excepto para el, alcohol que aun fuera destilado. Si la reacción consigue un alto nivel de conversión, el producto formara dos fases líquidas y una fase sólida, si fuera usado un catalizador sólido. La fase de

fondo será el glicerol y la fase de encima será alcohol y esteres (ver figura 1).

2. Desarrollo Experimental

2.1. Materiales, equipos y reactivos usados para la producción y purificación de biodiesel.

2.1.1. Materiales

- Vasos de precipitados (100, 250,500 y 1000 mL.).
- Erlenmeyers (100, 250,500 y 1000 mL.).
- Embudo de decantación de 2000 mL.
- Condensador en espiral.
- Termómetro.
- Viscosímetro Cannon-Fenske 200.

2.1.2. Reactivos

- Aceite de residuos de fritura.
- Aceite de palma.
- Aceite de coco.
- Alcohol etílico al 99,5%.
- Hidróxido de sodio.

2.1.3. Equipos

- Reactor batch de 1L de volumen (cinética).
- Reactor batch de 5L de volumen (producción).
- Roto-evaporador *Fisatom*.
- Agitador mecánico.
- Cromatógrafo *Waters*.
- Destilador molecular centrífugo (purificación).
- Baño termostataado *Quimis*.
- Placa de calentamiento *Fisatom*.
- Balanza analítica *Gehaka*.

2.2. Variables de proceso.

2.2.1. Producción de biodiesel.

- Relación molar de aceite – alcohol.
- Porcentaje de catalizador a utilizar.
- Temperatura de reacción.
- Velocidad de agitación.

2.2.2. Purificación de biodiesel

- Temperatura de lavado del agua. (Lavado)
- Temperatura de lavado del Biodiesel. (Lavado)
- Ph del agua de lavado. (Lavado)
- Tasa de alimentación. (Destilación molecular)
- Temperatura del alimento. (Destilación molecular)
- Temperatura del evaporador. (Destilación molecular)
- La presión del proceso. (Destilación molecular)

Cualquier alteración o perturbación en las variables de la destilación molecular incide fuertemente en el resultado este proceso.

2.3. Producción de biodiesel

La reacción de transesterificación se realizó en reactores batch (BSTR), equipado con una camisa de calentamiento y agitación mecánica. El tiempo de reacción fue mantenido constante en 30 minutos para la parte de la cinética de la producción de biodiesel pero para la parte de solo producción el tiempo de reacción fue de dos horas, la concentración de catalizador

utilizado fue del 1% de la masa de aceite usado, la agitación fue mantenida constante en 400 rpm y fueron realizadas reacciones a 30, 50, 70 y 80 °C. Se resalta que, fueron realizadas reacciones por duplicado, y retiradas las muestras en tiempos correspondientes a 0.5, 1, 2, 3, 5, 7, 10, 12, 15, 30 minutos de reacción esto se realizó cuando se tomaron los datos para la cinética.

Las etapas presentes en el proceso de producción de biodiesel serán descritas a continuación.

Inicialmente se determinó el peso molecular del aceite vegetal, utilizando las siguientes ecuaciones:

Masa de ácidos grasos libres (AGL):

$$\text{masa AGL}_{\text{total}} = \sum_{I=1}^N x_i * M_{WI}$$

x_i = porcentaje de ácido presente en el aceite.

M_{WI} = peso molecular del ácido.

Peso molecular del aceite vegetal:

$$M_{W_{\text{ACEITE}}} = 3 * \left(\frac{\text{masa}}{\text{mol}} \text{ AGL}_{\text{total}} \right) + M_{W_{\text{GLICERINA}}} - 3 * M_{W_{\text{AGUA}}}$$

$\left(\frac{\text{masa}}{\text{mol}} \text{ AGL}_{\text{total}} \right)$ = peso molecular promedio de los ácidos grasos presentes

en el aceite utilizado.

$M_{W_{\text{ACEITE}}}$ = peso molecular del aceite.

$M_{W_{\text{GLICERINA}}}$ = peso molecular de la glicerina.

$M_{W_{\text{AGUA}}}$ = peso molecular del agua.

La reacción consiste en la mezcla de alcohol (etanol) y de aceite vegetal en

presencia de un catalizador, la cantidad de catalizador que se utilizó fue de 1% en peso de la masa de aceite vegetal mas la cantidad de AGL presentes en esta materia prima. En cuanto la relación molar de alcohol-aceite vegetal utilizada corresponde a 12:1 buscando facilitar la separación entre la fase Ester y la glicerina.

La reacción consiste en el calentamiento del aceite vegetal en el reactor hasta la temperatura deseada. En seguida, se solubiliza el catalizador (NaOH) en el etanol y a continuación se agrega al reactor y comienza la reacción.

Después del tiempo deseado de reacción ya sea para la producción o para la cinética, la agitación es interrumpida y la mezcla es enfriada finalizando así la reacción. La mezcla luego va para el Roto-evaporador, en este equipo es retirado la mayor parte de exceso de alcohol presente aun en la mezcla luego de obtenido esta nueva mezcla es llevada a un embudo de decantación donde ocurre la separación de las fases Ester-Glicerina (Figura 1). La fase inferior es rica en glicerina y posee coloración anaranjada en consecuencia a la presencia de residuos de catalizador (NaOH). La fase superior es constituida de Ester y de impurezas y posee una coloración amarillenta.

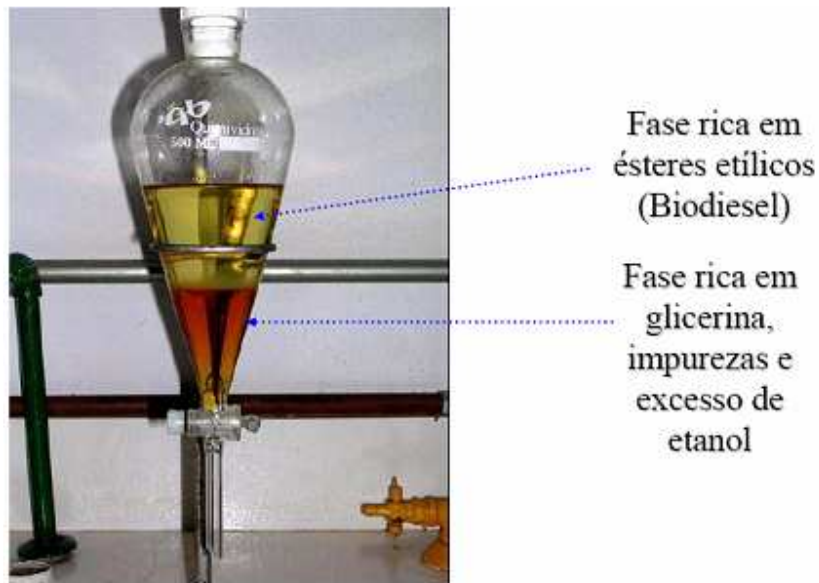


Figura 1. Separación de las fases ester y glicerina.

2.4. Purificación de biodiesel

El lavado del ester tiene como objetivo neutralizar este producto, retirando residuos de catalizador, glicerina y alcohol. El biodiesel fue purificado mediante el lavado con fracciones mínimas de agua acidificada. Después del lavado y neutralización del biodiesel, este producto fue secado al vacío en presencia de un deshumidificante. Se resalta que, existe una necesidad de purificación del biodiesel para atender a los patrones y especificaciones de calidad exigidos por la ANP (Agencia Nacional del Petróleo, Gas Natural y Biocombustibles de Brasil). Tanto en términos de residuos provenientes de la materia prima y de la glicerina, como en términos de humedad y acidez. Después de la filtración a vacío, se determinó la humedad del ester utilizando la metodología oficial AOCS Ca 2a-45. La figura 2 muestra la secuencia del proceso de lavado.

