

**OBTENCIÓN DE UN BIOLUBRICANTE A PARTIR DE UNA GRASA RESIDUAL
DE LA INDUSTRIA AVÍCOLA**

**DANIELA ALEJANDRA RIVERA QUINTERO
PAULA ANDREA TELLO DURÁN**

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

2018

**OBTENCIÓN DE UN BIOLUBRICANTE A PARTIR DE UNA GRASA RESIDUAL
DE LA INDUSTRIA AVÍCOLA**

**DANIELA ALEJANDRA RIVERA QUINTERO
PAULA ANDREA TELLO DURÁN**

Trabajo de grado para optar al título de: Ingeniera Química

Director

**FREDY AVELLANEDA VARGAS
Doctor en Ingeniería Química Ambiental y Procesos**

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

2018

DEDICATORIA

Entrego este triunfo a Dios, sin Él este logro no sería posible, es mi compañía y mi guía en cada paso que doy.

Dedico esta alegría de convertirme en profesional a mi familia, ella que siempre ha estado conmigo y que nunca me ha fallado,

A mi papi que ha sido mi amigo y cómplice en este camino, aquel que ha estado cuidándome y guiándome, que cada día madrugaba para despertarme con una taza de café,

A mi mami que con sus consejos y sabiduría busca lo mejor para mí, ella que se ha esforzado grandemente por verme crecer y convertirme en una gran mujer, ella que es mi fan número uno

A mi hermana que es mi complemento y a quien quiero con todo mi corazón, mi colega y amiga que conoce todo de mí,

Mis abuelos, tíos y primos que siempre se han sentido orgullosos de cada triunfo y que han estado en las buenas y no tan buenas,

A Mafe y doña Yolima por su apoyo y compañía en este proceso, a Mapis y Dani por su amistad y lealtad, a Carol y Andrea por quererme tal y como soy y a Pipe por siempre escucharme.

A mi profe Miriam por todas sus enseñanzas y orientación y a todos mis amigos que me han visto reír y llorar, que siempre han estado ahí en todo momento, gracias a todos ustedes cada día de estos cinco años fue una experiencia maravillosa.

Daniela Alejandra Rivera Quintero

Quiero dedicar este trabajo a **mi familia**, quienes siempre me han apoyado,

A mis padres, quienes día tras día luchan para que pueda cumplir mis sueños y me motivan para ser una mejor profesional sin olvidar de dónde vengo y la importancia de la humildad,

A mi hermana que es uno de mis mayores motores para seguir adelante y quien siempre me llena de risas y entusiasmo en cada paso que doy,

A mi tía Stella, a mis abuelitos Alvaro y Edelmira y mi prima Laura quienes han sido mis ángeles en todo este recorrido que comencé hace cinco años, a ellos infinitas gracias por todo ese amor, paciencia y respaldo,

A mi abuelita Nubia gracias por sus consejos que me llenan de calma y sabiduría,

A Dios por todas sus bendiciones, porque me cuida y me guía hacia personas y experiencias maravillosas que me enseñan a ser mejor cada día,

Y a los futuros profesionales para que juntos seamos los hacedores de un mundo mejor, hombres y mujeres con ideas innovadoras, honrados, valientes y seguros de sí mismos, que cuiden y ayuden a preservar los recursos naturales y que luchen por una sociedad más justa y educada.

Paula Andrea Tello Durán

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química y a todo el personal docente por las enseñanzas transmitidas en estos años.

Al grupo de investigación INTERFASE por acogernos y creer en nuestra idea, por facilitarnos los equipos y reactivos necesarios para el desarrollo de este proyecto, al PhD Fredy Avellaneda por su apoyo y orientación durante este tiempo.

Al ingeniero Guillermo Aceros, al químico Joaquín Orozco, a don Eduardo y al señor Wilson por su colaboración e inmensa paciencia con nosotras, por su buena actitud en cada ayuda brindada.

Al docente Gustavo Ramírez, a Karen Patiño y al grupo de investigación en polímeros PIB por facilitarnos el desarrollo de las pruebas y su colaboración.

A la empresa AVIDESA MAC POLLO por la materia prima.

A Ingrid, Tatiana, Efrén y Elbert por sus conocimientos transmitidos y la orientación en el inicio del proyecto.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. MARCO TEÓRICO	21
1.1 LUBRICANTES.....	21
1.2 BIOLUBRICANTES.....	23
1.2.1 Formación del poliol éster	24
1.2.2 Obtención de metil ésteres: FAME (<i>Fatty acid methyl ester</i>)	25
2. METODOLOGÍA	26
2.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	26
2.2 PRETRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA: PRODUCCIÓN DEL BIODIESEL	27
2.3 OBTENCIÓN DEL BIOLUBRICANTE	29
2.3.1 Diseño experimental	30
2.3.2 Reacción de transesterificación inversa (RTI).....	31
2.3.3 Caracterización del biolubricante	31
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	32
3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	32
3.2 PRETRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA: PRODUCCIÓN DE BIODIESEL	35
3.3 OBTENCIÓN DEL BIOLUBRICANTE	40
3.3.1 Resultados Viscosidad e Índice de Viscosidad	40
3.3.2 Resultados rendimientos.....	42
3.3.3 Resultados TGA.....	44

4. CONCLUSIONES	52
5. RECOMENDACIONES.....	53
BIBLIOGRAFÍA.....	54
ANEXOS	60

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Reacción de transesterificación inversa.....	24
Figura 2. Diagrama resumen metodología.....	26
Figura 3. Comparación TGA del AAC – AAE y BA.	39
Figura 5. Rendimiento biolubricantes con TMP.	43
Figura 6. Rendimiento biolubricantes con NPG.	43
Figura 7. Análisis termogravimétrico biolubricantes con TMP.....	44
Figura 8. Caracterización muestra 5- muestra 6-Aceite Aviar Crudo - Aceite Aviar Esterificado - Biodiesel Aviar.	46
Figura 9. Análisis termogravimétrico biolubricantes con NPG	47
Figura 10. Análisis termogravimétrico muestra 20- AAC-AAE-BA.	48

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Medición propiedades fisicoquímicas.....	27
Tabla 2. Condiciones de la Reacción de transesterificación inversa.	30
Tabla 3. Comparación de AAC con otras materias primas [1, 6, 8, 20, 32].	32
Tabla 4. Comparación de AAC, AAE y BA.....	35
Tabla 5. Clasificación ISO VG [38].....	38
Tabla 6. Índice de viscosidad de las 5 mejores muestras de cada diseño central compuesto.	40
Tabla 7. Comparación Biolubricantes con TGA vs. Aceite crudo, esterificado, biodiesel, biolubricantes.....	45
Tabla 8. Comparación TGA Biolubricantes vegetales con Biolubricante animal...	49
Tabla 9. Comparación propiedades fisicoquímicas biolubricantes.....	49

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. REACCIONES PARA LA OBTENCIÓN DEL BIODIESEL	60
ANEXO B. NORMA ISO 660: MEDICIÓN DE ÍNDICE DE ACIDEZ.....	62
ANEXO C. CÁLCULOS ESTEQUIMÉTRICOS PRODUCCIÓN DE BIODIESEL PRUEBAS PRELIMINARES	64
ANEXO D. RESULTADOS PRUEBAS PRELIMINARES DEL BIODIESEL AVIAR.....	66
ANEXO E. CROMATÓGRAFO NORMA ESPAÑOLA UNE-EN 14103:2013.....	68
ANEXO F. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	69
ANEXO G. RESULTADOS VISCOSIDADES	72
ANEXO H. RESULTADOS RENDIMIENTOS DE LA REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN INVERSA.....	73
ANEXO I. ANÁLISIS DE INFRARROJO	75
ANEXO J. EVIDENCIA FOTOGRÁFICA	76

ABREVIATURAS

TMP	Trimetilolpropano
NPG	Neopentilglicol
FAME	(Fatty Acids Methyl Ester) Metil ésteres de ácidos grasos
KOH	Hidróxido de Potasio
H₂SO₄	Ácido sulfúrico
AAC	Aceite aviar crudo
AAE	Aceite aviar esterificado
MET	Metanol
IA	Índice de acidez
IV	Índice de viscosidad
BA	Biodiesel aviar
RM	Relación molar
BLA	Biolubricante aviar
CH₃ONa	Metóxido de sodio
DCC	Diseño central compuesto
ASTM	American Society for Testing and Materials
RE	Reacción de esterificación
RT	Reacción de transesterificación
RTI	Reacción de transesterificación inversa

RESUMEN

TÍTULO: OBTENCIÓN DE UN BIOLUBRICANTE A PARTIR DE UNA GRASA RESIDUAL DE LA INDUSTRIA AVÍCOLA.*

AUTOR: DANIELA ALEJANDRA RIVERA QUINTERO
PAULA ANDREA TELLO DURÁN**

PALABRAS CLAVE: Grasa residual avícola, biodiesel, biolubricante, transesterificación inversa.

DESCRIPCIÓN:

Una de las áreas de mayor interés en los últimos años ha sido la producción de biolubricantes debido a su naturaleza biodegradable y no tóxica para el medio ambiente, así, la búsqueda de materias primas de bajo costo para su producción se ha intensificado como es el uso de las grasas animales. Esta investigación tuvo como propósito obtener un biolubricante a partir de un residuo de la industria avícola; para ello primero se caracterizó la materia prima (aceite aviar crudo) y posteriormente se realizó un pretratamiento mediante dos reacciones: una esterificación ácida seguida de una transesterificación alcalina con el objetivo de producir un biodiesel de bajo índice de acidez ($< 1 \text{ mg KOH/g}$ muestra), el biodiesel producido reaccionó con un poliol para obtener el poliol éster (biolubricante). Se realizó un diseño central compuesto para cada tipo de poliol (TMP y NPG), teniendo como variables de entrada: la relación molar biodiesel: poliol (RM) y cantidad de catalizador metilato de sodio (CH_3ONa); los parámetros de la reacción fueron tiempo, presión, temperatura y agitación. Una vez obtenidos los biolubricantes, se centrifugaron y se analizó la parte líquida, la cual tuvo rendimientos entre el 20-60% luego se midieron las viscosidades cinemáticas siguiendo la norma ASTM D445 y se seleccionaron las cinco muestras de cada diseño con el mayor valor de esta propiedad, finalmente se analizó el índice de viscosidad y TGA de las muestras seleccionadas y se establecieron las mejores condiciones para obtener un biolubricante tipo ISO VG 32 las cuales fueron RM 4:1 TMP: biolubricante 1 %p/p de catalizador y para uno tipo ISO VG 46 RM 2.5:1 TMP:biolubricante al 0.75 %p/p de catalizador, en ambas formulaciones el reactivo utilizado fue el trimetilolpropano, el otro poliol (neopentilglicol) presentó bajos valores de viscosidad saliéndose de los rangos de clasificación ISO VG 32 y 46.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph.D. Fredy A. Avellaneda Vargas

ABSTRACT

TITLE: OBTENTION A BIOLUBRICANT FROM THE POULTRY INDUSTRY RESIDUE*

AUTHOR: DANIELA ALEJANDRA RIVERA QUINTERO
PAULA ANDREA TELLO DURÁN**

KEYWORDS: Waste chicken fat, biodiesel, biolubricant, transesterification.

DESCRIPTION:

The bio-lubricants production has been the area of the most interest in the last years due to their biodegradable and non-toxic nature that is why search of low cost raw material for their production has been intensified, using for example animal fats. The purpose of this research was to obtain a bio-lubricant from the poultry industry residue (AAC). For this purpose, a physicochemical characterization of the raw material was done. Subsequently, the pretreatment through two reactions: an acid esterification followed by an alkaline transesterification with the aim of producing a biodiesel of low acid value to react with polyol, in order to obtain polyol ester, also called biolubricant. A composite central design (DCC) was done for each type of polyol (TMP and NPG), having as variables: molar ratio biodiesel: polyol (RM) and quantity of catalyst (CH_3ONa); the parameters of the reaction were Time reaction, pressure, temperature and agitation. Once the lubricants were obtained they were centrifuged and we just analyze liquid phase, which the yield was from 20-60% then the kinematic viscosities were measured according to ASTM D445 and five best samples of each design were selected. We got the viscosity index and TGA from five selected samples with the highest viscosity value and the most optimal conditions to obtain a bio-lubricant type ISO VG 32 were established which were: R4: 1 at 1% w/w of catalyst and for the type ISO VG 46 RM 2.5:1 at 0.75% p/p of catalyzed. In both formulations, the reagent used was trimethylolpropane instead polyol (neopentylglycol) due to showed poor results in terms of kinematic viscosity being out of viscosity rated established.

* Bachelor Thesis

** Faculty of Engineering Physical Chemical. School of Chemical Engineering. Director: Ph.D. Fredy A. Avellaneda Vargas

INTRODUCCIÓN

Hoy en día la preocupación por el cambio climático, el agotamiento de los recursos fósiles y la búsqueda de prácticas sostenibles se ha intensificado. Así, una de las áreas de mayor interés en los últimos años ha sido el estudio de nuevas alternativas para la producción de lubricantes¹, éstos son sintetizados principalmente del destilado del petróleo siendo no biodegradables² y perjudiciales tanto para el medio ambiente como para el ser humano debido a su alto contenido en sulfatos, nitratos, plomo y componentes orgánicos volátiles causando acidificación en el suelo y gases de efecto invernadero³.

Algunos estudios estiman que cerca del 20% de los 5.2 millones de toneladas anuales de lubricantes que se producen en Europa, son liberados al medio ambiente donde un kilogramo de éste, es capaz de contaminar hasta mil metros cúbicos de agua⁴. Así mismo, según *Global Industry Analyst* en el año 2017, la demanda mundial de lubricantes fue de 4.13 millones de metros cúbicos⁵, de los cuales el 90% fueron producidos a partir del petróleo⁶ y alrededor del 50% al 60% llegaron a tener contacto con el suelo, agua y aire⁷.

¹ JOSIAH MCNUTT, Quan He. Development of biolubricants from vegetable oils via chemical modification. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 2016 vol 36 , p 1-3

² MADANKAR, Chandu S; DALAI, Ajay K y NAIK S.N. Green synthesis of biolubricant base stock from canola oil. *Industrial Crops and Products* 2013 vol 44, p 139-140

³ VALERIAN IBEAWUCHI, Iheriohanma. Environmental impact assessment of oil and gas industry in Niger Delta, Nigeria: a critical environmental and legal framework assessment. Tesis de grado para optar por el título de master en Ciencias Aplicadas. Halifax, Nova Scotia. Dalhousie University 2016, p 21-22

⁴ JOSIAH MCNUTT, Quan He. Op. Cit.