2.4.1. Procedimiento de lavado.

Se adicionó un 5% (porcentaje de masa de biodiesel a lavar) con el objetivo de neutralizar la solución que ya estaba básica por tener NaOH como catalizador. La solución fue agitada vigorosamente con un bastón de vidrio por un minuto, siendo luego dejada en un embudo de decantación para separar el biodiesel del agua y el alcohol. Como la fase acuosa queda en el fondo del embudo se toma y se mide el pH el cual debe estar neutro, caso contrario se debe realizar el proceso de lavado nuevamente hasta que se alcancen los objetivos determinados.



Figura 2. Lavado del Biodiesel.

Después del lavado, el biodiesel es llevado al destilador molecular, buscando una separación de los esteres de menor peso molecular.

La materia prima para ser procesada en el destilador molecular tiene que estar exenta de sólidos y/o compuestos volátiles como solventes, alcohol y otros que dificulten el proceso de separación.

Por tanto casi siempre es necesario que se prepare el material antes de destilarlo:

- Por medio de filtración, eliminando los sólidos presentes en la alimentación.
- A través de reacciones químicas, transformando compuestos pesados en compuestos mas leves, facilitando o igual permitiendo su

destilación en condiciones mas bajas.

- Mediante una simple evaporación en presiones reducidas de las materias primas para remover volátiles, pues estas materias a la presión de operación del destilador molecular (10^{-3} mm Hg.) interfieren en el sistema de vacío, imposibilitando la reducción de la presión a niveles de proceso provocando una destilación no eficiente.
- Eliminados jabones, otro contaminante que puede tener el alimento que interfiere en la destilación molecular.

El lavado del biodiesel, permitió la eliminación de componentes volátiles (alcoholes) y sólidos provenientes de residuos de catalizador.

2.4.2. Destilación Molecular.

La Destilación Molecular es un caso particular de evaporación, la cual ocurre en presiones extremadamente bajas, de modo que el efecto de vapor generado sobre el líquido prácticamente no influye la tasa de evaporación e el factor de separación.

Las moléculas evaporadas, llegan al condensador fácilmente, una vez que encuentran un camino relativamente fácil. Por este motivo, la destilación molecular es considerada un proceso de no equilibrio.

La Destilación Molecular contiene dos procesos en si, aunque difiere de ellos en algunos aspectos, por ejemplo con una evaporación convencional la diferencia es porque en la Destilación Molecular la tasa de evaporación es gobernada por la tasa de moléculas que escapan de la superficie del líquido, por no existir retorno de las moléculas evaporadas a la fase líquida (no hay equilibrio), y la temperatura y la tasa de evaporación son determinadas por la cantidad de calor proporcionado al líquido (por la superficie calentada del evaporador) y son poco influenciadas por la condición de vapor. Además

difiere de la destilación convencional porque ni el punto de ebullición, ni la formación de burbuja son factores determinantes. [4]

2.4.2.1. Puesta en marcha del Destilador Molecular

Teniéndose la materia prima en la forma adecuada, se puede proceder con la destilación del biodiesel. Los equipos de destilación molecular presentan elevados niveles de control y por tanto brinda facilidades para su puesta en marcha.

- Inicialmente se debe circular agua en el sistema de enfriamiento de la bomba difusora y en el condensador.
- Se enciende el equipo de destilación en la corriente eléctrica.
- Se enciende el sistema de vacío, compuesto por la bomba mecánica.
- Luego se enciende el sistema de calentamiento del evaporador y se ajusta la temperatura de calentamiento: el control de temperatura es automático.
- Se continúa con el encendido del sistema de difusión del evaporador.
- Se ajusta después el valor de la razón de alimentación.
- Cuando la presión del destilador se acerca a valores de 10^{-3} mm. Hg., la bomba difusora puede ser encendida.
- Esperar que el vacío en el sistema sea cerca de 10^{-3} mm. Hg.
- Se enciende la bomba difusora.

2.5. Purificación de la Glicerina

La glicerina proveniente de proceso de producción de biodiesel esta contaminada con agua, monoglicéridos, diglicéridos, sales, jabones, residuos de catalizador y algunos residuos de esteres. Este producto es purificado mediante varias técnicas. Después de la neutralización este producto es

purificado mediante dos técnicas, primero se hace pasar la glicerina por una columna de carbón activo que permite la adsorción de las impurezas presentes en la glicerina la remoción de la coloración amarillenta característica de la glicerina neutralizada. La segunda técnica utilizada fue la destilación a vacío (destilación molecular) en el cual el grado de purificación de la glicerina es mucho mayor llegando casi a un grado de utilización en la industria farmacéutica.

2.6. Metodologías Analíticas.

2.6.1. Ácidos Grasos Libres (AGL). Procedimiento

La caracterización de la materia prima ocurre a través de determinación de acidez, esta determinación es fundamental importancia pues la acidez de la materia prima indica el tipo y la cantidad de catalizador que deberá ser utilizado. El análisis de AGL será realizado de acuerdo con la metodología AOCS Ca 5a-40. En este método la muestra es disuelta en alcohol etílico y titulada con Hidróxido de Sodio. El porcentaje de AGL es calculado en términos de ácido Oleico, de acuerdo con la ecuación siguiente:

$$\%AGL = \frac{\text{mL de alcali} \times N \times 28.2}{\text{masa(g de muestra)}}$$

En esta ecuación, mL de álcali representa el volumen de NaOH utilizado y N es la normalidad de esta solución. La constante 28,2 esta relacionada con el peso molecular del ácido oleico.

2.6.2. Determinación de la conversión en Esteres.

El análisis de la conversión de Esteres (biodiesel) se realizó por

cromatografía líquida de exclusión de tamaño, también conocida como High Performance Size-Exclusion chromatography (HPSEC), Este equipo permite una medida exacta de la composición de lípidos en las reacción, Además, no es necesario la preparación de las muestras, solamente una previa dilución en la fase móvil.

2.6.3. Determinación del Porcentaje de Humedad.

La metodología utilizada fue la AOCS Ca 2^a-45, en este método el Biodiesel es calentado hasta aproximadamente 230 °C. por medio de una manta de calentamiento y además se utilizo un balón de destilación conectado a un condensador (Figura 3). El calentamiento tiene como objetivo evaporar toda el agua existente en el biodiesel. En seguida, se adiciono Tolueno a la fracción evaporada. El volumen de agua se determino mediante turbación después de la adición de Tolueno. La formula que se uso es:

$$\% \text{Água} = \frac{\text{volumen de agua (mL)} * 0,997}{\text{masa de muestra (g)}} * 100$$

2.6.4. Viscosidad cinemática a 40°C.

Esta medida se realizó tomando como guía la norma ASTM D 6584, la viscosidad cinemática expresa la resistencia ofrecida por el biodiesel al flujo. Su control busca garantizar un funcionamiento adecuado de los sistemas de inyección e las bombas de combustible, además de preservar las características de lubricidad del Biodiesel.

La determinación experimental de la viscosidad cinemática es efectuada por

la medición del tiempo de escurrimiento de un volumen de Biodiesel, fluyendo por gravedad, a través de un viscosímetro capilar de vidrio calibrado, en la temperatura de interés, en este caso 40°C. y el montaje es el mostrado en la figura 4.

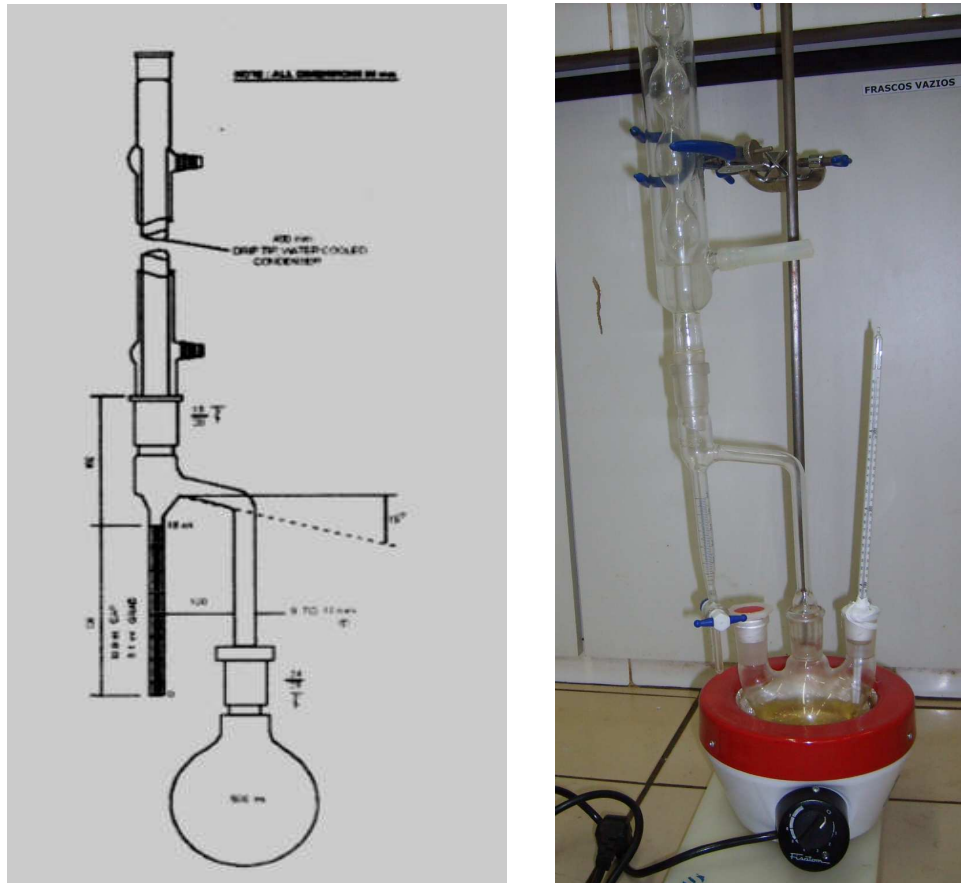


Figura 3. Montaje de Determinación del Porcentaje de Humedad.



Figura 4. Montaje Medida de la Viscosidad Cinemática a 40 °C.

3. Resultados.

3.1. Caracterización del biodiesel.

Todos los resultados peso específico, viscosidad, densidad, AGL son para Biodiesel producido a partir de aceite de coco.

	BIODIESEL SIN DESTILAR	BIODIESEL DESTILADO
PESO ESPECIFICO A 20°C(g/mL)	0.85	0.84
VISCOSIDAD A 40°C (mm²/s)	2.404	2.488
ACIDEZ (%)	0.179	0.131
% DE HUMEDAD	-----	0.4985

Tabla 2. Caracterización del biodiesel.

3.2. Determinación de la conversión de Esteres.

3.2.1. Datos obtenidos en el cromatógrafo HPSEC.

Teniendo en cuenta los datos (*Anexos 3*) obtenidos con ayuda del cromatógrafo HPSEC y el programa Millennium 32 (chromatography

manager) y realizando las graficas por medio de programa ORIGIN 6.0 se obtienen los siguientes gráficos:

- **ACEITE DE FRITURA 30°C.**

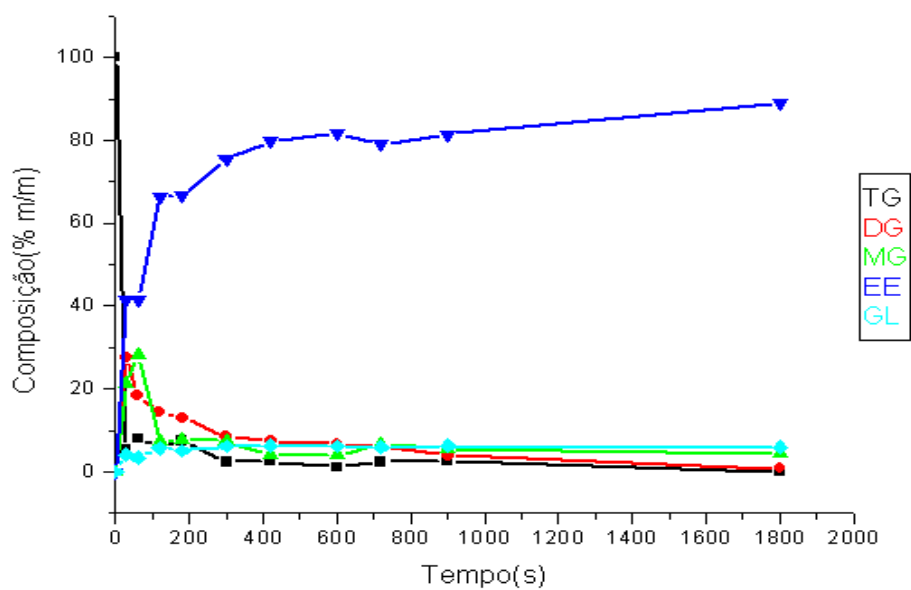


Figura 5. Desarrollo de la reacción de transesterificación del aceite residuo de fritura a 30°C. y 1% de catalizador.

- **ACEITE DE FRITURA 50°C.**

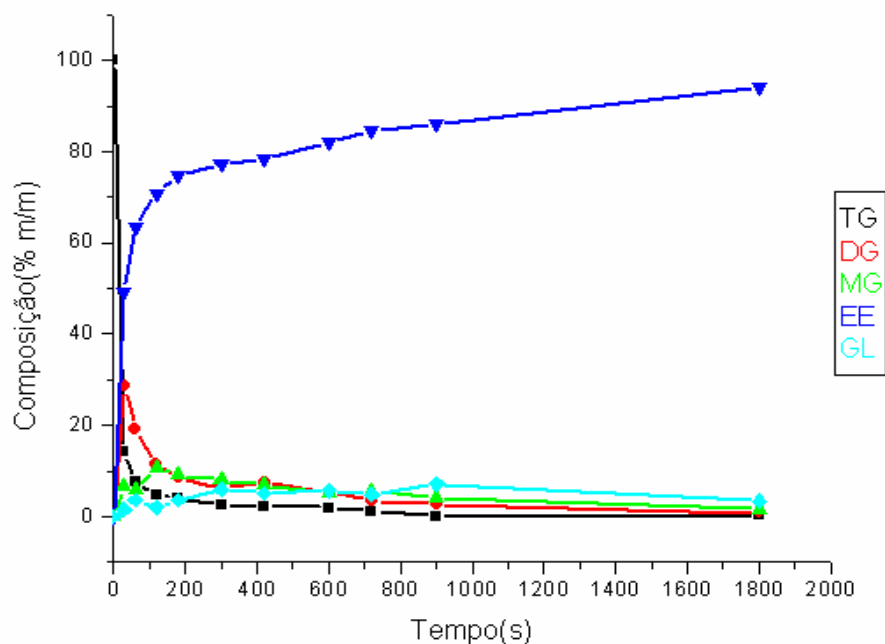


Figura 6. Desarrollo de la reacción de transesterificación del aceite residuo de fritura a 50°C. y 1% de catalizador.