⁵ WANG, Erpei, *et al.* Synthesis and oxidative stability of trimethylolpropane fatty acid triester as a biolubricant base oil from waste cooking oil. *Biomass and Bioenergy* 2014 vol. 66, p 371-372

⁶ A. SABOYA, Rosana Maria, *et al.* Assessment of commercial resins in the biolubricants production from free fatty acids of castor oil. *Catalysis toda* 2017 vol 279, p 274-275

⁷ MADANKAR, Chandu S; DALAI, Ajay K y NAIK S.N. Op. Cit.

Por lo anterior, varios países europeos han decidido implementar nuevas legislaciones y regulaciones ambientales con el fin de fomentar la fabricación de biolubricantes⁸, los cuales pueden ser obtenidos a partir de la síntesis de polioles ésteres y cuya materia prima son aceites vegetales o animales⁹ la cual les brinda su carácter de biodegradabilidad y baja toxicidad¹⁰, además presentan buena fluidez a bajas temperaturas¹¹, alta estabilidad oxidativa¹² y gran resistencia a los ataques de moléculas de agua¹³.

Sin embargo, la mayoría de biolubricantes se fabrican a partir de aceites vegetales, como son palma, soja, colza y girasol; en Colombia predomina el aceite de palma por ser el mayor productor a nivel de América Latina¹⁴, existen otras alternativas de materias primas como son algas, aceites de cocina usados y grasas animales¹⁵, éstos últimos no han sido muy estudiados a pesar de ser más económicos en comparación a los vegetales. La materia prima representa entre el 70-80% del costo total de producción y los biolubricantes a base vegetal terminan siendo cuatro veces y en algunos casos hasta quince veces más costosos en comparación con los

⁸ HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, *et al.* Chicken fat and biodiesel viscosity modification with additives for the formulation of biolubricants. *Fuel* 2017 vol 198, p 42

⁹ A. SABOYA, Rosana Maria, *et al.* Op. Cit.

¹⁰ MOBARAK, H.M, *et al.* The prospects of biolubricants as alternatives in automotive applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 2014 vol 33, p 34-37

¹¹ HEIKAL, Ebtisam K, *et al.* Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils. *Egyptian Journal of Petroleum* 2016, p 1-5.

¹² JOSIAH MCNUTT, Quan He. Op. Cit.

¹³ HAMIDAD, Abd Hamid, *et al.* Synthesis of palm oil-based trimethylolpropane ester as potential biolubricant: Chemical kinetics modeling. *Chemical Engineering Journal* (2012) vol 200. No 202, p 532-533

¹⁴ EL UNIVERSAL. Colombia, líder latinoamericano en biodiesel de palma. [En línea]. Bogotá D.C (Recuperado en Mayo 3 de 2013) Disponible en <http://www.eluniversal.com.co/cartagena/economica/colombia-lider-latinoamericano-en-biodiesel-de-palma-118191>

¹⁵ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de grasa residual avícola. Tesis de grado para optar por el título de ingeniero químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2016, p 20, 37-42

lubricantes convencionales¹⁶, así, sintetizar biolubricantes económicamente competitivos y con propiedades fisicoquímicas adecuadas es de gran interés¹⁷.

En este orden de ideas, el aceite aviar, obtenido como subproducto después de realizar el tratamiento de las aguas residuales provenientes del beneficio de pollos para consumo humano, es un aceite de bajo costo y que no posee un alto valor agregado (suplemento alimenticio de ganado o como iniciador de fertilizantes)¹⁸ además cuenta con una alta oferta nacional debido al constante sacrificio animal que se realiza en las 105 plantas de beneficio existentes en el país¹⁹. Según FENAVI (Federación Nacional de Avicultores) la producción nacional de pollo para fines alimenticios en el año 2017 fue de 1.563 mil toneladas, de las cuales el 25% corresponden al Departamento de Santander^{20 21}.

Por lo anterior, este trabajo tiene como propósito obtener un biolubricante a escala de laboratorio utilizando como reactivo biodiesel aviar en la reacción de síntesis de ésteres, variando la relación molar y cantidad de catalizador. En dicha reacción se obtienen dos fases: una líquida y otra sólida, sólo se estudiará la fase líquida y se evaluarán algunas propiedades como viscosidad e índice de viscosidad comparándolas con el aceite crudo, esterificado y biodiesel aviar así como con la clasificación ISO VG para lubricantes industriales. Para la producción del biodiesel aviar se tomarán las condiciones de estudios experimentales anteriores del grupo de investigación INTERFASE Dueñas y Rojas²².

¹⁶ WANG, Erpei, et al. Op. Cit.

¹⁷ SABOYA, Rosana Maria, *et al.* Op. Cit.

¹⁸ HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. Op. Cit.

¹⁹ DATOS ABIERTOS GOBIERNO DIGITAL COLOMBIA Plantas de beneficio animal [en línea] Disponible en <https://www.datos.gov.co/Salud-y-Proteccion-Social/PLANTAS-DE-BENEFICIO-ANIMAL/g5gy-3pge/data>

²⁰ FEDERACIÓN NACIONAL DE AVICULTORES DE COLOMBIA. Avicultura a buen ritmo. Febrero de 2018. Revista Avicultores No. 257. Bogotá D.C: Panamericana Formas e impresos S.A, 2018. P 18-21

²¹ FEDERACIÓN NACIONAL DE AVICULTORES DE COLOMBIA. 2018. Diciembre de 2017. Revista Avicultores No. 256. Bogotá D.C: Panamericana Formas e impresos S.A, 2018. P 33.

²² DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

Con esta investigación se pretende proponer una alternativa para valorizar este residuo aviar e incentivar la generación de lubricantes con menor impacto negativo para el ambiente.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 LUBRICANTES

La lubricación tiene como propósito reducir el desgaste y la pérdida de calor resultante de la fricción de dos superficies en contacto, prevenir la oxidación y actuar como aislador de suciedad, polvo y agua. Según su apariencia física, los lubricantes pueden ser sólidos, líquidos o gaseosos²³ y de acuerdo a su obtención pueden ser sintéticos o renovables. Los primeros son aquellos derivados de la destilación y refinación del petróleo, mientras que los segundos son generados a partir de reacciones químicas utilizando como base moléculas tipo éster²⁴.

La propiedad más importante de un lubricante es la viscosidad, ya que determina la capacidad del mismo para mantener la película de aceite entre las piezas móviles y así reducir el desgaste y la fricción, se puede definir como la resistencia que tiene un líquido al flujo o a deformarse²⁵. Otra propiedad importante al escoger un lubricante, es el índice de viscosidad (IV), el cual se refiere a la estabilidad de la viscosidad de un aceite respecto a los cambios de temperatura, es aconsejable que el lubricante tenga un elevado IV dado que, menor es la pérdida de viscosidad con el aumento de temperatura, este parámetro se evalúa bajo la norma ASTM 2270²⁶²⁷. También existen otras características que exhibe un buen lubricante como son:

²³ VALERIAN IBEAWUCHI, Iheriohanma. Op. Cit.

²⁴ CAVALCANTI DA SILVA, José André, et al. Enzymatic production and characterization of potential biolubricants from castor bean biodiesel. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*. (2015) vol 122, p 323

²⁵ MESA VELEZ, Laura del Pilar. Tutor de tribología primera parte introducción a la tribología. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de ingeniería, Departamento de ingeniería mecánica y mecatrónica. Bogota D.C. 2005. P 41-47, p 41, 159

²⁶ JOSIAH MCNUTT, Quan He. Op. Cit.

²⁷ MESA VELEZ, Laura del Pilar. Op. Cit.

alto punto de ebullición e inflamación, bajo punto de congelación y alta resistencia a la oxidación²⁸.

En Colombia los lubricantes están clasificados en 7 grandes grupos: aviación, diésel automotor o de transporte, motos, transmisión automotriz, gasolina y gas, grasas en general, industriales y procesos. Actualmente, la demanda de lubricantes automotores ha disminuido cerca del 10% en el país debido a los nuevos modelos de vehículos, aumento de marcas competidoras, alteración de lubricantes o uso excesivo de los mismos, siendo este último factor el de mayor relevancia²⁹. No obstante, no es una cifra significativa puesto que los otros tipos de lubricantes continúan vendiéndose fuertemente en el mercado para aplicaciones tipo industrial textil, papelera, engranajes en general y aviación. En el país, las ventas de lubricantes oscilan entre 200 y 1600 barriles por día calendario (BPDC), donde el mayor porcentaje es para automotores y de procesos, con ventas de 1600 y 1500 BPDC respectivamente³⁰.

Algunas comercializadoras y productoras de lubricantes nacionales como Terpel, ExxonMobil Colombia, Biomax, Petrobras combustibles, Distracom, Petrolmil entre otras, se han unido para conformar el Fondo de Aceites Usados (FAU), con el fin de incentivar el uso y disposición final adecuada de estos aceites lubricantes usados (ALU) y de este modo disminuir los impactos negativos ambientales, este proyecto se ha incrementado en un 14% en los últimos ocho años, personas y empresas han implementado nuevas alternativas de uso y reciclaje de los aceites, programas de

²⁸ VALERIAN IBEAWUCHI, Iheriohanma. Op. Cit.

²⁹ ASOCIACIÓN COLOMBIANA DEL PETRÓLEO. Estudios sectoriales. La comercialización de lubricantes en Colombia, 2013. p. 1-4.

³⁰ DEPARTAMENTO ADMINISTRATIVO NACIONAL DE ESTADÍSTICA, DANE. Estadística comercio interno [En línea] Disponible en <http://www.dane.gov.co/index.php/estadisticas-por-tema/comercio-interno>

disposición de envases, creación de manuales técnicos y apoyo a las autoridades ambientales el adecuado manejo de lubricantes³¹.

1.2 BIOLUBRICANTES

Los biolubricantes, son principalmente polioles ésteres y se obtienen a partir de la reacción entre un aceite vegetal o animal con un alcohol el cual debe presentar una estructura química particular, cadenas largas y ramificadas para conseguir las propiedades de lubricante³².

Los alcoholes más usados son los polioles, su ventaja más significativa en comparación con el glicerol es la ausencia de α -hidrógenos lo cual aumenta la estabilidad térmica evitando la autopolimerización para formar ácidos grasos libres. Igualmente mejora propiedades como viscosidad, punto de fluidez y estabilidad oxidativa³³ [16].

Los biolubricantes presentan varias ventajas frente a los lubricantes minerales, como son mejor lubricidad (debido a su polaridad química), alta solubilidad con aditivos, mayor punto de inflamación, baja volatilidad y mayor índice de viscosidad. A pesar de esto, cuentan con algunas limitaciones como inestabilidad hidrolítica y cambio de propiedades de lubricación a bajas temperaturas³⁴.

Por tal razón, investigadores como Josiah McNutt³⁵ estudian el método de modificación química evaluando reactivos, metodología y materias primas, de modo

³¹ FONDO DE ACEITES USADOS. Panorama general del aceite lubricante usado-Informe año 2016. Bogotá, 2017. p. 1-15

³² CAVALCANTI DA SILVA, José André, et al.

³³ ARARAT, Carlos; MURILLO, Edwin. Polietileno de baja densidad funcionalizado con un poliéster polioliol altamente ramificado maleinizado. Ingeniería y Ciencia (2016) vol 12, p 129

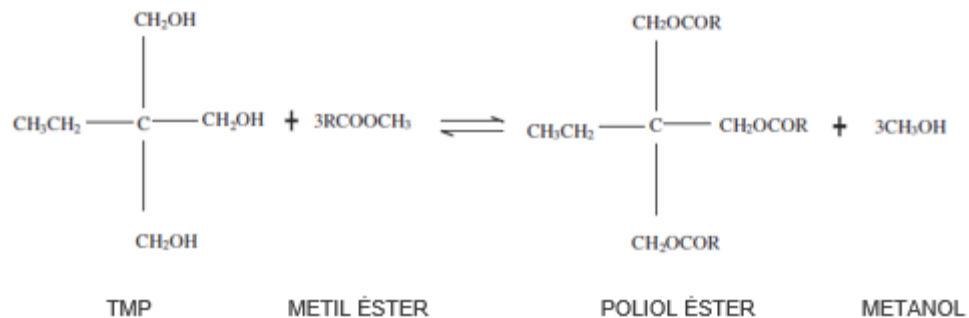
³⁴ CAVALCANTI DA SILVA, José André, et al Op. Cit.

³⁵ JOSIAH MCNUTT, Quan He Op. Cit.

que el biolubricante cumpla con las características propias de un lubricante comercial^{36 37}. Por otra parte, en Malasia³⁸ se han estudiado biolubricantes a partir de grasas vegetales, demostrando que son aplicables en la industria automotriz, por su baja toxicidad, alto índice de viscosidad (IV), excelente coeficiente de fricción, propiedades tipo multigrado (apto a cualquier rango de temperatura) y biodegradabilidad³⁹.

1.2.1 Formación del polioliol éster El polioliol éster (biolubricante) se obtiene mediante la reacción de transesterificación inversa, entre los ácidos grasos de metil éster (biodiesel) y el polioliol (TMP, NPG) en presencia de un catalizador básico o ácido^{40 41}. Esta reacción tiene una conversión del 90% aproximadamente al realizarse bajo condiciones apropiadas de operación como presión, temperatura, relación molar y cantidad de catalizador⁴².