- **ACEITE DE FRITURA 70°C**

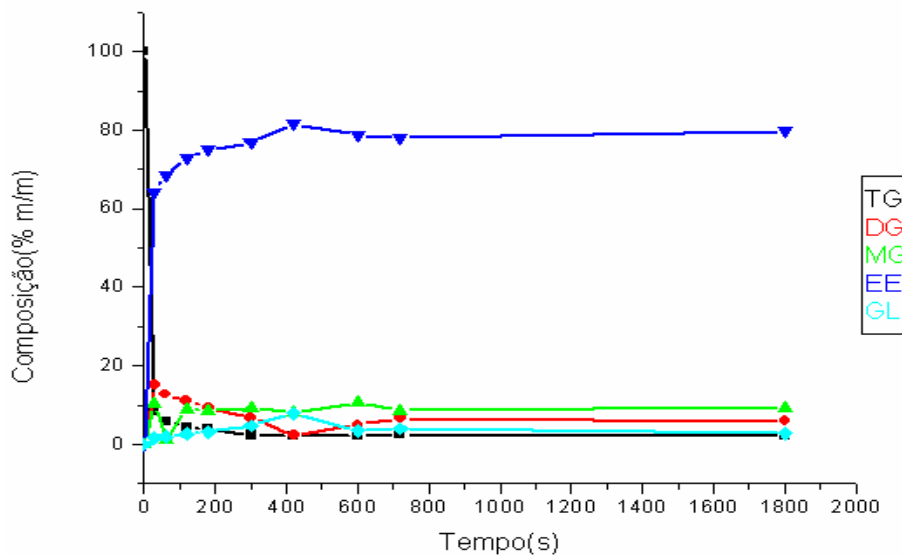


Figura 7. Desarrollo de la reacción de transesterificación del aceite residuo de fritura a 70°C. y 1% de catalizador.

- **ACEITE DE FRITURA 80°C.**

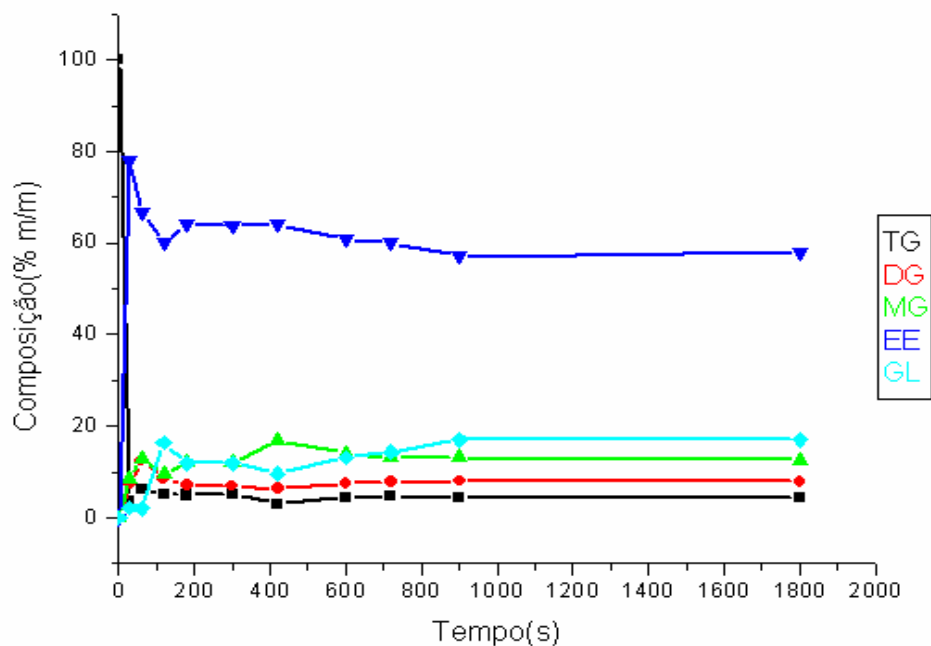


Figura 8. Desarrollo de la reacción de transesterificación del aceite residuo de fritura a 80°C. y 1% de catalizador.

A continuación serán mostrados algunos resultados obtenidos en el HPSEC, este equipo ofrece la concentración de ester en porcentaje másico (%p/p). La Figura 9 muestra un cromatograma del aceite de coco, observe que esta materia prima es constituida de 100% de triglicérido. La Figura 10 muestra un cromatograma de la transesterificación del aceite de coco. Observándose que la reacción es rápida, habiendo la formación de 49,21% p/p de biodiesel después 0,5 minutos de reacción a la temperatura de 50°C. En esta reacción fue utilizado 400 gramos de óleo de coco, diluido en 284,11 g de etanol, en presencia de 4 gramos de hidróxido de sodio. Después de 10 minutos de reacción se alcanzó una concentración de ester correspondiente a 81,95% p/p, como puede ser visto en la Figura 11. El rendimiento de ester fue calculado utilizando la ecuación, después de 10 minutos de reacción, el rendimiento obtenido de 98,08

$$\% \text{Rendimiento} = \frac{C_i - C_f}{C_i} * 100$$

Donde C_i corresponde a la concentración inicial de triglicérido y C_f la

concentración final.

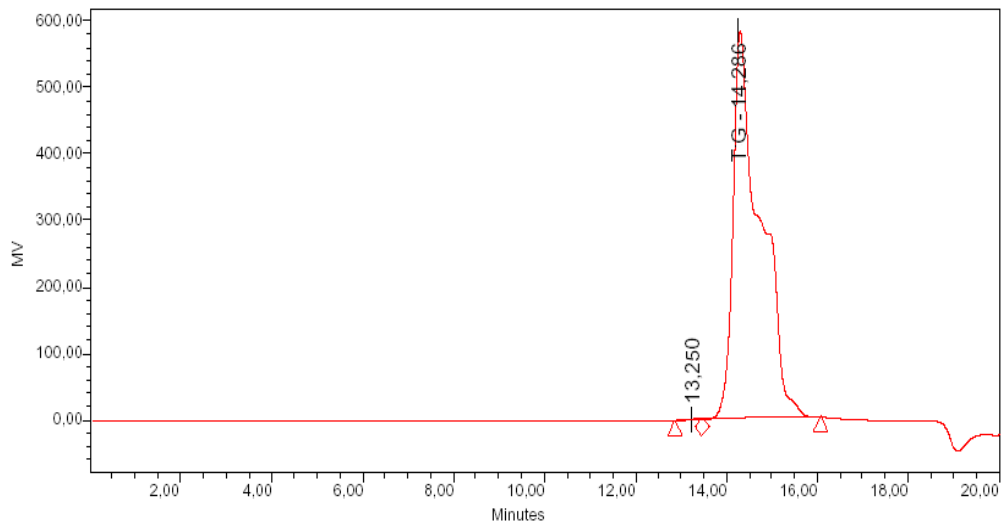


Figura 9. Cromatograma de aceite residuo de fritura utilizando HPSEC, TG: triglicérido.

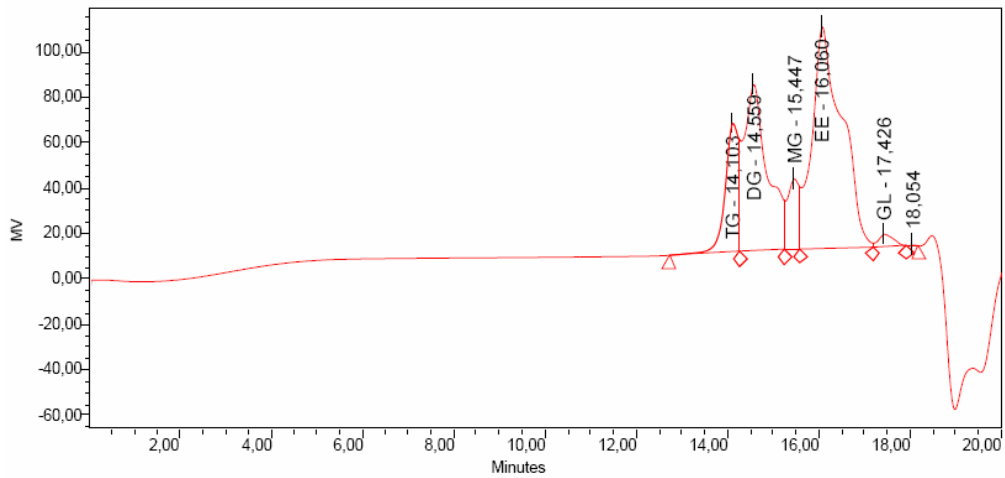


Figura 10. Cromatograma de la reacción de transesterificación del aceite de coco. Tiempo correspondiente a 0,5 minutos, TG: triglicérido; DG: diglicérido; MG: monoglicérido; EE: ester estílico; GL: glicerina. Temperatura de 50 °C.