Figura 1. Reacción de transesterificación inversa



Fuente: RUZAIMAH NIK, Mohamad Kamil; SUZANA, Yusup y UMER, Rashid. Optimization of polyol ester production by transesterification of Jatropha-based methyl ester with trimethylolpropane using Taguchi design of experiment. Fuel 2011 vol 90, p 2343-2344

³⁶ *Ibíd.*

³⁷ HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. *Op. Cit.*

³⁸ VALERIAN IBEAWUCHI, Iheriohanma. *Op. Cit.*

³⁹ *Ibíd.*

⁴⁰ HEIKAL, Ebtisam K, et al. *Op. Cit.*

⁴¹ RUZAIMAH NIK, Mohamad Kamil; SUZANA, Yusup y UMER, Rashid. Optimization of polyol ester production by transesterification of Jatropha-based methyl ester with trimethylolpropane using Taguchi design of experiment. Fuel 2011 vol 90, p 2343-2344

⁴² HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. *Op. Cit.*

1.2.2 Obtención de metil ésteres: FAME (*Fatty acid methyl ester*) El biodiesel se obtiene a partir de un aceite mediante dos etapas, la primera es un pretratamiento de la materia prima realizada a través de una esterificación donde los ácidos grasos reaccionan con un alcohol en presencia de un catalizador ácido para producir aceite esterificado (triglicéridos)⁴³, disminuyendo el índice de acidez y eliminando gomas e impurezas. La segunda etapa es la reacción de transesterificación alcalina, en la cual el aceite esterificado reacciona con cadenas cortas de alcohol para transformarse en metil éster (biodiesel) y glicerol proveniente de la disociación del triglicérido en diglicérido y monoglicérido⁴⁴ (anexo 1).

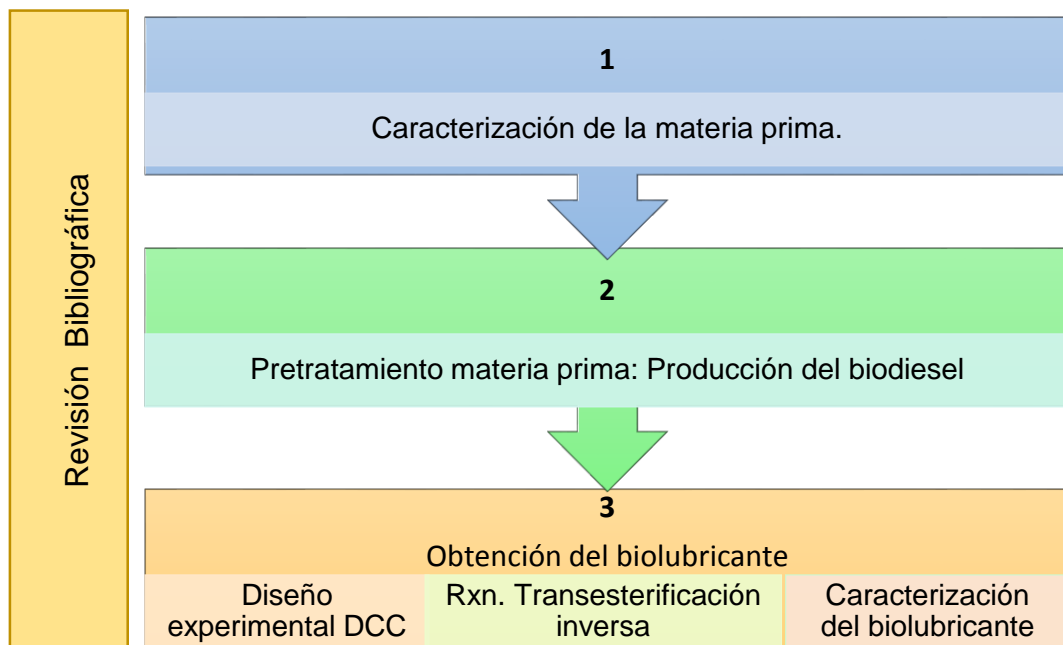
⁴³ JOSIAH MCNUTT, Quan He.

⁴⁴ GALEANO LEÓN, Cristhian Alfredo; GUAPACHA MARULANDA, Esteban. Aprovechamiento y caracterización de los residuos grasos del pollo para la producción de un biocombustible. Tesis de grado para optar por el título de Químico Industrial. Pereira: Universidad Tecnológica de Pereira. Escuela de Tecnología Química, 2011, p 19-30.

2. METODOLOGÍA

A continuación se muestra el diagrama resumen de la metodología utilizada para este trabajo.

Figura 2. Diagrama resumen metodología



2.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

El aceite aviar residual fue suministrado por la empresa AVIDESA MAC POLLO S.A. de su propia Planta de Tratamientos de Aguas Residuales (PTAR) ubicada en el km 7 vía Piedecuesta, Santander. Este aceite es un subproducto final después de tratar las aguas residuales provenientes de la planta de beneficio, lugar donde extraen las vísceras, se retiran las plumas, sangre y demás partes como patas y cabezas con

el fin de tener el pollo listo en canal para empaquetar y almacenar⁴⁵. En la PTAR el *tridecanter* es el encargado de separar lodos, agua de alcantarillado y aceite. Una vez recibida la materia prima se midieron algunas propiedades físicas y químicas, que se describen a continuación.

Tabla 1. Medición propiedades fisicoquímicas

PROPIEDAD FÍSICA	
Densidad	Método del picnómetro (2ml) a temperatura ambiente.
Viscosidad dinámica (cP)	Reómetro BROOKFIELD PROGRAMMABLE DV-III+RHEOMETER con punta SC4-18 a temperatura de 40°C y 100°C.
Índice de viscosidad (IV)	Se determinó mediante la norma ASTM D2270.
Análisis termogravimétrico (TGA)	Proporciona una medida cuantitativa de los cambios de peso de la sustancia con respecto al aumento de temperatura debido a la deshidratación y descomposición de la misma ⁴⁶ , se midió con TGA 5500 DISCOVERY TA INSTRUMENTS utilizando nitrógeno como fluido inerte.
PROPIEDAD QUÍMICA	
Índice de acidez [mgKOH/g aceite]	Hace referencia a la cantidad de ácidos grasos que contiene un aceite, se determinó siguiendo la norma UNE EN ISO 660 (anexo 2).

2.2 PRETRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA: PRODUCCIÓN DEL BIODIESEL

Para la producción del biodiesel, se realizaron en primera instancia pruebas preliminares basándose en el procedimiento descrito por Rojas y Dueñas⁴⁷ y así verificar la reproducibilidad de los datos para obtener un biodiesel aviar (BA) con un

⁴⁵ AVIDESA MACPOLLO S.A. 2018. Bucaramanga.

⁴⁶ HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

⁴⁷ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

bajo índice de acidez ($IA < 1$ mg KOH/g muestra) y con un alto porcentaje FAME ($>90\%$).

Se llevaron a cabo 2 pruebas, cada una con 200 g de aceite aviar crudo (AAC), en la primera reacción (esterificación ácida) las condiciones de operación fueron las mismas para ambas muestras, mientras que, en la segunda reacción (transesterificación alcalina) la relación molar aceite aviar esterificado: metanol fue 1:6 para la prueba 1 y 1:9 para la prueba 2, ambas con un porcentaje de catalizador 0.5% KOH, los cálculos estequiométricos se encuentran en el Anexo 3.

Una vez analizados los resultados de estas pruebas preliminares (anexo 4) se decidió trabajar con la relación molar 1:6 aceite aviar esterificado: metanol para la reacción de transesterificación y producir bajo esas condiciones el biodiesel necesario para la obtención de los biolubricantes. A continuación se detallan las condiciones de reacción empleadas para la producción del biodiesel.

Reacción de esterificación: El aceite aviar crudo (AAC) se pesó en un balón fondo plano y el metanol junto con el catalizador una vez medidos y pre-mezclados en un vaso de precipitado se añadieron al balón. El montaje de la reacción se realizó a baño maría a temperatura de 60°C , durante 150 min, 600 rpm y con relación molar AAC: metanol de 1:7,5. El catalizador empleado fue ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 1,25% p/p respecto al aceite aviar crudo. Finalizada la reacción, se dejó decantar el aceite aviar esterificado (AAE) por 2h. Posteriormente se separó el metanol residual y las gomas (fase superior) del aceite aviar esterificado (fase inferior); este último se lavó con agua destilada precalentada a 90°C en un embudo de decantación con una relación 30% en volumen, 5 veces. Finalmente este aceite lavado se llevó a la estufa a 90°C por 1h, luego se pesó y se almacenó en un frasco ámbar para su posterior análisis (Anexo 10).

Reacción de transesterificación: La reacción se llevó a cabo a baño maría a temperatura de 60°C, 600 rpm y con un porcentaje de catalizador del 0.5% p/p de KOH con respecto al aceite aviar esterificado (AAE) durante 120 min. La relación molar de AAE: metanol fue 1:6. El aceite aviar esterificado fue pesado en un balón fondo plano, el metanol y catalizador una vez medidos se añadieron al balón. Finalizada la reacción se dejó decantar la mezcla durante 20h para separar el biodiesel aviar (fase superior) del glicerol (fase inferior), seguidamente el biodiesel se llevó a otro embudo de decantación para realizarle 5 lavados, los dos primeros con agua acidulada y los últimos con agua destilada, todos a temperatura ambiente para eliminar el catalizador. Posteriormente el biodiesel aviar (BA) fue calentado en la estufa a 105 °C durante 2 h para retirar trazas de agua, luego se pesó y se almacenó en un frasco de vidrio ámbar ⁴⁸.

En la producción del biodiesel se realizaron varias esterificaciones y transesterificaciones, en total 7 lotes de 300 g de aceite aviar crudo (AAC) cada uno, todos estos lotes fueron mezclados para finalmente tener un solo biodiesel aviar (BA) con las mismas propiedades y se almacenó en un frasco ámbar de 2 litros en un lugar ventilado y protegido de la luz solar. Se midieron las mismas propiedades descritas anteriormente y se halló el porcentaje FAME de acuerdo a la norma española UNE-EN 14103:2013 (Anexo 5) en un cromatógrafo de gases AGILENT TECHNOLOGIES 7890A GC SYSTEM.

2.3 OBTENCIÓN DEL BIOLUBRICANTE

Se tomó la metodología propuesta por Heikal⁴⁹, en la cual se efectúa la reacción de transesterificación inversa (RTI) para obtener los biolubricantes empleando aceite de jatrofa como materia prima, debido a que en dicho estudio se reportan buenos

⁴⁸ HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

⁴⁹ Ibíd.

resultados con respecto a los valores de viscosidad (>28.8 cSt) y rendimientos de reacción (>90% p/p).

2.3.1 Diseño experimental Se decidió realizar un Diseño Central Compuesto (DCC) teniendo en cuenta que no se requiere de una gran cantidad de pruebas y permite seleccionar la combinación más óptima de las variables de entrada con respecto a la variable de salida⁵⁰. Se tuvieron en cuenta 3 variables: tipo de polioliol (TMP y NPG), relación molar y cantidad de catalizador, las cuales son las variables más influyentes según el estudio de Mohamad⁵¹ donde obtuvieron biolubricantes a partir de aceite de jatrofa. Por lo anterior, se realizaron dos DCC, uno para el TMP y otro para el NPG, de 13 pruebas cada uno. La matriz del diseño experimental se presenta en el Anexo 6. Para cada experimento se tomaron 50 g de biodiesel aviar (BA), una vez culminada cada reacción se almacenaron en frascos ámbar de vidrio a temperatura ambiente para luego medir rendimientos y viscosidades dinámicas. A continuación la Tabla 2 muestra las variables de entrada y los parámetros de la reacción de síntesis de ésteres (biolubricante).

Tabla 2. Condiciones de la Reacción de transesterificación inversa.

Variables de entrada	Condiciones		
Relación molar BA: polioliol	2.5:1	4:1	5.5:1
Cantidad de catalizador [%p/p]	0.75	1	1.25
Tipo de polioliol	TMP / NPG		
Constantes	Condiciones		
Temperatura (°C)	110		
Presión (mbar)	50		
Agitación (rpm)	45		
Tiempo (h)	5		

⁵⁰ GUTIERREZ PULIDO, Humberto y DE LA VARA SALAZAR Román. Análisis y Diseños de experimentos. Mc Graw Hill. Segunda edición, p 413-419

⁵¹ MOHAMAD K. Ruzaimah N.; YUSUP, Suzana and RASHID Umer. Optimization of polyol ester production by transesterification of Jatropha-based methyl ester with trimethylolpropane using Taguchi design of experiment. Fuel (2011) vol 90 p 2343, 2345

2.3.2 Reacción de transesterificación inversa (RTI) Todas las pruebas se llevaron a cabo en un roto evaporador HEIDOLPH Hei-VAP Precision con balón redondo de 1000 ml. El poliol sólido junto con el catalizador fueron pesados en el balón y precalentados en baño de aceite a 90°C, luego se agregó a esta mezcla el biodiesel aviar precalentado a 90°C, verificando que todo estuviera herméticamente cerrado para evitar cualquier fuga de aire. Cuando la temperatura alcanzó los 110°C se aplicó gradualmente vacío hasta llegar a 50 mbar. Finalizado el tiempo de reacción, se dejó reposar el producto a temperatura ambiente y las muestras se almacenaron en frascos ámbar de 50 ml para su posterior centrifugación, con el objetivo de separar la fase sólida de la líquida y con ésta última realizar la caracterización.

2.3.3 Caracterización del biolubricante Para la caracterización de los biolubricantes se realizaron pruebas de viscosidad, índice de viscosidad, análisis termogravimétrico (TGA) y densidad.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

El aceite aviar crudo (AAC) es viscoso, contiene grumos y olor desagradable, una vez caracterizado se compararon los resultados con otros estudios como se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Comparación de AAC con otras materias primas

Propiedad	Viscosidad cinemática a 40°C (cSt)	Viscosidad cinemática a 100°C (cSt)	Índice de viscosidad	IA (mg KOH/g aceite)	Densidad (g/ml) a 25 °C
AAC	38.38	10.95	293	15.10	0.9963
Aceite de palma ⁵²	52.13	10.2	186	6.35	0.9134
Aceite de oliva ⁵³	39.44	8.39	196.6	1.17	0.9180
Aceite de colza ⁵⁴	36.36	7.96	200.1	0.23	0.9115
Grasa de pollo ⁵⁵	38.10	8.27	201	1.52	----
Grasa de pollo ⁵⁶	----	----	----	4.31	0.9192
Grasa de pollo ⁵⁷	59.20	----	----	26.89	0.932

⁵² HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

⁵³ JOSIAH MCNUTT, Quan He. Op. Cit.

⁵⁴ Ibíd.

⁵⁵ HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. Op. Cit.

⁵⁶ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

⁵⁷ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Optimization of pretreatment reaction for methyl ester production from chicken fat. Fuel (2010) vol 89, p 4036-4039

Se puede observar que el AAC con respecto a los aceites vegetales, los cuales son los más utilizados en la producción de biolubricantes, no presenta grandes diferencias en los valores de viscosidad excepto con el aceite de palma, este último es más viscoso a temperatura de 40°C. En cuanto al índice de viscosidad el aceite crudo posee el mayor valor, indicando que es un aceite muy estable ante cambios de temperatura en comparación con el resto, según la clasificación ISO VG el valor mínimo de índice de viscosidad para lubricantes industriales es 90 ⁵⁸.