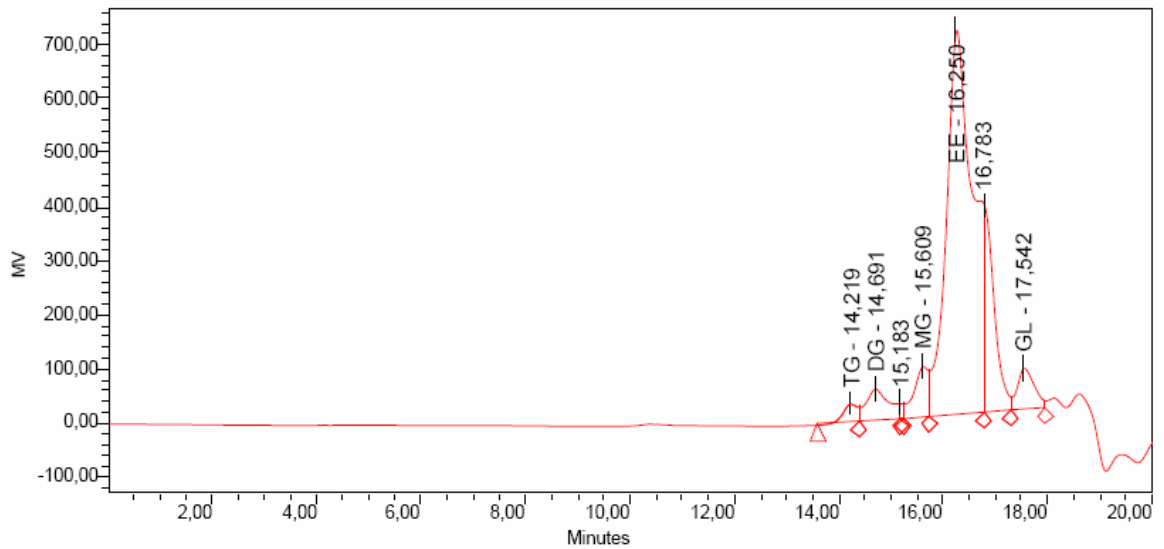


Figura 11. Cromatograma de la reacción de transesterificación de aceite de palma. Tiempo correspondiente a 10 minutos, TG: triglicérido; DG: diglicerídeo; MG: monoglicerídeo; EE: ester estílico; GL: glicerina. Temperatura de 50°C.

3.3. Parámetros cinéticos de la reacción de producción de Biodiesel a partir de aceite residuos de fritura.

Teniendo en cuenta los datos obtenidos en el cromatógrafo por medio del método HPSEC (*Anexo F*) tenemos los siguientes gráficos que nos proporcionaran algunos resultados acerca de la cinética de la producción del Biodiesel a partir de aceite residuos de fritura:

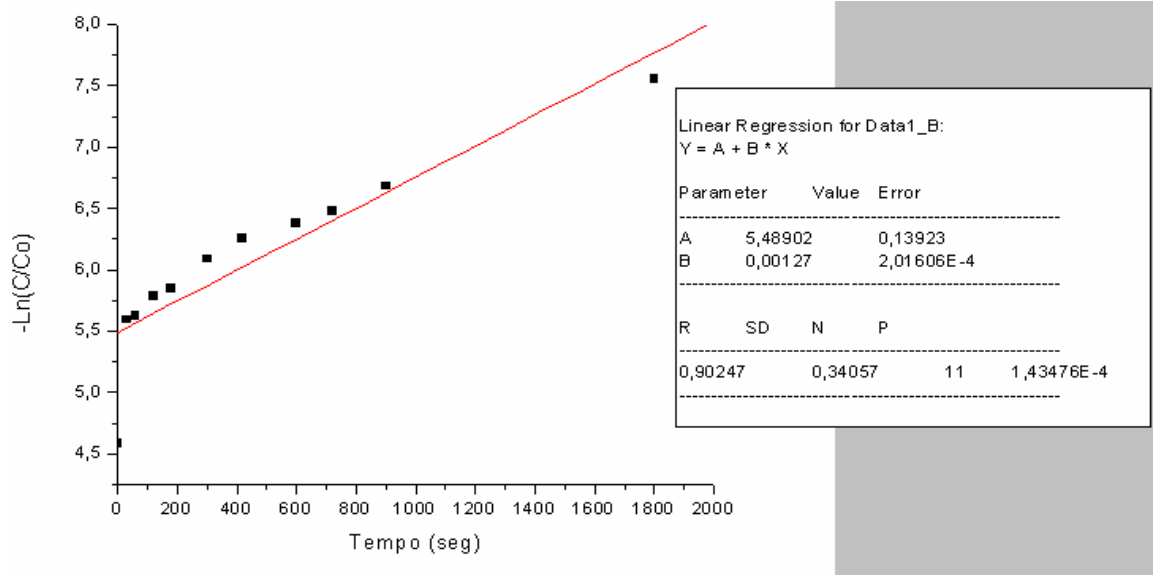


Figura 12. Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 30°C.

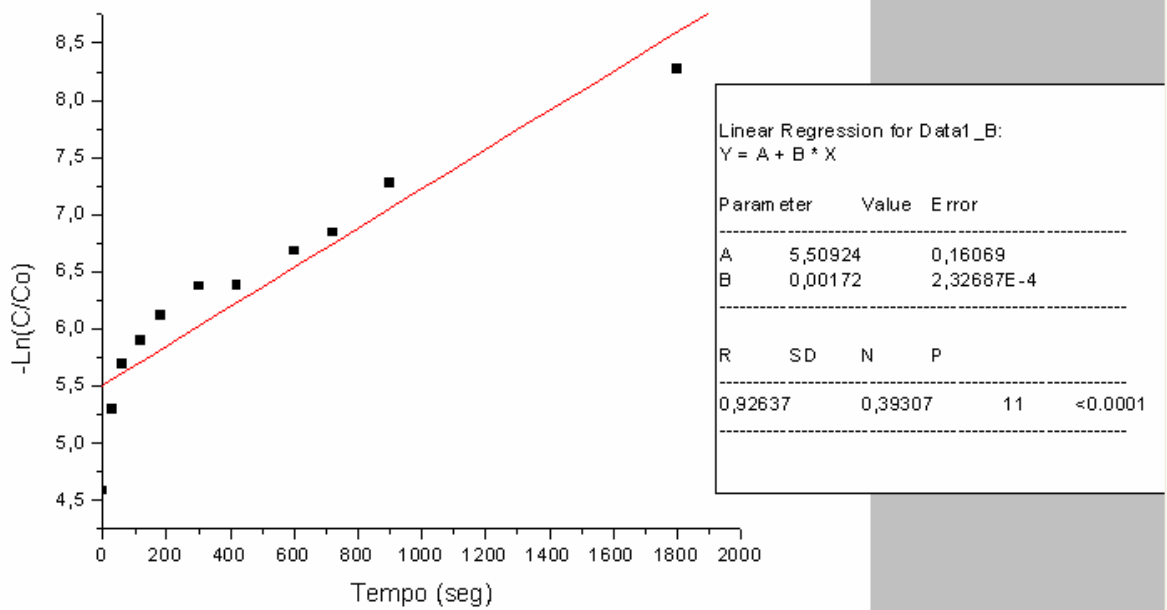


Figura 13. Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel 50°C.