Por otro lado, el índice de acidez (IA) del AAC es de $15.10 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$, mientras que los aceites vegetales presentan valores por debajo de $7 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$, un aceite se considera de alta calidad cuando el IA es menor a $1 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$ dado que no requiere de un pretratamiento como la esterificación ácida para disminuir en este parámetro⁵⁹, además para el caso de los lubricantes éstos ácidos serían una desventaja debido que corroen las superficies metálicas⁶⁰ formando productos indeseados como lodos y barnices⁶¹.

Con respecto al estudio de HERNÁNDEZ⁶² realizado en México, donde utilizan grasa de pollo pero extraída directamente de la piel del animal, se observa que las viscosidades son similares, pese a esto, el índice de acidez (IA) es muy bajo en comparación al del presente estudio. Por el contrario, Alpetekin y Canakci⁶³, de Turquía, quienes usan grasa de pollo obtenida a partir de la harina de plumas (combinación de plumas, sangre y despojos de pollo) reportan valores más altos en cuanto al índice de acidez y viscosidad en referencia al AAC, de este modo se puede

⁵⁸ YPF. Lubricantes. Marzo de 2015. Ficha técnica No. 118

⁵⁹ LOPEZ, Luisa; BOCANEGRA, Jenny y MALAGÓN, Dionisio. Obtención de un biodiesel por transesterificación de aceite de cocina usado. Universidad Javeriana (2015) vol 19, p 159

⁶⁰ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

⁶¹ TERRADILLOS, Jesus y CIRIA, Jose. I. Todo sobre la lubricación de las turbinas y su mantenimiento a través del análisis del aceite. (Lubrication management) p 8

⁶² HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. Op. Cit.

⁶³ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Op. Cit.

inferir que las propiedades del aceite aviar varían dependiendo del procedimiento de extracción del aceite.

Comparando con el estudio de Dueñas y Rojas⁶⁴ quienes adquirieron la materia prima de la misma empresa (Mac Pollo S.A) el índice de acidez fue de $4.31 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$, mucho menor al del AAC, la densidades también son muy diferentes, por ende se afirma que es un aceite variable y que precisa de una estandarización para que cualquier producto sea reproducible, como es el caso del biodiesel y de los biolubricantes que se desean obtener.

Otro factor importante de analizar es el costo del aceite aviar crudo respecto a los aceites vegetales, por ejemplo el aceite de palma, el cual es uno de los más económicos en el mercado, según La Federación Nacional de Cultivadores de Palma de Aceite (Fedepalma) tuvo un valor de \$ 1.968 el kilogramo en el 2017⁶⁵, mientras que el costo del aceite aviar crudo oscila entre \$ 930 a \$950 el kilogramo⁶⁶, siendo 50 % más barato, lo que aparentemente podría indicar un gran potencial como materia prima en términos de viabilidad económica, sin embargo, este análisis no es suficiente, se requiere de un estudio más estructurado y riguroso.

⁶⁴ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

⁶⁵ FEDERACIÓN NACIONAL DE CULTIVADORES DE PALMA DE ACEITE (FEDEPALMA). Resolución 000181 "Por el cual se fijan los precios de referencia para la liquidación de la cuota de fomento de la agroindustria de la Palma de Aceite para el segundo semestre del 2017". [En línea]. Disponible en <http://web.fedepalma.org/sites/default/files/files/Fedepalma/precios-de-referencia-para-la-liquidacion-de-la-cuota-de-fomento.pdf>

⁶⁶ AVIDESA MACPOLLO S.A.

3.2 PRETRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA: PRODUCCIÓN DE BIODIESEL

Para cada etapa realizada en el pretratamiento de la materia prima (esterificación ácida y transesterificación alcalina) se caracterizó el aceite aviar esterificado (AAE) y el biodiesel aviar (BA), los resultados junto con otros estudios se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Comparación de AAC, AAE y BA

Propiedad	Aceite aviar crudo (AAC)	Aceite esterificado (AAE)	Biodiesel aviar (BA)	Biodiesel aviar⁶⁷	Biodiesel I aviar⁶⁸	Biodiesel de palma⁶⁹	EN 14214⁷⁰
Densidad (g/ml)	0.9963	0.9527	0.9361	0.978	0.883	0.877	0.86 a 0.9
Viscosidad cinemática a 40°C (cSt)	38.38	26.79	4.51	4.99	4.94	3.61	3.5 a 5.0
Viscosidad cinemática a 100°C (cSt)	10.95	12.10	2.41	----	----	----	----

⁶⁷ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

⁶⁸ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Op. Cit.

⁶⁹ AVELLANEDA VARGAS, F. A. Producción y caracterización de biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal. Tesis doctoral. Tarragona. Universitat Rovira I Virgili, 2010. P 131. ISBN: 978-84-693-4594-8/DL:T.1007-2010

⁷⁰ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Optimization of transesterification for methyl ester production from chicken fat. Fuel (2011) vol 90, p 2631-2632

Propiedad	Aceite aviar crudo (AAC)	Aceite esterificado (AAE)	Biodiesel aviar (BA)	Biodiesel aviar⁶⁷	Biodiese l aviar ⁶⁸	Biodiesel de palma⁶⁹	EN 14214 ⁷⁰
Índice de acidez (mg KOH/g)	15.10	0.58	0.14	0.08	0.22	0.15	0.5 máx
Índice de viscosidad ⁷¹	293	472	708	----	----	----	----
% FAME	----	----	94.0	97.8	87.4	96.76	96.5 min
Color	Café oscuro opaco	Vinotinto oscuro brillante	Naranja brillante	Naranja brillante	----	----	----

⁷¹ AVELLANEDA VARGAS, F. A.

Como se puede observar el aceite aviar crudo (AAC) presentaba un índice de acidez (IA) de $15.10 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$, después de la reacción de esterificación este valor disminuyó hasta $0.58 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$, resultado acorde con el estudio de Dueñas y Rojas⁷² donde registran valores menores a $1 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$ confirmando la efectividad y reproducibilidad de las condiciones que proponen (RM 7.5: 1 metanol:AAC, 1.25% catalizador ácido H_2SO_4), este parámetro es indispensable antes de efectuar la reacción de transesterificación dado que los ácidos grasos reaccionan con el catalizador básico (KOH) formando jabones (saponificación) y obteniendo un menor rendimiento en la producción del biodiesel⁷³.

De igual manera, después de la reacción de transesterificación el índice de acidez disminuyó hasta $0.14 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$, comparando este resultado con el biodiesel de palma⁷⁴, el cual es un aceite de mejor calidad los valores son muy parecidos, además cumple con la norma EN 14214 donde el valor máximo permitido de acidez para el biodiesel es $0.5 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$ ⁷⁵. Del mismo comparando el estudio Alpetekin y Canakci⁷⁶ quienes también realizaron un pretratamiento de la grasa aviar con una esterificación catalizada por ácido sulfúrico llegan a un índice de acidez menor a lo establecido por la norma, así nuevamente se confirma la efectividad de esta reacción para disminuir el IA.

En cuanto a la viscosidad, se puede observar que éste valor disminuye después de cada etapa de pretratamiento mientras que, el índice de viscosidad se comporta de manera inversa. Analizando los resultados se evidencia que tanto el aceite crudo

⁷² DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

⁷³ VIVAS CASTAÑO, A. M. Estudio y obtención de biodiesel a partir de residuos grasos de origen bovino. Tesis Pregrado en Química Industrial. Pereira. Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Tecnología, Escuela de Química. 2010. p 39-40

⁷⁴ AVELLANEDA VARGAS, F. A. Op. Cit.

⁷⁵ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Op. Cit.

⁷⁶ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Op. Cit.

como el aceite esterificado presentan los valores más altos de viscosidad, propiedad primordial para un buen lubricante⁷⁷, a pesar de esto, no es posible utilizarlos como biolubricantes industriales debido que están por fuera del rango de viscosidad cinemática establecido por la clasificación ISO VG (Tabla 5)⁷⁸ y adicionalmente no cumplen con el valor permisible máximo del índice de acidez el cual es de $0.2 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g muestra}}$.

Tabla 5. Clasificación ISO VG [38].

ISO VG	Rango viscosidad cinemática a 40°C (cSt)	Índice de viscosidad (IV)	Índice de acidez (mg KOH/ g muestra)
32	28.8 a 35.2	> 95	0.2
46	41.4 a 50.6	> 95	0.2
100	90 a 110	> 95	0.2
150	135 a 165	> 95	0.2

Por otro lado, el biodiesel tiene una viscosidad muy baja así que tampoco es apto para lubricación industrial, pese a presentar un excelente índice de viscosidad (> 95). Comparando el % FAME del biodiesel aviar con el estudio de Dueñas y Rojas⁷⁹ [20] la diferencia es 3.8% menor, con referencia a las investigación de Alpetekin y Canakci⁸⁰ lo supera en un 6.6% y de acuerdo a la norma EN 14214⁸¹ para biodiesel debe tener un %FAME superior a 96.5%, aunque el biodiesel aviar no alcance dicho valor, un porcentaje FAME del 90% es apto para la producción de biolubricantes⁸², además se cumple con uno de los propósitos iniciales del trabajo el cual era producir un biodiesel con un porcentaje FAME igual o superior al 90%. Acerca del análisis termogravimétrico (TGA), el cual se muestra en la Figura 3, donde se compara la

⁷⁷ MESA VELEZ, Laura del Pilar. Op. Cit.

⁷⁸ YPF. Lubricantes. Op. Cit.

⁷⁹ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

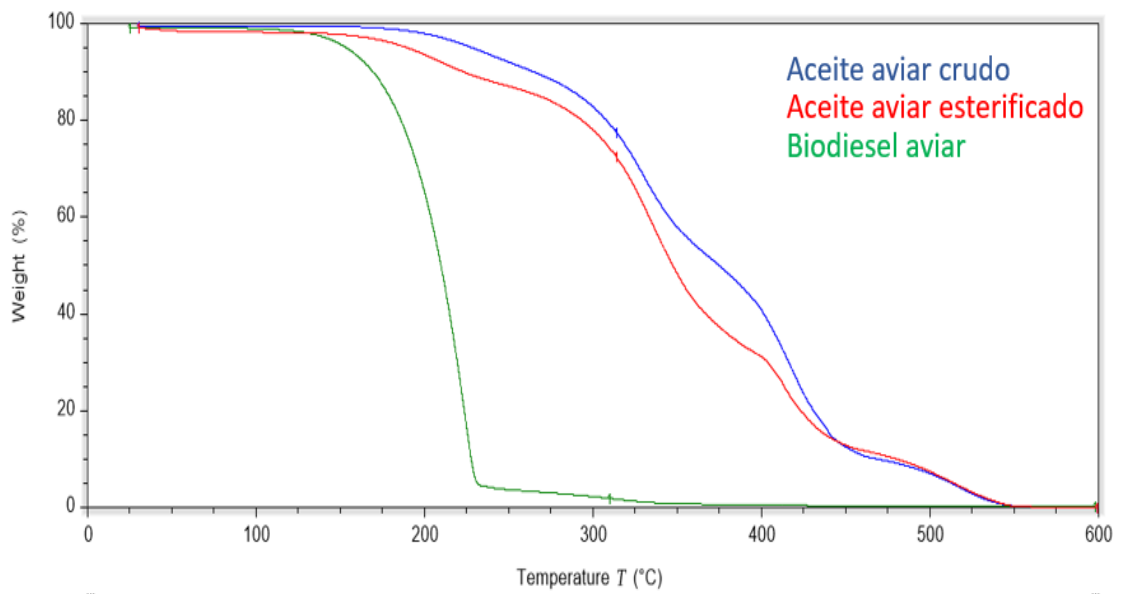
⁸⁰ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Op. Cit.

⁸¹ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Op. Cit.

⁸² HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. Op. Cit.

curva del aceite crudo (curva azul), aceite esterificado (curva roja) y el biodiesel aviar (curva verde), se puede apreciar que tanto el AAC como el AAE poseen mayor resistencia a la descomposición de la masa con el aumento de temperatura, comienzan alrededor de los 200°C y terminan en 550°C, mientras que el biodiesel presenta una sólo rampa de degradación entre 150°C y 225°C, esto se debe, a la composición del biodiesel, ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadenas largas, fáciles de romper⁸³, como un lubricante se caracteriza por ser resistente a la degradación de masa con el aumento de temperatura, esta sería otra razón por la que no es conveniente utilizar el biodiesel aviar como lubricante.

Figura 3. Comparación TGA del AAC – AAE y BA.



⁸³ DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Op. Cit.

3.3 OBTENCIÓN DEL BIOLUBRICANTE

3.3.1 Resultados Viscosidad e Índice de Viscosidad A las 26 muestras de biolubricante obtenidas (13 de trimetilolpropano y 13 de neopentilglicol) se les midió la viscosidad dinámica y la densidad, de este modo se calculó la viscosidad cinemática a 40°C y 100°C respectivamente (anexo 7), luego se escogieron las 5 mejores muestras para cada diseño experimental teniendo como criterio de selección los valores más altos de viscosidad, una alta viscosidad indica gran resistencia al flujo⁸⁴ permitiendo mayor tiempo de contacto con la superficie de las piezas reduciendo el desgaste y la fricción⁸⁵.

A las 10 muestras seleccionadas (5 para TMP y 5 para NPG) se les halló el índice de viscosidad (Tabla 6), donde se evidencia que la muestra 5 (RM 4:1 BA: TMP 1%) y 6 (RM 2.5:1 BA: TMP 0.75%) presentan los valores más altos del índice de viscosidad para TMP y la muestra 23 (RM 2.5:1 BA: NPG 1.25%) y 24 para NPG (RM 4:1 BA: NPG 1.35%), analizando estos resultados la única característica que tienen en común éstas muestras son la relación molar 4:1 y 2.5:1 biodiesel aviar: polioli, así se infiere que el factor influyente en el índice de viscosidad es la cantidad de biodiesel utilizado y no el porcentaje de catalizador.