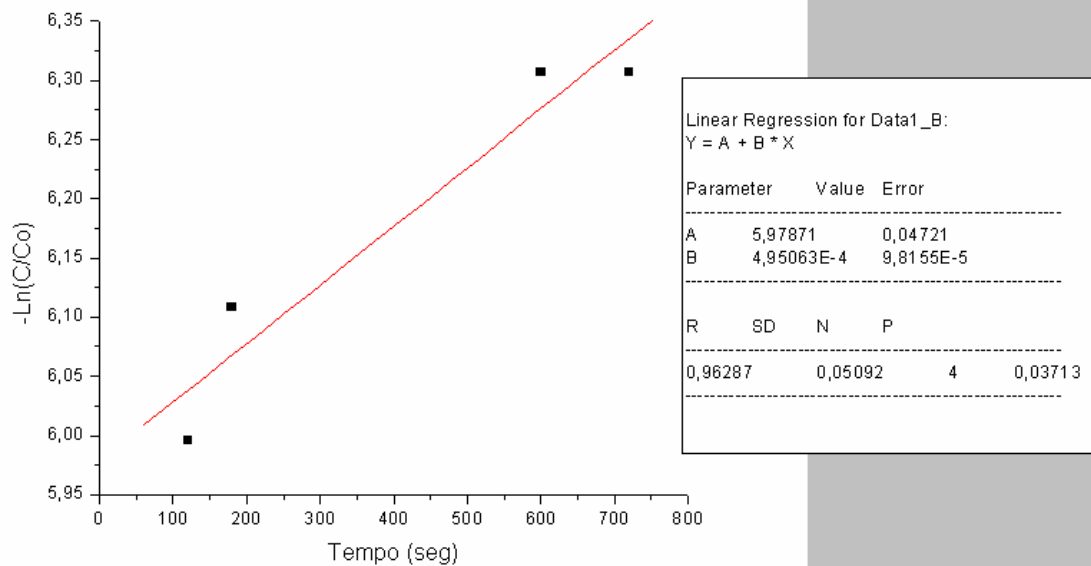


Figura 14. Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 70°C.

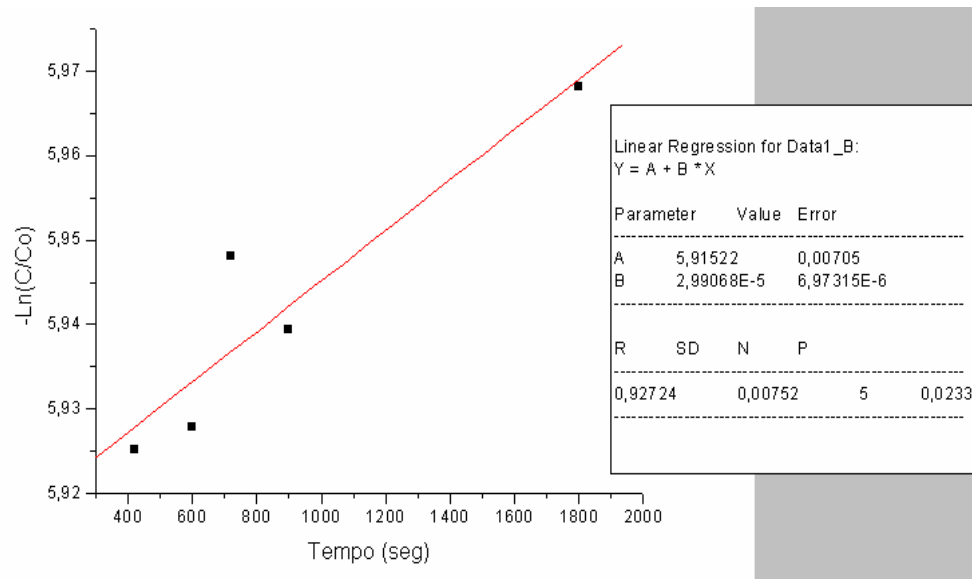


Figura 15. Cinética de pseudo primer orden de la reacción de producción de biodiesel a 80°C.

Después de analizar las gráficas 12, 13, 14 y 15 y observar algunos parámetros que ellas mostraban se pueden calcular los siguientes datos de ellas:

$k \text{ (s}^{-1}\text{)}$	$T \text{ (}^\circ\text{C)}$
0,00127	30
0,00172	50
4,95E-4	70
2,99E-5	80

Tabla 3. Análisis de las gráficas. Constantes de la reacción global a diferentes temperaturas.

Y teniendo en cuenta otros parámetros cinéticos y con ayuda de algunas gráficas y ecuaciones, como la conocida ecuación de Arrhenius, se tiene lo siguiente:

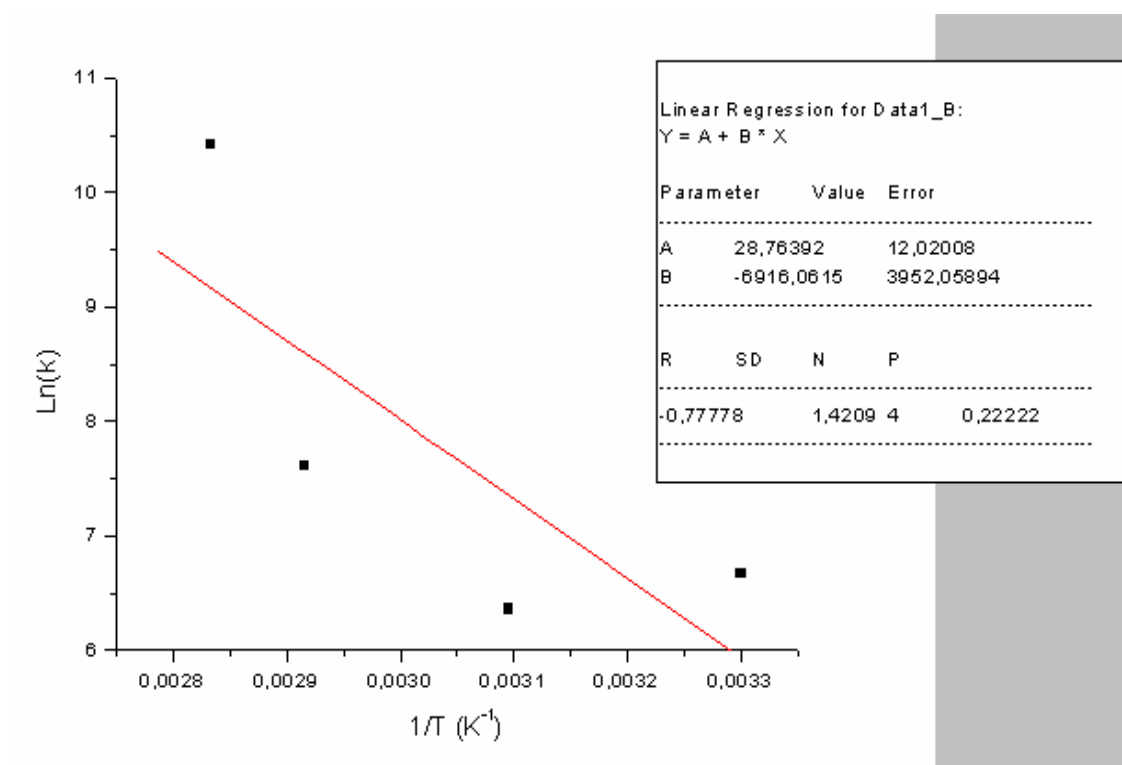


Figura 16. Gráfica de la ecuación de Arrhenius.