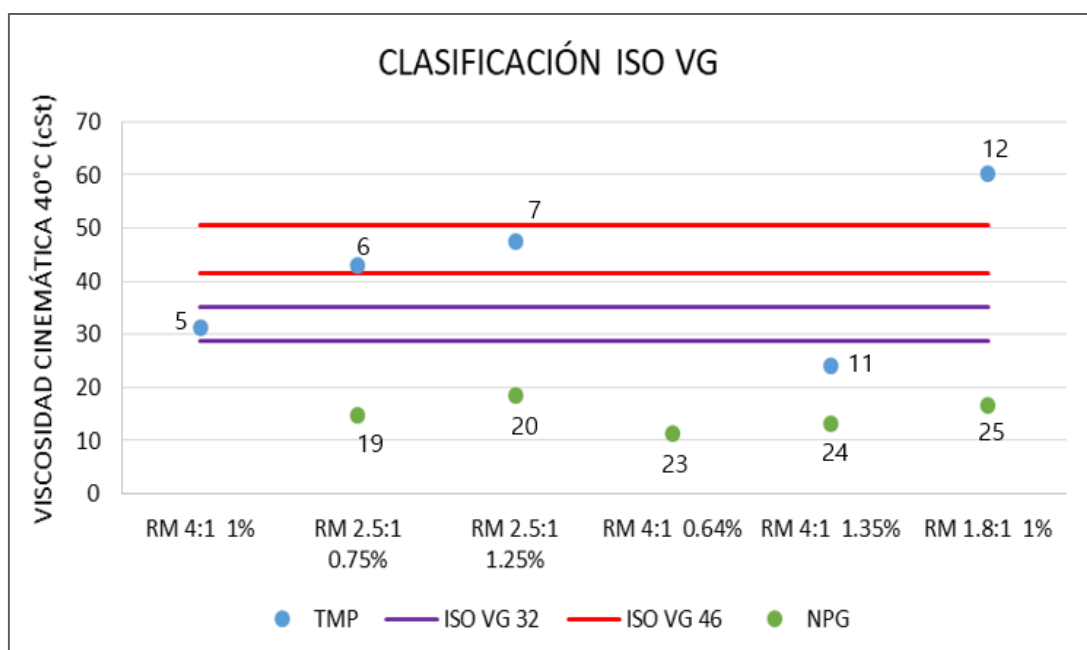
Tabla 6. Índice de viscosidad de las 5 mejores muestras de cada diseño central compuesto.

CONDICIONES	TMP		NPG	
	MUESTRA	IV	MUESTRA	IV
RM 4:1 1%	5	341	19	231
RM 2.5:1 0.75%	6	267	20	238
RM 2.5:1 1.25%	7	227	23	435
RM 4:1 1.35%	11	264	24	333
RM 1.8:1 1%	12	156	25	232

⁸⁴ VALERIAN IBEAWUCHI, Iheriohanma. Op. Cit.

⁸⁵ MESA VELEZ, Laura del Pilar. Op. Cit.

Para establecer la mejor formulación del biolubricante, las 5 muestras seleccionadas de cada reactivo se compararon con la clasificación ISO VG utilizada para lubricantes industriales⁸⁶. En la Figura 4 los puntos azules representan las 5 mejores formulaciones para el primer diseño central compuesto donde se utilizó TMP como polioliol mientras que los puntos verdes representan las 5 mejores formulaciones para el segundo diseño central compuesto con NPG, las líneas moradas son los rangos permitidos para lubricantes ISO VG 32 y las líneas rojas para ISO VG 46. Figura 4. Clasificación ISO VG⁸⁷.



De la figura anterior se deduce que las viscosidades cinemáticas del neopentilglicol tienen un comportamiento similar, si se varía la relación molar y el porcentaje de catalizador los valores no varían significativamente, oscilan entre 10 y 20 cSt aproximadamente, en cambio, el trimetilolpropano sí presenta diferencias significativas de viscosidad, desde 20 hasta 60 cSt a 40°C.

⁸⁶ YPF. Lubricantes.

⁸⁷ Ibíd.

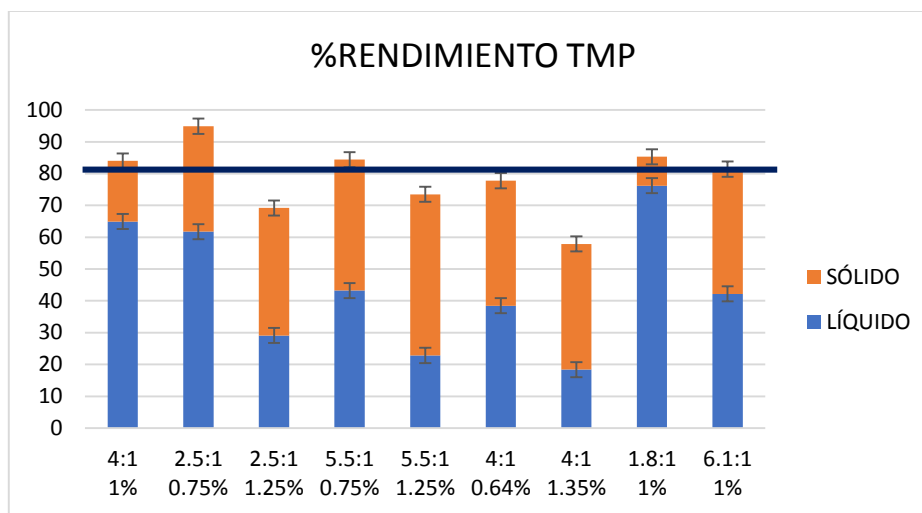
Así, se concluye que ninguna de las muestras realizadas con neopentilglicol se encuentran en el intervalo de viscosidad cinemática establecidos por la clasificación ISO VG, descartando éste poliol como reactivo para la obtención de biolubricantes industriales. Por el contrario, de las muestras obtenidas a partir de trimetilolpropano sólo 3 se pueden clasificar como lubricantes tipo ISO VG; la muestra 5 (RM 4:1 1%cat) corresponde a un ISO VG 32 ya que se encuentra en el rango entre 28.8 y 35.3 cSt y las muestras 6 (RM 2.5:1 0.75%cat) y 7 (RM 2.5:1 1.25%cat) a un ISO VG 46 correspondiente al intervalo 40.4 a 50.6 cSt.

3.3.2 Resultados rendimientos Al realizar la reacción de transesterificación inversa para la producción de biolubricantes se calcularon los rendimientos para cada prueba (g de lubricante/ g de biodiesel) (Anexo 8), en particular las del punto central para comprobar si era reproducible y determinar cuáles formulaciones superaban el rendimiento estándar (80%) en base a la literatura⁸⁸. Las muestras 5 y 18 correspondientes a la RM 4:1 BA: poliol corresponden a las réplicas del punto central de cada diseño experimental con un error del 2.38%, este porcentaje de error se aplica para las demás pruebas porque el diseño de experimentos infiere que es el mismo para todos.

Analizando la Figura 5 donde se muestran los rendimientos para los lubricantes obtenidos con TMP, se puede observar las formulaciones que se trabajaron con 0.75 y 1% de catalizador igualaron o superaron el 80% de rendimiento, es decir, a menor porcentaje de catalizador mayor rendimiento de reacción.

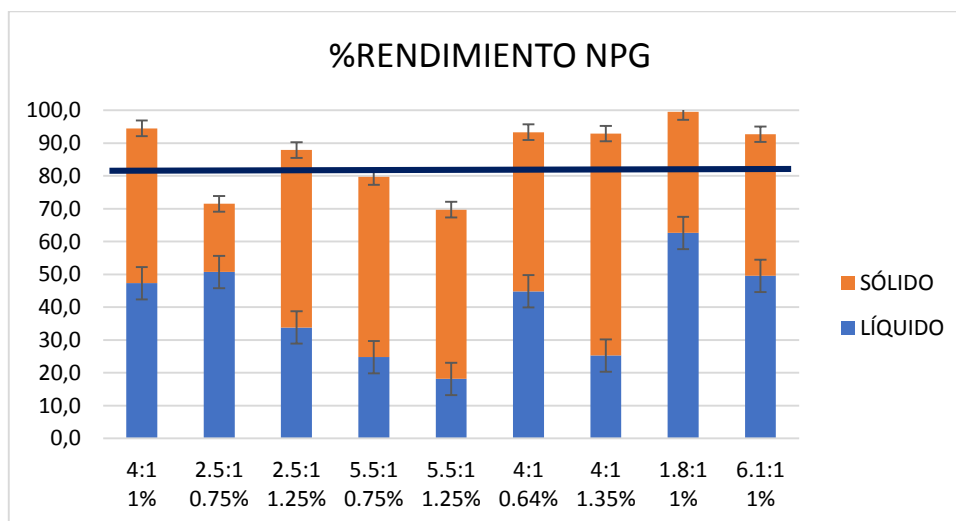
⁸⁸ JOSIAH MCNUTT, Quan He. Op. Cit.

Figura 5. Rendimiento biolubricantes con TMP.



Para el caso del neopentilglicol (Figura 6), las únicas muestras que no alcanzan el valor estándar de rendimiento fueron aquellas que se trabajaron con una relación molar de 5.5:1 BA: NPG con 1.25% de catalizador y 2.5:1 BA: NPG con 0.75% de catalizador, esto demuestra que al realizar la reacción con neopentilglicol (NPG) se obtienen rendimientos más altos que con trimetilolpropano (TMP).

Figura 6. Rendimiento biolubricantes con NPG.

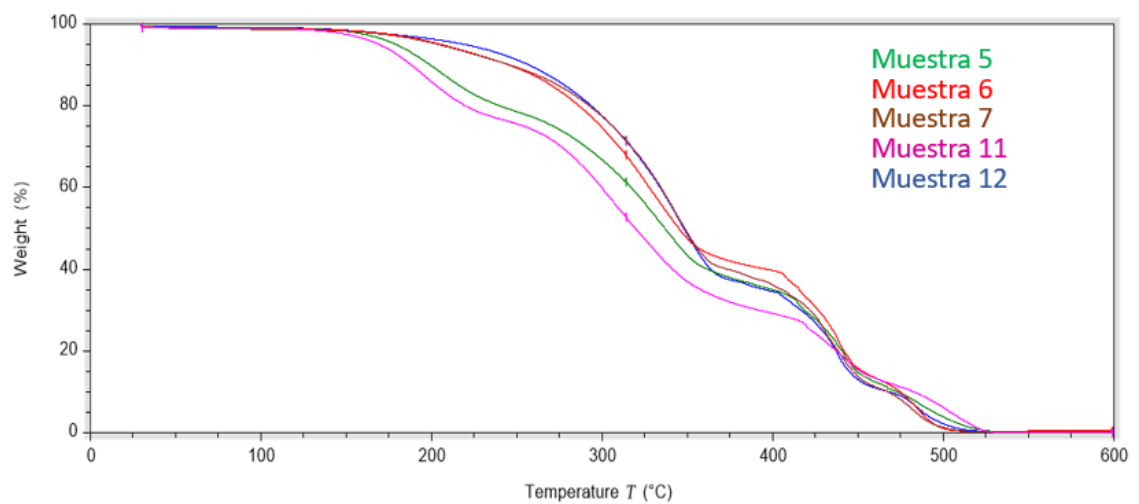


El color azul en las figuras representa el biolubricante en estado líquido, mientras que, el color naranja en estado sólido, por medio de una prueba cualitativa (infrarrojo) se determinó que ambos estados corresponden a la misma sustancia (Anexo 9), para el presente estudio sólo se analizó la fase líquida, la fase sólida hace parte de estudios posteriores.

Como las muestras 5 (RM 4:1 1%cat), 6 (RM 2.5:1 0.75%cat) y 7 (RM 2.5:1 1.25%cat) presentaron los valores más altos de viscosidad y obtuvieron índices de viscosidad mayor a 95, fue preciso comparar el rendimiento de cada muestra y seleccionar las que superaban el 80% de rendimiento, así se seleccionó la muestra 5 y 6 con un porcentaje de 84% y 94.9% respectivamente, descartandose la muestra 7 (69.2%).

3.3.3 Resultados TGA Otra caracterización que se realizó a las 5 mejores formulaciones de cada diseño central compuesto fue el análisis termogravimétrico (TGA). A continuación se muestran los resultados para los biolubricantes a base de TMP.

Figura 7. Análisis termogravimétrico biolubricantes con TMP.



Según la Figura 7, todas las muestras de biolubricantes presentan perfiles similares, a pesar de ello, la muestra que se degrada primero corresponde a la prueba 11 (RM 4:1 BA:TMP 1.35% cat), la descomposición inicia alrededor de los 160°C y finaliza a los 500°C, mientras que, la muestra 12 (RM 1.8:1 BA:TMP 1% cat) es la más resistente a la degradación de masa con el aumento de temperatura, iniciando a los 175°C y finalizando en 500°C. De este análisis se puede inferir que, a menor relación molar y menor porcentaje de catalizador, mayor resistencia a la degradación térmica de la sustancia.

A continuación se muestra una tabla resumen de las temperaturas de degradación del aceite aviar crudo (AAC), aceite aviar esterificado (AAE), biodiesel aviar (BA) y las cinco muestras de biolubricantes analizadas anteriormente (BLA), con el objetivo de facilitar la comparación entre éstas y poder determinar la mejor formulación en cuanto al análisis termogravimétrico.

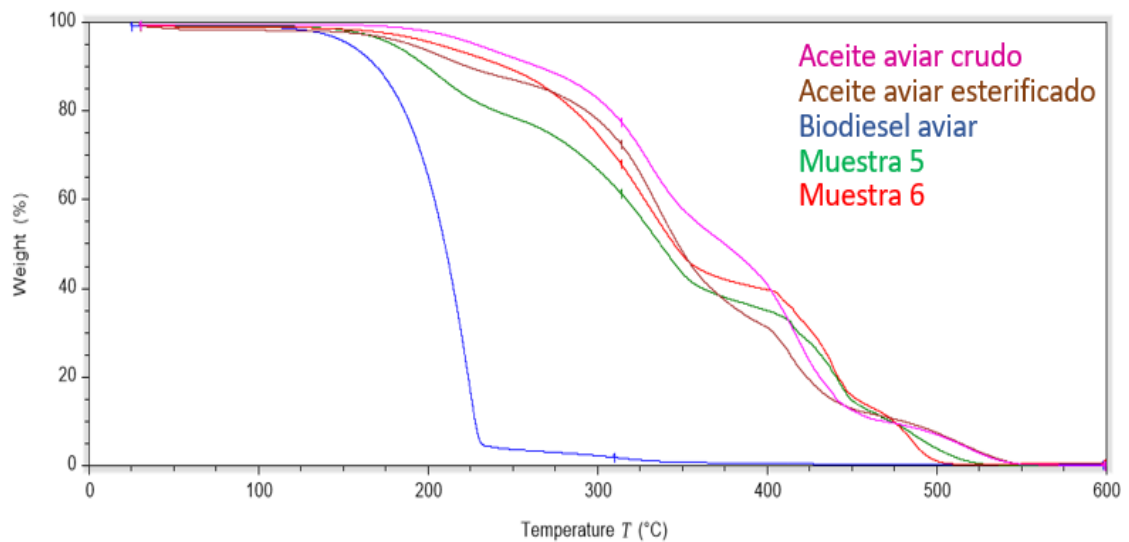
Tabla 7. Comparación Biolubricantes con TGA vs. Aceite crudo, esterificado, biodiesel, biolubricantes.