Observando á Fig. 5 se pueden obtener algunos datos como, (E_a/R) y teniendo este resultado el valor de $E_a = 57,50$ kJ/mol. Además de esto a partir de la figura 5 tenemos la ecuación de la reacción:

$$\text{Ln}(k) = 28,764 - \frac{6916,0615}{T}$$

3.4. Discusión de Resultados.

- Los resultados obtenidos en la caracterización del biodiesel se encuentran dentro de los valores aceptados por las especificaciones dadas por la Unión Europea para este tipo de Biocombustibles.
- La conversión de TG en esteres en la figura 5 presenta un crecimiento irregular ya que presenta dos secciones donde la reacción trata de estabilizarse, esto ocurre cerca de los primeros tres minutos de reacción, pero de nuevo comienza a aumentar la conversión hasta estabilizarse y llegar a su máxima conversión 90%, a los 30 minutos de reacción. Caso contrario ocurre en la reacción a 50°C y 1% de catalizador donde la conversión aumenta de forma continua y regular alcanzando su estabilización cerca de los 15 minutos de reacción y alcanzando su máximo valor de conversión 94% a los 30 minutos de reacción.
- En las reacciones a temperaturas mayores, 70 y 80°C, se observa un aumento rápido en la conversión de TG a esteres en un corto tiempo de reacción, alcanzando sus valores más altos de conversión, pero luego de esto las reacciones se estabilizan y sus conversiones disminuyen. Además los valores máximos de conversión a estas temperaturas están por debajo de las conversiones que se obtuvieron a temperaturas de 30 y 50°C.

4. Conclusiones

- ✓ Se produjo Biodiesel a escala de laboratorio con diferentes aceites , como aceite de palma, aceite de soya, aceite de coco y aceite de residuos de fritura y para algunos de ellos se realizaron análisis que en la UNICAMP no se habían realizado antes.
- ✓ La mas alta conversión (90%) se logra con la transesterificación del aceite de residuos de fritura a 50°C y 1% de catalizador NaOH, y a temperaturas mayores de 70°C se alcanzan valores de conversión altos rápidamente pero luego disminuyen hasta casi un 60%.
- ✓ Se realizaron procesos de purificación del biodiesel obteniéndose resultados muy prometedores en un prototipo de destilación molecular.
- ✓ Se obtuvo un buen rendimiento de conversión (98%)de acuerdo a los datos obtenidos en el cromatógrafo por medio del método HPSEC lo cual nos indica que las producciones a escala de laboratorio fueron acertadas así como las condiciones a las cuales se trabajaron estas reacciones de transesterificación por lo tanto se seguirán trabajando con estas condiciones de operación en trabajos futuros.
- ✓ Se obtuvo la siguiente ecuación para la reacción de producción de biodiesel a partir de aceite residuo de fritura
$$\ln(k) = 28,764 - \frac{6916,0615}{T}$$
.Ecuación que en algunos puntos muestra un factor de correlación de 0,9.

Bibliografia

1. Gervajio, Gregorio C. Fatty Acids and Derivatives from Coconut Oil. IN: Bailey's Industrial Oil and Fat Products, 6.a ed. John Wiley & Sons, Inc. 2005.
2. Lima da Silva, N. Otimização das variáveis de processo da transesterificação (etanólise) do óleo de mamona: produção de biodiesel, tese de mestrado da Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2006.
3. Lima Silva N., Wolf Maciel M.R, Batistella C.B e Maciel Filho R., Optimization of Biodiesel Production from castor oil, Applied Biochemistry and Biotechnology, vol.129-132, 2006.
4. Batistella, C.B, Tecnologia da destilação molecular: da modelagem matemática á obtenção de dados experimentais aplicada a produtos de química fina, Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1999
5. Parente, Expedito José de Sá. "Biodiesel: uma aventura tecnológica num país engraçado", Seção 4: Processos de produção do biodiesel. Marzo/2003.
6. Leung D.Y.C., Transesterification of neat and used frying oil: Optimization for Biodiesel production. Departamento de Ingeniería Mecánica , Universidad de Hong Kong, 2006
7. Moraes B. E. Estudos dos processos de destilação de alfa-tocoferol(vitamina E) e de extração supercritica para a obtenção de alfa-tocoferol e beta-caroteno (pro- vitamina A).

ANEXO A. DETERMINACION DEL PESO ESPECIFICO DEL BIODIESEL

1. Resultados completos

Todos los resultados peso especifico, viscosidad, densidad, AGL son para Biodiesel producido a partir de aceite de coco.

✓ **Peso especifico Biodiesel.**

Peso especifico Biodiesel sin destilar.

Determinación del peso especifico del biodiesel de aceite de coco a 20 °C. de temperatura

Muestra	V/m(mL)	Masa (g)
1	50	42,5120
2	50	42,5094
3	50	42,2240
Media	50	42,4151
Peso especifico		0,85 g/ml

Tabla 4. Determinación del peso específico del biodiesel lavado.

Peso especifico Biodiesel destilado.

Muestra	V/m(mL)	Masa (g)
1	50	42,9389
2	50	42,9365
3	50	42,9467
Media	50	42,9407
Peso especifico		0,86 g/ml

Tabla 5. Determinación del peso especifico del biodiesel destilado.

ANEXO B. DETERMINACION DE ACIDOS GRASOS LIBRES-AGL

✓ Ácidos Grasos Libres – AGL

Acidez biodiesel destilado.

	Cantidades
V_B	1,32mL
m_{oleo}	28,22g
N_B	0,1 N
% Acidez	0,131 %

Tabla 6. Acidez biodiesel destilado.

Acidez biodiesel sin destilar.

	Cantidades
V_B	1,8ml
m_{oleo}	28,21
N_B	0,1 N
% Acidez	0,1799%

Tabla 7. Acidez biodiesel lavado.

ANEXO C. DETERMINACION DE LA VISCOSIDAD CINEMATICA

✓ Viscosidad cinemática a 40°C.

Tiempos tomados para la determinación de la constante del viscosímetro.

Determinación de la constante del viscosímetro utilizado

Corridas	Tiempo
1	00:08,52
2	00:08,49
3	00:08,51
4	00:08,46
5	00:08,50
6	00:08,50
7	00:08,51
8	00:08,50
9	00:08,48
10	00:08,49
Media	8,50 s.f.

Tabla 8. Determinación de la constante del viscosímetro

$$\rho_{(25^{\circ}c)} = 998,0479 \frac{Kg}{m^3}$$

$$\mu_{(25^{\circ})} = 0,00089 \frac{Kg}{m * s}$$

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} = 8,91741 * 10^{-7}$$

$$\nu = 0,891740767 \frac{mm^2}{s}$$

$$c = \frac{V_{(agua)}}{t_{(corrida)}} = \frac{0,891740767}{8,5} = 0,104911 \frac{mm^2}{s^2}$$

$$c = 0,104911 \frac{mm^2}{s^2}$$

Viscosidad biodiesel lavado.

corridas	Tiempo
1	00:22,92
2	00:22,96
3	00:22,91
4	00:22,90
5	00:22,93
Media	00:22,92
ν	2,404 $\frac{mm^2}{s}$

Tabla 9. Determinación de la viscosidad lavado

Viscosidad biodiesel destilado

corridas	Tempo
1	00:23,69
2	00:23,71
3	00:23,75
4	00:23,72
5	00:23,72
media	00:23,72
ν	2,488 $\frac{mm^2}{s}$

Tabla 10. Determinación de la viscosidad del biodiesel destilado

ANEXO D. DETERMINACION DE LA HUMEDAD DEL BIODIESEL

✓ Porcentaje de Humedad del Biodiesel.

	cantidad
Volumen de agua (mL)	1
Masa de Biodiesel (g)	200
% de Humedad	0,4985

Tabla 11. Porcentaje de humedad del Biodiesel.

ANEXO E. ESPECIFICACIONES PARA EL BIODIESEL

2. Especificaciones de la Unión Europea para el Biodiesel.

PROPIEDAD	UNIDAD	ESPECIFICACIONES	MÉTODO
PROPIEDADES COMO COMBUSTIBLE			
Densidad a 15°C	g/cm ³	0,86-0,90	EN ISO 3675 EN ISO 12185
Viscosidad Cinemática 40 °C	mm ² /s	3,5-5,0	EN ISO 3104
Punto de Inflamación	°C	>101	ISO/CD 3679
Punto de Obstrucción del Filtro Frío (POFF)	°C verano °C invierno	máx. 0 máx. <-15	DIN EN 116
Azufre	mg/kg	máx. 10	
Residuo Carbonoso Conradson (10 % residuo destilación)	% p/p	máx. 0,30	EN ISO 10370
Índice de Cetano	-	mín. 51	EN ISO 5165
Contenido en Cenizas	% p/p	máx. 0,02	ISO 3987
Contenido en Agua	mg/kg	máx. 500	EN ISO 12937
Partículas Sólidas	g/m ³	máx. 20	DIN 51419
Corrosión al Cobre (3h/50 °C)	-	máx. 1	EN ISO 2180
Estabilidad a la Oxidación (110 °C)	horas	6	pr EN 14112
PROPIEDADES COMO ÉSTER			
Índice de Acidez	mg KOH/g	máx. 0,5	pr EN 14104
Contenido en Metanol	% p/p	máx. 0,2	pr EN 14110
Contenido en Monoglicéridos	% p/p	máx. 0,8	pr EN 14105
Contenido en Diglicéridos	% p/p	máx. 0,2	pr EN 14105
Contenido en Triglicéridos	% p/p	máx. 0,2	pr EN 14105
Glicerina ligada	% p/p	máx. 0,2	CÁLCULO
Glicerina libre	% p/p	máx. 0,02	pr EN 14105 pr EN 14106
Glicerina total	% p/p	máx. 0,25	pr EN 14105
Índice de yodo	-	máx. 120	pr EN 14111
Metales Alcalinos (Na + K)	mg/kg	máx. 5	pr EN 14108 pr EN 14109
Fósforo	mg/kg	máx. 10	pr EN 14107

ANEXO F. DATOS OBTENIDOS EN EL CROMATOGRFO HPSEC

3. Datos obtenidos en el cromatógrafo HPSEC

a) Aceite residuos de fritura 30°C

Tiempo (min.)	TG	DG	MG	EE	GL	No EE	NO EE= C(mol/L)	- Ln (C/Co)
0	100	0	0	0	0	1	1,02149083	4,583907032
0,5	10,67	15,3	10,47	58,99	4,57	0,3644	0,37223126	5,593410146
1	9,8	16,5	8,93	59,38	5,39	0,3523	0,35987122	5,627179226
2	8,26	14,64	7,1	62,75	7,25	0,3	0,30644725	5,787879836
3	7,46	13,13	7,59	66,71	5,11	0,2818	0,28785611	5,850464711
5	4,68	9,02	8,49	71,95	5,86	0,2219	0,22666881	6,089435481
7	3,21	7,51	8,04	75,05	6,19	0,1876	0,19163168	6,257350274
10	2,43	6,29	7,89	78,25	5,14	0,1661	0,16966963	6,379072294
12	2,34	5,98	6,74	79,05	5,89	0,1506	0,15383652	6,477034996
15	2,69	3,95	5,63	81,46	6,27	0,1227	0,12533692	6,681919959
30	0	0,79	4,35	88,89	5,97	0,0514	0,05250463	7,552024138

Tabla 12. Datos aceite de fritura 30°C.

b) Aceite residuos de fritura 50°C

Tiempo (min.)	TG	DG	MG	EE	GL	No EE	N.EE= C(mol/L)	- Ln (C/Co)
0	100	0	0	0	0	100	1,021491	-0,02126
0,5	14,13	28,57	6,51	49,21	1,58	49,21	0,502676	0,68781
1	7,76	19,18	6,01	63,43	3,62	32,95	0,336581	1,088916
2	4,82	11,57	10,57	70,97	2,07	26,96	0,275394	1,289553
3	3,9	8,46	9,14	74,86	3,64	21,5	0,219621	1,515854
5	2,57	6,21	7,95	77,31	5,96	16,73	0,170895	1,766704
7	2,26	7,4	6,9	78,31	5,13	16,56	0,169159	1,776917
10	1,92	5,34	5,04	81,95	5,75	12,3	0,125643	2,074308
12	1,25	3,56	5,62	84,67	4,9	10,43	0,106541	2,239221
15	0,07	2,69	4,01	86,03	7,2	6,77	0,069155	2,671406
30	0,2	0,65	1,66	94,13	3,36	2,51	0,025639	3,663624

Tabla 13. Datos aceite de fritura 50°C.

c) Aceite residuos de fritura 70°C

Tiempo (min.)	TG	DG	MG	EE	GL	No EE	N.EE= C(mol/L)	- Ln (C/Co)
0	100	0	0	0	0	1	0,010215	4,583907
0,5	8,22	15,1	10,33	64,32	1,73	0,3365	0,003437	5,6730642
1	5,89	12,74	1,05	68,45	1,86	0,1968	0,00201	6,2094743
2	4,36	11,1	8,91	72,96	2,67	0,2437	0,002489	5,9957244
3	3,9	9,32	8,56	75,04	3,18	0,2178	0,002225	6,1080851
5	2,37	6,85	9,15	76,87	4,77	0,1837	0,001876	6,2783583
7	2,24	2,18	8,17	81,72	7,93	0,1259	0,001286	6,6561744
10	2,18	5,04	10,64	78,8	3,55	0,1786	0,001824	6,3065136
12	2,52	6,74	8,6	78,14	4	0,1786	0,001824	6,3065136
30	2,15	5,98	9,37	79,74	2,76	0,175	0,001788	6,3268763

Tabla 14. Datos aceite de fritura 70°C

d) Aceite residuos de fritura 80°C

Tiempo (min.)	TG	DG	MG	EE	GL	No EE	N.EE C(mol/L)	- Ln(C/Co)
0	100	0	0	0	0	1	0,010215	4,583907032
0,5	3,61	7,41	8,59	78,17	2,22	0,1961	0,002003	6,213037578
1	6,14	12,43	12,83	66,62	1,98	0,314	0,003207	5,742269325
2	5,24	8,59	9,49	60,22	16,46	0,2332	0,002382	6,039765856
3	4,93	6,99	12,09	64,07	11,92	0,2401	0,002453	6,010606808
5	5,12	6,92	11,98	64	11,98	0,2402	0,002454	6,010190401
7	3,02	6,23	16,9	64,22	9,63	0,2615	0,002671	5,925228027
10	4,44	7,53	14,11	60,74	13,18	0,2608	0,002664	5,927908481
12	4,6	7,85	13,11	60,08	14,36	0,2556	0,002611	5,948048588
15	4,48	8,04	13,26	57,14	17,08	0,2578	0,002633	5,93947822
30	4,52	7,87	12,66	57,99	16,96	0,2505	0,002559	5,96820339

Tabla 15. Datos aceite de fritura 80°C.