	AAC	AAE	BA	BLA 5 (4:1 1%)	BLA 6 (2.5:1 0.75%)	BLA 7 (2.5:1 1.25%)	BLA 11 (4:1 1.35%)	BLA 12 (1.8:1 1%)
1% PÉRDIDA DE PESO (°C)	200	175	150	160	175	175	160	175
50% PÉRDIDA DE PESO (°C)	375	350	215	310	350	355	340	355
100% FINAL DE PESO (°C)	550	550	225	500	500	500	500	500

Comparando los resultados de la Tabla 7, el porcentaje de diferencia entre la temperatura más alta de degradación de los biolubricantes (175°C) y la más baja (160°C) es del 9%; es decir, no representa un cambio significativo. Así mismo, todos los biolubricantes llegan a la descomposición final a los 500°C aproximadamente. Como en los análisis anteriores las mejores muestras fueron la 5 (RM 4:1 1%cat) y la 6 (RM 2.5:1 0.75%cat) se analizaron individualmente con el aceite crudo, esterificado y biodiesel.

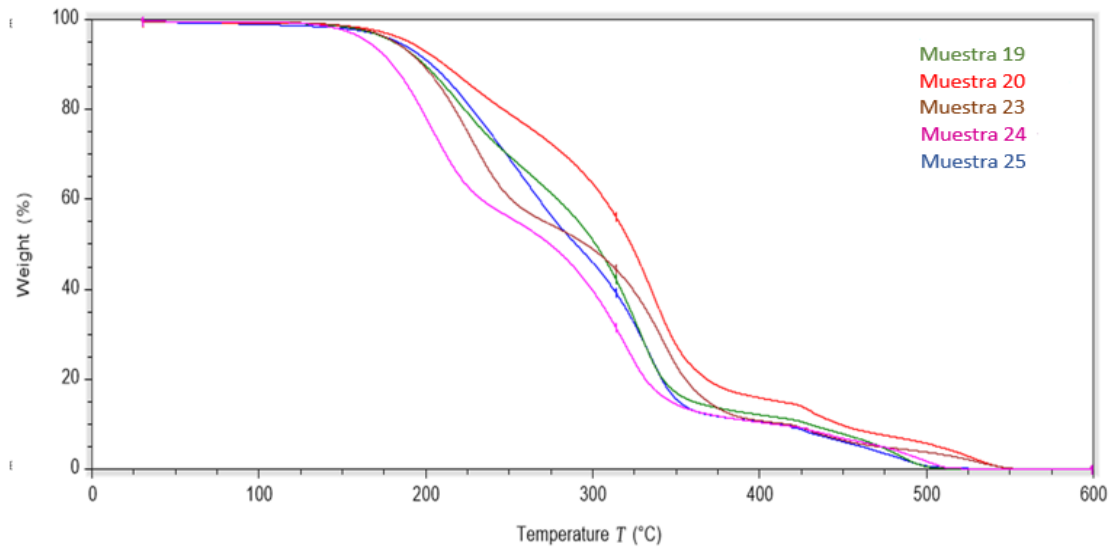
En la Figura 8, se observa que tanto los biolubricantes como el aceite crudo y esterificado presentan una mayor resistencia al aumento de temperatura comparado con el biodiesel. Entre la muestra 5 y 6 es notorio que el mejor comportamiento corresponde al biolubricante aviar 6 (RM 2.5:1 BA:TMP , 0.75% catalizador) debido que resiste mayores temperaturas antes de degradarse (curva roja).

Figura 8. Caracterización muestra 5- muestra 6-Aceite Aviar Crudo - Aceite Aviar Esterificado - Biodiesel Aviar.



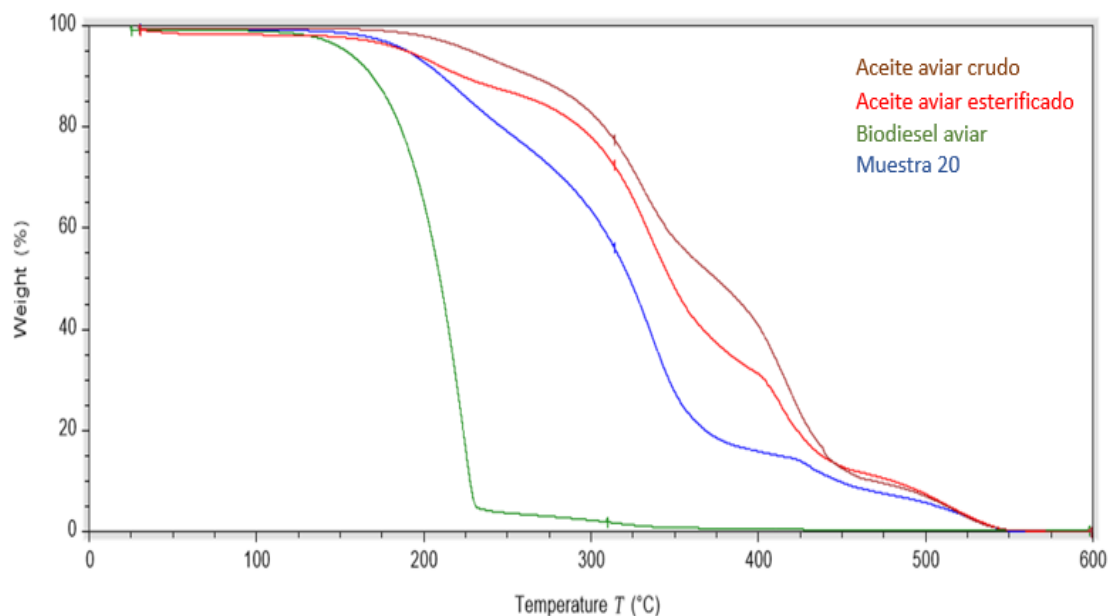
De igual forma se realizó el análisis termogravimétrico para las 5 mejores pruebas de biolubricantes con neopentilglicol (NPG).

Figura 9. Análisis termogravimétrico biolubricantes con NPG



Se observa que la muestra 20 (RM 2.5:1 BA: NPG 1.25% cat) representada con color rojo inicia su descomposición alrededor de 175°C y finaliza a los 550°C siendo ésta la de mayor resistencia a la degradación de masa con el aumento de temperatura. De igual modo se comparó el TGA de ésta muestra con el aceite aviar crudo, aceite esterificado y biodiesel aviar (Figura 10).

Figura 10. Análisis termogravimétrico muestra 20- AAC-AAE-BA.



Se evidencia que la muestra 20 (curva azul) posee una mayor resistencia a la descomposición másica en comparación con el biodiesel, no obstante, se degrada más rápido que el aceite crudo y el aceite esterificado, pues éstos presentan ácidos grasos en cadenas muy largas las cuales son difíciles de romper⁸⁹.

Como el TMP fue el reactivo con el cual se obtuvieron mejores resultados muestra 5 (RM 4:1 BA:TMP 1%cat) y 6 (RM 2.5:1 BA:TMP , 0.75% cat) éstas se compararon con el TGA de lubricantes a base de aceites vegetales (Tabla 8). Analizando las muestras de biolubricante aviar con el aceite de palma y jatrofa se evidencia que éstos presentan una pérdida de peso final en 461°C y 463°C respectivamente⁹⁰, mientras que el biolubricante de esta investigación alcanza los 500°C; esta diferencia puede asociarse al tipo de materia prima con el cual se elabora el biolubricante o la relación molar y porcentaje de catalizador utilizado, cabe resaltar que el poliol y el catalizador son los mismos para ambos estudios. Aunque los

⁸⁹ GALEANO LEÓN, Cristhian Alfredo; GUAPACHA MARULANDA, Esteban. Op. Cit.

⁹⁰ HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

biolubricantes soportan mayor temperatura para degradarse hasta el 100% en masa respecto a los aceites vegetales, éstos últimos alcanzan valores más altos de temperatura antes de llegar a un 50% de pérdida de peso.

Tabla 8. Comparación TGA Biolubricantes vegetales con Biolubricante animal.

	BIOLUBRICANTE MUESTRA 5	BIOLUBRICANTE MUESTRA 6	BIOLUBRICANTE DE JATROFA⁹¹	
1% Pérdida de peso (°C)	160	175	250	280
50% Pérdida de peso (°C)	310	350	430	420
100% Pérdida de peso (°C)	500	500	463	461

Por último, en la Tabla 9 se presenta la caracterización final de las mejores formulaciones (muestra 5 y 6) de biolubricante aviar con otros estudios donde utilizan aceites vegetales y con biolubricantes comerciales tipo ISO VG 32 y 46, en ella se evidencia que los biolubricantes a base de grasa residual avícola tienen mayor densidad e índice de viscosidad en comparación con los demás.

Tabla 9. Comparación propiedades fisicoquímicas biolubricantes.

Propiedades	Densidad (g/ml)	Viscosidad cinemática 40°C (cSt)	Viscosidad cinemática 100°C (cSt)	Índice de viscosidad	Índice de acidez
Aviar con TMP muestra 5	0.971	31.30	10.26	341	0.28
Aviar con TMP muestra 6	0.997	42.93	11.20	267	0.28
Castor ⁹²	0.911	47.54	7.77	132	---

⁹¹ ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa.

⁹² SABOYA, Rosana M and et. Synthesis of biolubricants by the esterification of free fatty acid from castor oil with branched alcohols using cationic exchange resins as catalyst. Industrial Crops & Productos (2017) vol 104, p 60

Propiedades	Densidad (g/ml)	Viscosidad cinemática 40°C (cSt)	Viscosidad cinemática 100°C (cSt)	Índice de viscosidad	Índice de acidez
Jatrofa ⁹³	0.9044	51.89	8.53	140	0.52
BIOHYDRAN TMP ISO VG 32⁹⁴	0.913	32	7.4	195	---
BIOHYDRAN TMP ISO VG 46⁹⁵	0.920	46	9.3	185	---

Según los datos obtenidos del presente estudio se confirman los resultados de McNutt y He⁹⁶ donde afirman que el trimetilolpropano (TMP) en comparación con el neopentilglicol (NPG), es el mejor reactivo para la obtención de biolubricantes ya que alcanzan valores más altos de viscosidad. Según la investigación de Heikal ⁹⁷ la mejor formulación que reportan para un biolubricante vegetal (jatrofa) tipo ISO VG 46 corresponde a una RM 4:1 con 1% de catalizador, mientras que, en este estudio se obtuvo como mejor formulación para esta misma clasificación un biolubricante con RM 2.5:1 BA: TMP y 0.75% catalizador, en este orden de ideas, si se trabaja con el aceite crudo aviar se necesitará menos cantidad de materia prima y catalizador para obtener el mismo tipo de lubricante. No obstante, es importante resaltar que la muestra 5 (RM 4:1 BA: TMP 1% cat) fue la mejor formulación para un biolubricante tipo ISO VG 32, es decir, las condiciones con las cuales Heikal⁹⁸ trabajó para producir el biolubricante a base de aceite vegetal son aplicables para la producción de biolubricantes de aceite residual aviar.

⁹³ HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

⁹⁴ BIOHYDRAN TMP. Biodegradable hydraulic fluid complying with the European Ecolabel criteria. Ficha técnica

⁹⁵ *Ibíd.*

⁹⁶ JOSIAH MCNUTT, Quan He.

⁹⁷ HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

⁹⁸ *Ibíd.*

En relación con los biolubricantes provenientes de aceites vegetales^{99 100} y los biolubricantes comerciales BIOHYDRAN¹⁰¹ se analiza que a pesar de ser una aceite residual se logró obtener mejores resultados en cuanto al índice de viscosidad para dos muestras de las 26 realizadas y la diferencia entre las viscosidades cinemáticas a 40°C oscilan entre 2% y 6.67% para biolubricante ISO VG 32 e ISO VG 46 respectivamente donde el límite permitido es del 10% cumpliendo con los parámetros establecidos¹⁰².

Finalizado el análisis de los resultados se infiere que existe un gran potencial para continuar con el estudio de obtención de biolubricantes a partir de esta materia prima, no sólo se le estaría dando un valor agregado sino que contribuye al desarrollo de nuevas alternativas que no tengan tanto impacto negativo al medio ambiente.

⁹⁹ HEIKAL, Ebtisam K, et al. Op. Cit.

¹⁰⁰ SABOYA, Rosana Op. Cit.

¹⁰¹ BIOHYDRAN TMP. Op. Cit.

¹⁰² YPF. Lubricantes Op. Cit.

4. CONCLUSIONES

El reactivo más óptimo para la producción de biolubricantes fue el trimetilolpropano en comparación con el neopentilglicol, dado que presentó los valores más altos en viscosidad y es más resistente a la degradación de la masa con el aumento de temperatura según el análisis termogravimétrico (TGA), sin embargo, el neopentilglicol obtuvo mejores rendimientos que el trimetilolpropano (g biolubricante/ g de biodiesel).

La mejor formulación para la obtención de un biolubricante tipo ISO VG 32 a partir de una grasa residual aviar fue la relación molar 4:1 biodiesel aviar: TMP con 1% p/p de catalizador metóxido de sodio y para uno tipo ISO VG 46 relación molar 2.5:1 biodiesel aviar: TMP con 0.75% p/p de catalizador, ambas formulaciones cumplen los parámetros permitidos para viscosidad e índice de viscosidad, las cuales fueron las principales variables respuesta de este estudio, sin embargo los resultados de índices de acidez obtenidos de dichas formulaciones superan el límite permisible con una diferencia del 0.8 mg KOH/ g muestra.

Según los resultados obtenidos en el presente estudio el aceite residual aviar es una materia prima de bajo costo en comparación a los aceites vegetales y no cuenta con un valor agregado por lo que podría ser un buen candidato para la síntesis de biolubricantes, siendo Colombia y principalmente Santander, región avícola, un escenario propio para la aplicación esta alternativa.

5. RECOMENDACIONES

Para futuros estudios se recomienda optimizar la obtención del biolubricante, variando condiciones como temperatura, rotación y tiempo de reacción, además ampliar la caracterización del biolubricante evaluando propiedades como punto de inflamación, punto de congelación y estabilidad oxidativa, así mismo se sugiere realizar análisis de masa como infrarrojo y cromatografía para determinar la composición del biolubricante.

Realizar la caracterización correspondiente al biolubricante sólido obtenido posterior a la centrifugación y establecer si cumple alguna clasificación para lubricantes como ISO VG y SAE.

Buscar y evaluar alternativas para recuperar el metanol en la etapa de pretratamiento de la materia prima (reacción de esterificación y transesterificación) así como los catalizadores utilizados en cada fase.

Considerar la posibilidad de realizar un estudio económico preliminar con el objetivo de determinar costos de producción evaluando la factibilidad de producir biolubricantes a partir de aceite residual aviar.

Se propone ampliar la investigación sobre el uso de otras grasas animales para la obtención de biolubricantes empleando otro tipo de materias primas residuales como grasa bovina y equina con el fin de realizar una comparación más extensa.

BIBLIOGRAFÍA

A. SABOYA, Rosana Maria, et al. Assessment of commercial resins in the biolubricants production from free fatty acids of castor oil. Catalysis toda 2017 vol 279, p 274-275.

ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Optimization of pretreatment reaction for methyl ester production from chicken fat. Fuel 2010 vol 89, p 4036-4039.

ALPTEKIN, Ertan and CANAKCI, Mustafa. Optimization of transesterification for methyl ester production from chicken fat. Fuel 2011 vol 90, p 2631-2632.

ARARAT, Carlos; MURILLO, Edwin. Polietileno de baja densidad funcionalizado con un poliéster poliálcool altamente ramificado maleinizado. Ingeniería y Ciencia 2016 vol 12, p 129

ASOCIACIÓN COLOMBIANA DEL PETRÓLEO. Estudios sectoriales. La comercialización de lubricantes en Colombia, 2013. p. 1-4.

AVELLANEDA VARGAS, F. A. Producción y caracterización de biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal. Tesis doctoral. Tarragona. Universitat Rovira I Virgili, 2010. 244 p. ISBN: 978-84-693-4594-8/DL:T.1007-2010.

AVELLANEDA VARGAS, F. A. Producción y caracterización de biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal. Tesis doctoral. Tarragona. Universitat Rovira I Virgili, 2010. P 131. ISBN: 978-84-693-4594-8/DL:T.1007-2010.

AVIDESA MACPOLLO S.A. 2018. Bucaramanga.

BIOHYDRAN TMP. Biodegradable hydraulic fluid complying with the European Ecolabel criteria. Ficha técnica.

CAVALCANTI DA SILVA, José André, et al. Enzymatic production and characterization of potential biolubricants from castor bean biodiesel. Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic. 2015 vol 122, p 323.

DATOS ABIERTOS GOBIERNO DIGITAL COLOMBIA Plantas de beneficio animal [en línea] Disponible en <https://www.datos.gov.co/Salud-y-Proteccion-Social/PLANTAS-DE-BENEFICIO-ANIMAL/g5gy-3pge/data>

DEPARTAMENTO ADMINISTRATIVO NACIONAL DE ESTADÍSTICA, DANE. Estadística comercio interno [En línea] Disponible en <http://www.dane.gov.co/index.php/estadisticas-por-tema/comercio-interno>

DUEÑAS LÓPEZ, Leidy Tatiana; ROJAS SOLANO, Ingrid Judyth. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de grasa residual avícola. Tesis de grado para optar por el título de ingeniero químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química, 2016, p 20, 37-42.

EL UNIVERSAL. Colombia, líder latinoamericano en biodiesel de palma. [En línea]. Bogotá D.C (Recuperado en Mayo 3 de 2013) Disponible en <http://www.eluniversal.com.co/cartagena/economica/colombia-lider-latinoamericano-en-biodiesel-de-palma-118191>

FEDERACIÓN NACIONAL DE AVICULTORES DE COLOMBIA. 2018. Diciembre de 2017. Revista Avicultores No. 256. Bogotá D.C: Panamericana Formas e impresos S.A, 2018. P 33.

FEDERACIÓN NACIONAL DE AVICULTORES DE COLOMBIA. Avicultura a buen ritmo. Febrero de 2018. Revista Avicultores No. 257. Bogotá D.C: Panamericana Formas e impresos S.A, 2018. P 18-21.

FEDERACIÓN NACIONAL DE CULTIVADORES DE PALMA DE ACEITE (FEDEPALMA). Resolución 000181 “Por el cual se fijan los precios de referencia para la liquidación de la cuota de fomento de la agroindustria de la Palma de Aceite para el segundo semestre del 2017”. [En línea]. Disponible en <http://web.fedepalma.org/sites/default/files/files/Fedepalma/precios-de-referencia-para-la-liquidacion-de-la-cuota-de-fomento.pdf>

FONDO DE ACEITES USADOS. Panorama general del aceite lubricante usado- Informe año 2016. Bogotá, 2017. p. 1-15.

GALEANO LEÓN, Cristhian Alfredo; GUAPACHA MARULANDA, Esteban. Aprovechamiento y caracterización de los residuos grasos del pollo para la producción de un biocombustible. Tesis de grado para optar por el título de Químico Industrial. Pereira: Universidad Tecnológica de Pereira. Escuela de Tecnología Química, 2011, p 19-30.

GUTIERREZ PULIDO, Humberto y DE LA VARA SALAZAR Román. Análisis y Diseños de experimentos. Mc Graw Hill. Segunda edición, p 413-419.

HAMIDAD, Abd Hamid, et al. Synthesis of palm oil-based trimethylolpropane ester as potential biolubricant: Chemical kinetics modeling. Chemical Engineering Journal 2012 vol 200. No 202, p 532-533

HEIKAL, Ebtisam K, et al. Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils. Egyptian Journal of Petroleum 2016, p 1-5.

HERNÁNDEZ CRUZ, M.C, et al. Chicken fat and biodiesel viscosity modification with additives for the formulation of biolubricants. Fuel 2017 vol 198, p 42.

JOSIAH MCNUTT, Quan He. Development of biolubricants from vegetable oils via chemical modification. Journal of Industrial and Engineering Chemistry 2016 vol 36 p 1-3.

LOPEZ, Luisa; BOCANEGRA, Jenny y MALAGÓN, Dionisio. Obtención de un biodiesel por transesterificación de aceite de cocina usado. Universidad Javeriana 2015 vol 19, p 159.

MADANKAR, Chandu S; DALAI, Ajay K y NAIK S.N. Green synthesis of biolubricant base stock from canola oil. Industrial Crops and Products 2013 vol 44, p 139-140.

MESA VELEZ, Laura del Pilar. Tutor de tribología primera parte introducción a la tribología. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de ingeniería, Departamento de ingeniería mecánica y mecatrónica. Bogota D.C. 2005. P 41-47, p 41, 159.

MOBARAK, H.M, et al. The prospects of biolubricants as alternatives in automotive applications. Renewable and Sustainable Energy Reviews 2014 vol 33, p 34-37.

MOHAMAD K. Ruzaimah N.; YUSUP, Suzana and RASHID Umer. Optimization of polyol ester production by transesterification of Jatropha-based methyl ester with trimethylolpropane using Taguchi design of experiment. Fuel 2011 vol 90 p 2343, 2345.

PENCE PETROLEUM CO. Viscosity Classification Equivalentents.

PEREIRA, Gustavo G and et. Soybean and Soybean/Beef-Tallow Biodiesel: A Comparative Study on Oxidative Degradation During Long-Term Storage. Journal of the American Oil Chemists' Society 2017 vol 94, p 589.

RODRIGUEZ TORRES, Jossy Efreñ; CAICEDO FLOREZ, Elver Fabian. Estudio experimental de la obtención de lodos de perforación de emulsión inversa a partir de aceite residual aviar transesterificado como fase continua. Tesis de grado para optar por el título de ingeniero de petróleos. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería de Petróleos, 2017, p 57.

RUZAIMAH NIK, Mohamad Kamil; SUZANA, Yusup y UMER, Rashid. Optimization of polyol ester production by transesterification of Jatropha-based methyl ester with trimethylolpropane using Taguchi design of experiment. Fuel 2011 vol 90, p 2343-2344.

SABOYA, Rosana M and et. Synthesis of biolubricants by the esterification of free fatty acid from castor oil with branched alcohols using cationic exchange resins as catalyst. Industrial Crops & Productos 2017 vol 104, p 60.

TERRADILLOS, Jesus y CIRIA, Jose. I. Todo sobre la lubricación de las turbinas y su mantenimiento a través del análisis del aceite. (Lubrication management) p 8.

VALERIAN IBEAWUCHI, Iheriohanma. Environmental impact assessment of oil and gas industry in Niger Delta, Nigeria: a critical environmental and legal framework assessment. Tesis de grado para optar por el título de master en Ciencias Aplicadas. Halifax, Nova Scotia. Dalhousie University 2016, p 21-22.

VIVAS CASTAÑO, A. M. Estudio y obtención de biodiesel a partir de residuos grasos de origen bovino. Tesis Pregrado en Química Industrial. Pereira. Universidad

Tecnológica de Pereira, Facultad de Tecnología, Escuela de Química. 2010. p 39-40.

WANG, Erpei, et al. Synthesis and oxidative stability of trimethylolpropane fatty acid triester as a biolubricant base oil from waste cooking oil. Biomass and Bioenergy 2014 vol. 66, p 371-372

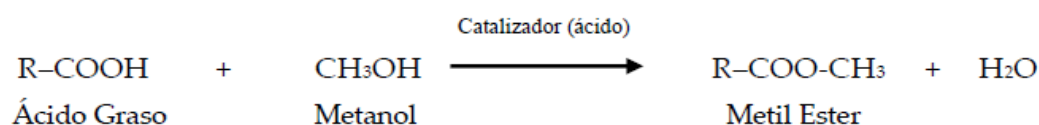
YPF. Lubricantes. Marzo de 2015. Ficha técnica No. 118.

ANEXOS

ANEXO A. REACCIONES PARA LA OBTENCIÓN DEL BIODIESEL

A continuación se muestran las tres reacciones para la obtención de los biolubricantes por el método de modificación química de ésteres.

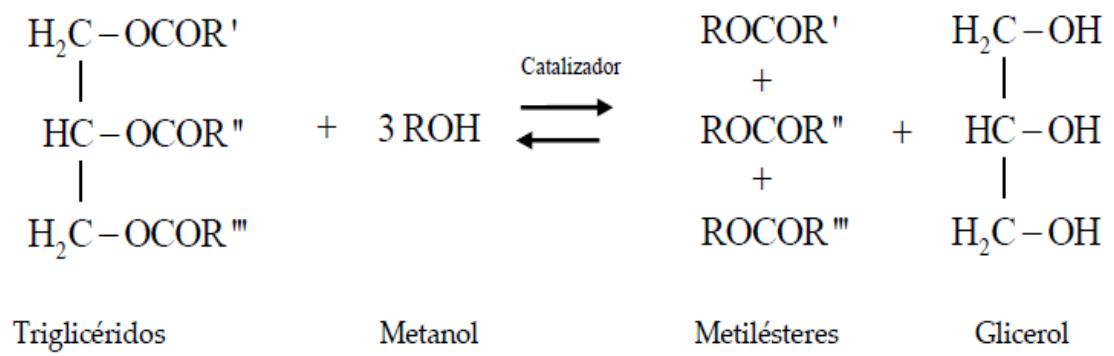
1. Reacción de Esterificación (RE): Formación del triglicéridos [20]



En la figura anterior, se muestra como el grupo carboxilo de los ácidos grasos reacciona con el grupo alcohol del metanol para formar metil ésteres o fatty acids methyl esters (FAME) en presencia de un catalizador ácido.

2. Reacción de transesterificación (RT): Formación de metil ésteres o biodiesel [6].

El triglicérido reacciona con un alcohol en presencia de un catalizador, el cual generalmente es básico como el NaOH o KOH para formar los metil ésteres (biodiesel) y como subproducto glicerol [6].



ANEXO B. NORMA ISO 660: MEDICIÓN DE ÍNDICE DE ACIDEZ

A continuación se explican los pasos realizados para la medición del índice de acidez siguiendo la norma ISO 660.

1. Preparación de la solución patrón (5 días antes)

Se disuelven 7 gramos de KOH en 1000 ml de etanol.

2. Neutralización del metil-isobutil-cetona.

Medir 23 ml de metil isobutil cetona.

Agregar 4 gotas de fenolftaleína.

Cargar la bureta a 0 ml con la solución de KOH/etanol (0.1 mol/L).

Colocar los 23 ml de metil isobutil cetona en la plancha con agitación.

Hallar el punto de equivalencia.

3. Preparación del patrón.

Se pesan aproximadamente 0.05g a 0.1 g de ácido benzoico en un erlenmeyer de 100 ml.

Al ácido benzoico se le agregan los 23 ml de metil isobutil cetona.

4. Neutralización del patrón.

La solución patrón se lleva a la plancha con agitación.

Cargar la bureta a 0ml con la solución de KOH/etanol.

Hallar el punto de neutralización:

$$[]_{PATRÓN} = \frac{1000 * m}{122.1 * v}$$

Donde

m= masa del ácido benzoico (g).

v= volumen en ml de solución de KOH usado.

5. Preparación del 2-propanol.

Se miden 25 ml de 2-propanol.

Agregar 4 gotas de fenolftaleína.

Colocar el agitador magnético dentro y llevar el 2-propanol a la plancha.

Cargar la bureta a 0 ml con la solución de KOH/etanol.

Hallar el punto de equivalencia.

6. Medición de la acidez.

Pesar aproximadamente 5 g de aceite.

Al aceite se le agrega el 2-propanol neutralizado con el agitador y llevar a la plancha de calentamiento.

Cargar la bureta a 0 ml con la solución de KOH/etanol.

Hallar el punto de equivalencia.

$$\text{Indice de Acidez} = \frac{56.1 * v * c}{m}$$

Donde:

V= volumen en ml de la solución patrón de KOH usada

m= masa en gramos de la porción de ensayo (aceite)

c= concentración exacta (mol/L) del patrón de KOH

Unidades del índice de acidez = mg KOH/g de aceite

ANEXO C. CÁLCULOS ESTEQUIMÉTRICOS PRODUCCIÓN DE BIODIESEL PRUEBAS PRELIMINARES

Cálculos estequiométricos reacción de esterificación: Los cálculos fueron los mismos para ambas muestras preliminares ya que se mantuvieron constantes las condiciones de reacción como se muestra a continuación.

$$200\text{g AAC} * \frac{1 \text{ mol AAC}}{858.21 \text{ g AAC}} * \frac{7.5 \text{ mol MET}}{1 \text{ mol AAC}} * \frac{32 \text{ g MET}}{1 \text{ mol MET}} * \frac{1 \text{ ml MET}}{0.792\text{g MET}}$$

$$= 70.61 \text{ ml MET}$$

$$200\text{g AAC} * \frac{1.25\text{gH}_2\text{SO}_4}{100\text{g H}_2\text{SO}_4} * \frac{100\text{g H}_2\text{SO}_4}{97\text{g puros}} = 2.57 \text{ g H}_2\text{SO}_4$$

Cálculos estequiométricos reacción de transesterificación: Para cada muestra se realizó los siguientes cálculos cambiando la RM.

Relación AAE: MET 1:6

$$173.43\text{g AAE} * \frac{1 \text{ mol AAE}}{858.21 \text{ g AAE}} * \frac{6 \text{ mol MET}}{1 \text{ mol AAE}} * \frac{32 \text{ g MET}}{1 \text{ mol MET}} * \frac{1 \text{ ml MET}}{0.792\text{g MET}} = 48.99 \text{ ml MET}$$

$$173.43\text{g AAE} * \frac{0.5\text{g KOH}}{100\text{g AAE}} * \frac{100\text{g KOH}}{85 \text{ g puros}} = 1.02 \text{ g KOH}$$

$$173.43\text{g AAE} * \frac{0.4537 \text{ mg KOH}}{\text{g AAE}} * \frac{1\text{g KOH}}{1000 \text{ mg KOH}} = 0.0786 \text{ g KOH}$$

$\text{KOH total} = 1.02\text{g} + 0.0786\text{g} = 1.098 \text{ g KOH}$

El valor del índice de acidez se midió para cada muestra, en el caso de RM 1:6 AAE: MET fue de 0.4537 mg KOH/g AAE, dato que se utiliza para calcular el exceso de catalizador.

Relación AAE: MET 1:9

Se repitió el procedimiento anterior cambiando RM a 1:9 de AAE: MET, el valor del índice de acidez para la segunda muestra fue de 0.4432 mg KOH/ g AAE.

ANEXO D. RESULTADOS PRUEBAS PRELIMINARES DEL BIODIESEL AVIAR

Condiciones reacción de esterificación (RE):

RM AAC: MET	1:7,5
% p/p H ₂ SO ₄ respecto AAC	1,25
Temperatura (°C)	60
Tiempo (min)	150
Rpm	600

Condiciones reacción de transesterificación (RT):

PARÁMETROS	PRUEBA 1	PRUEBA 2
RM AAE: MET	1:6	1:9
% p/p KOH respecto AAE	0,5	0,5
Temperatura (°C)	60	60
Tiempo (min)	120	120
Rpm	600	600

Resultados de las pruebas:

IA de AAC	Prueba	Rendimiento de RE	IA de RE	Rendimiento de RT	IA de RT	% FAME	Rendimiento global
17,08	1	91,75%	0,44	86,94%	0,13	94,00%	75,4%
	2	92.25%	0,97	88,55%	0,13	91,44%	74%

Se puede observar que para ambas muestras el porcentaje del FAME es mayor al 90% y el índice de acidez (IA) menor a 1 mg KOH/g aceite, sin embargo, el %FAME

y rendimiento global de la reacción es mejor cuando la RM de AAE: MET de la RT es 1:6.

ANEXO E. CROMATÓGRAFO NORMA ESPAÑOLA UNE-EN 14103:2013

1. Pesar 500 mg de heptadecanoato y diluirlos en 50 ml de heptano.
2. Pesar de 200 a 250 mg de biodiesel y diluirlos en 5 ml de la solución de heptadecanoato preparada.
3. Lavar cada frasco del cromatógrafo con heptano.
4. Colocar en el siguiente orden los frascos de recolección en el cromatógrafo: dicloro, heptano y residuos (este último vacío).

$$FAME = \frac{\sum A - AEI}{AEI} * \frac{CEI * VEI}{m} * 100$$

Donde

$\sum A$ = Suma áreas

AEI=Área del pico de heptadecanoato

CEI= concentración del patrón

VEI= volumen (5ml)

m= masa muestra

ANEXO F. DISEÑO EXPERIMENTAL

Se escogió un Diseño Central Compuesto (DCC) en el cuál se realiza un diseño factorial a dos niveles con una sola réplica, puntos axiales y 5 réplicas al punto central [23].

En este caso se realiza un DCC para cada tipo de poliol (TMP y NPG) de la siguiente manera variando la relación molar y el porcentaje de catalizador.

$$N = 2^K + 2K + N_0$$

N=cantidad de experimentos.

N_0 = réplicas al punto central

K= número de factores del diseño

Ajustar la distancia de los puntos axiales al punto central

$$\alpha = F^{1/4} \quad F = 2^K$$

α = distancia de los puntos axiales al punto central

$$N_0 = \lambda * (\sqrt{F} + 2)^2 - F - 2K$$

λ = constante que depende del número factores k

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

X_i = valor del punto axial

(+)=nivel alto

(-)=nivel bajo

Factores: Relación molar y porcentaje de catalizador

Niveles: RM: 2,5:1 4:1 5,5:1 y %CAT 0,75% 1% 1,25%

Aplicando las fórmulas mencionadas anteriormente se llegan a los siguientes valores:

$$\alpha=1.41 \quad F=4 \quad K=2 \quad X_i = 6,115 \quad X_i = 1,885 \quad N_0 = 4,5504 \quad N = 12,55 \approx 13$$

Los valores para el porcentaje de catalizador son $X_i = 1,3525$ y $X_i = 0,6475$

Se resumen los datos hallados en la siguiente tabla:

	-α	1	2	3	+α
RM	1,885:1	2,5:1	4:1	5,5:1	6,115:1
%CAT	0,6475	0,75	1	1,25	1,3525

A continuación se presentan las dos matrices experimentales de cada DCC.

Matriz experimental utilizando TMP

Muestra	% Catalizador	RM BA:TMP	
1	1	1:4	Réplicas punto central
2	1	1:4	
3	1	1:4	
4	1	1:4	
5	1	1:4	
6	0.75	1:2.5	Porción factorial
7	1.25	1:2.5	
8	0.75	1:5.5	
9	1.25	1:5.5	
10	0.6475	1:4	Porción axial
11	1.3525	1:4	

Muestra	% Catalizador	RM BA:TMP	
12	1	1:1.885	
13	1	1:6.115	

Matriz experimental utilizando NPG

Muestra	% Catalizador	RM BA:NPG	
14	1	1:4	Réplicas punto central
15	1	1:4	
16	1	1:4	
17	1	1:4	
18	1	1:4	
19	0.75	1:2.5	Porción factorial
20	1.25	1:2.5	
21	0.75	1:5.5	
22	1.25	1:5.5	
23	0.6475	1:4	Porción axial
24	1.3525	1:4	
25	1	1:1.885	
26	1	1:6.115	

ANEXO G. RESULTADOS VISCOSIDADES

Resultados viscosidad e índice de viscosidad con TMP.

CONDICIONES	MUESTRA	VISCOSIDAD 40°C		VISCOSIDAD 100°C		IV
		DINÁMICA (cP)	CINEMÁTICA (cSt)	DINÁMICA (cP)	CINEMÁTICA (cSt)	
RM 4:1 1%	5	30.39	31.30	9.96	10.26	341
RM 2.5:1 0.75%	6	42.80	42.93	11.17	11.20	267
RM 2.5:1 1.25%	7	44.41	47.45	10.10	10.79	227
RM 5.5:1 0.75%	8	15.60	15.92	4.88	4.98	-
RM 5.5:1 1.25%	9	17.13	17.49	5.03	5.13	-
RM 4:1 0.64%	10	18.37	18.75	4.73	4.83	-
RM 4:1 1.35%	11	24.48	24.02	6.86	6.73	264
RM 1.8:1 1%	12	59.03	60.26	10.96	10.14	156
RM 6.1:1 1%	13	13.11	12.13	4.95	5.05	-

La muestra número 5 representa el promedio de las réplicas al punto central.

Resultados viscosidad e índice de viscosidad con NPG

CONDICIONES	MUESTRA	VISCOSIDAD 40°C		VISCOSIDAD 100°C		IV
		DINÁMICA (cP)	CINEMÁTICA (cSt)	DINÁMICA (cP)	CINEMÁTICA (cSt)	
RM 4:1 1%	18	8.12	8.47	3.71	3.87	-
RM 2.5:1 0.75%	19	14.97	14.90	4.40	4.38	231
RM 2.5:1 1.25%	20	17.18	18.39	4.81	5.15	238
RM 5.5:1 0.75%	21	8.75	9.12	3.07	3.20	-
RM 5.5:1 1.25%	22	8.71	9.08	4.00	4.17	-
RM 4:1 0.64%	23	11.21	11.28	4.67	4.70	435
RM 4:1 1.35%	24	12.15	13.16	4.31	4.67	333
RM 1.8:1 1%	25	15.52	16.53	4.43	4.72	232
RM 6.1:1 1%	26	8.13	8.48	3.61	3.76	-

La muestra número 18 representa el promedio de las réplicas al punto central.

ANEXO H. RESULTADOS RENDIMIENTOS DE LA REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN INVERSA

Rendimientos utilizando TMP:

A continuación se muestra los rendimientos de la reacción de transesterificación inversa (RTI) utilizando como poliol el trimetilolpropano (TMP).

La muestra número 5 representa el promedio de las réplicas al punto central.

MUESTRA	RELACIÓN MOLAR	CANTIDAD DE CATALIZADOR %P/P	RENDIMIENTO TOTAL %	RENDIMIENTO FASE LÍQUIDA %
5	4:1	1	84.0	64.9
6	2.5:1	0.75	94.9	61.8
7	2.5:1	1.25	69.2	29.1
8	5.5:1	0.75	84.4	43.2
9	5.5:1	1.25	73.5	22.8
10	4:1	0.64	77.8	38.5
11	4:1	1.35	57.9	18.4
12	1.8:1	1	85.3	76.2
13	6.1:1	1	81.4	42.2

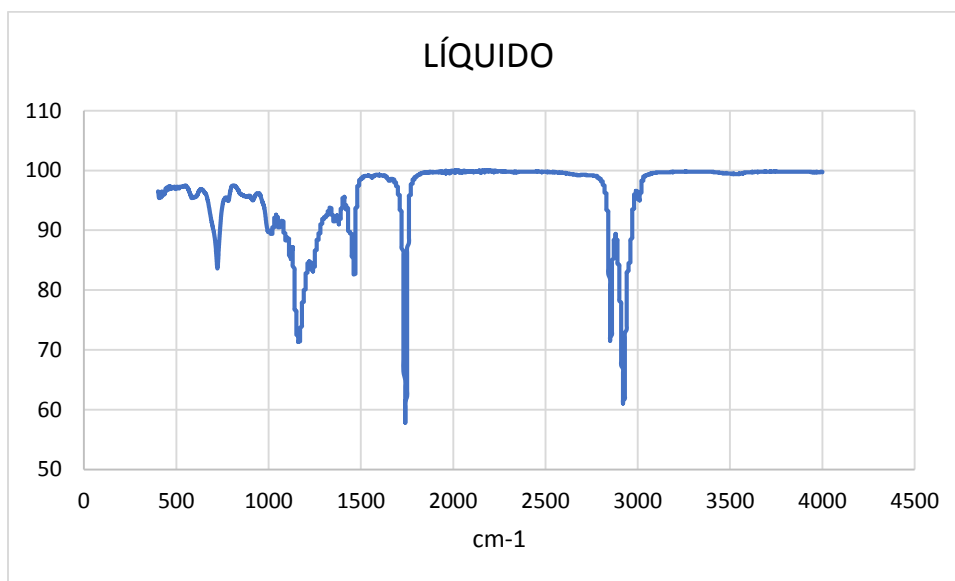
Rendimientos utilizando NPG:

A continuación se muestra los rendimientos de la reacción de transesterificación inversa (RTI) utilizando como poliol el neopentilglicol (NPG).

La muestra número 18 representa el promedio de las réplicas al punto centra

MUESTRA	RELACIÓN MOLAR	CANTIDAD DE CATALIZADOR %P/P	RENDIMIENTO TOTAL %	RENDIMIENTO FASE LÍQUIDA %
18	4:1	1	94.5	47.3
19	2.5:1	0.75	71.5	50.7
20	2.5:1	1.25	87.9	33.8
21	5.5:1	0.75	79.7	24.8
22	5.5:1	1.25	69.7	18.2
23	4:1	0.64	93.3	44.8
24	4:1	1.35	92.9	25.2
25	1.8:1	1	99.5	62.6
26	6.1:1	1	92.7	49.5

ANEXO I. ANÁLISIS DE INFRARROJO



ANEXO J. EVIDENCIA FOTOGRÁFICA

Foto 1. Aceite aviar crudo, aceite aviar esterificado y biodiesel aviar.



Foto 2. Montaje baño maría para RE y RT.

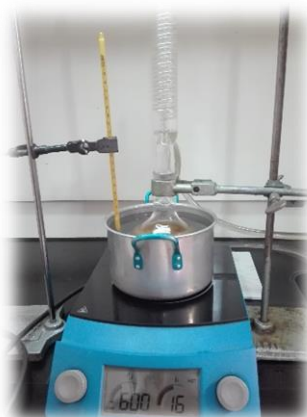


Foto 3. Decantación después de la RE, fase superior gomosa y fase inferior AAE.



Foto 4. Decantación después de la RT, fase superior BA y fase inferior glicerina.



Foto 5. Montaje de la reacción de transesterificación inversa.



Foto 6. Biolubricante sin centrifugar y después de centrifugación.

