

**EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A ESCALA BANCO DE  
LOS PROCESOS DE SEPARACIÓN DE SUBPRODUCTOS DERIVADOS DE LA  
REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE PALMA.**

**DIANA MARGARITA PÉREZ PADILLA  
JHON CARLOS RODRÍGUEZ ROJAS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA  
2006**

**EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A ESCALA BANCO DE  
LOS PROCESOS DE SEPARACIÓN DE SUBPRODUCTOS DERIVADOS DE LA  
REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE PALMA.**

**DIANA MARGARITA PÉREZ PADILLA  
JHON CARLOS RODRÍGUEZ ROJAS**

Trabajo presentado como requisito para  
optar al título de Ingeniero Químico

Director  
**MARIO ALVAREZ CIFUENTES**  
Ingeniero Químico, M. Sc. Ph.D

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA  
2006**

## RESUMEN

### TITULO

EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA A ESCALA BANCO DE LOS PROCESOS DE SEPARACIÓN DE SUBPRODUCTOS DERIVADOS DE LA REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE PALMA. \*

### AUTORES

DIANA MARGARITA PEREZ PADILLA  
JHON CARLOS RODRIGUEZ ROJAS\*\*

### PALABRAS CLAVES

Aceite crudo de Palma, transesterificación, hidrólisis, metil éster.

### CONTENIDO

Se realizó un estudio experimental con el fin de evaluar algunos procesos de separación de subproductos de la reacción de transesterificación de aceite crudo de palma y su respectiva caracterización.

El trabajo consistió en: 1) experimentación con cada uno de los métodos de purificación escogidos teniendo en cuenta la literatura encontrada y su uso comercial 2) caracterización fisicoquímica de los productos de la reacción.3) evaluación de la influencia del método de purificación, de las condiciones de reacción en la purificación y diferencias en las propiedades fisicoquímicas del metil éster lavado según el método de purificación.

La experimentación hecha permitió concluir que:

La variable de reacción que más influye en la purificación de los metil éster es el porcentaje de catalizador.

Las condiciones de 0.6% w/w de NaOH como catalizador, 12:1 de relación molar metanol / aceite y 40 °C de temperatura de operación, permiten obtener la razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma más alta, independiente del método de purificación que se utilice.

El método de purificación de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada permite obtener las mayores razones másicas metil éster purificado / metil éster crudo.

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Ingeniería Química  
Ing. Químico M. Sc. Ph. D Mario Álvarez Cifuentes

## ABSTRACT

### TITLE

EVALUATION AND PHYSIOCHEMICAL CHARACTERIZATION TO SCALE BANK OF THE BY-PRODUCTS SEPARATION PROCESSES DERIVED FROM THE PALM OIL TRANSESTERIFICATION REACTION. \*

### AUTHORS

DIANA MARGARITA PEREZ PADILLA  
JHON CARLOS RODRIGUEZ ROJAS\*\*

### KEY WORDS

Crude palm oil, transesterification, hydrolysis, methyl ester.

### CONTENT

An experimental study was made with the purpose of evaluating some separation processes of the by-products of the crude palm oil transesterification reaction and their corresponding characterization.

The study consisted of: 1) the experimentation with each one of the chosen purification methods taking in account the existent literature and their commercial use. 2) the physiochemical characterization of the reaction products. 3) the evaluation of the purification methods and the reaction conditions influence and the differences found in the physiochemical properties of the methyl ester washed according to the purification method.

The experimentation led to conclude that:

The reaction variable that influences the most in the methyl ester purification is the catalyst percentage.

The conditions with 0,6% w/w of NaOH catalyst, 12:1 of methanol/oil molar relation and 40° C as the operation temperature, permit to obtain the highest methyl purified ester / crude palm oil mass rate, regardless the purification method.

The purification method of neutralization with sulfuric acid and washed with distilled water permit to obtain the highest methyl purified ester / methyl crude ester mass rate.

\* Graduate project

\*\*Faculty of Physical-Chemical Engineerings, Chemical Engineering,  
Chemical Eng. M.Sc. Ph. D Mario Álvarez Cifuentes

*Dedicatoria (Diana).....*

*Agradezco a Dios por ser mi amparo y mi fortaleza a lo largo de toda mi vida, de corazón le doy gracias por lo bondadoso que ha sido conmigo al regalarme todo lo que hoy soy y tengo.*

*A mis padres, les dedico este triunfo porque siempre han creído en mí, y me han enseñado a creer que mis sueños pueden hacerse realidad, gracias por su amor y apoyo incondicional, ustedes son mi mayor ejemplo.*

*A mis hermanos, porque son el regalo más hermoso que tengo y los amo con todo mi corazón.*

*A Aldrin, por compartir su corazón sinceramente, y por todos los momentos hermosos que me ha regalado.*

*A Edilia, por haberme acogido y apoyado como si fuera su hija.*

*Y a mis amigos por todos los momentos que pasamos juntos que hicieron que se convirtieran en parte de mi familia.*

*Dedicatoria (Jhon).....*

*A mis padres, únicos y verdaderos forjadores de este triunfo, fuente inagotable de amor, comprensión, apoyo y ejemplo indemne de familia; ciudadanos ejemplares en la construcción de un mundo soberano, para ellos "TODO HONOR Y TODA GLORIA".*

*A mis tías (Martha, Yolanda y Helide) por su constante apoyo y por acompañarme en los momentos difíciles.*

*A mis verdaderos amigos, en realidad pocos, ya que un amigo no es aquel que está a mi lado intercambiando palabras vanas que el viento arrastrará a las inmensas cumbres del olvido*

*A la vida y muy especialmente a dios, quién en su afán de destruirme sólo ha conseguido hacerme más FUERTE.....*

## AGRADECIMIENTOS

- ✚ Profesor Mario Álvarez Cifuentes, director de este trabajo de grado y del centro de transferencia tecnológica INTERFASE.
- ✚ Coordinador del grupo INTERFASE, Ingeniero Leonel Abreu.
- ✚ Compañeros de grupo Oleoquímica 2006.
- ✚ Ingeniero Químico Manuel Valero.
- ✚ Ingeniero Químico Guillermo Aceros
- ✚ Luis Eduardo Carreño y Wilson Eduardo Carreño, técnicos del laboratorio de operaciones unitarias de Ingeniería Química.
- ✚ A la Universidad Industrial de Santander, a nuestra querida Escuela de Ingeniería Química, a todos nuestros compañeros de universidad de quienes recibimos un continuo apoyo y aquellos que de una u otra forma hicieron posible la realización de nuestro trabajo de grado.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Evaluar los procesos de separación de subproductos de la reacción de transesterificación de aceite de palma y caracterizar fisicoquímicamente los mismos.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- ✚ Separar metanol y glicerina del producto de la reacción de transesterificación de aceite de palma.
- ✚ Evaluar las condiciones que favorecen los procesos de separación de subproductos de la reacción de transesterificación de aceite de palma.
- ✚ Caracterizar los derivados oleoquímicos de la reacción de transesterificación de aceite de palma después de la separación.

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>1</b>
<b>1. FUNDAMENTO TEÓRICO</b> .....	<b>3</b>
1.1 DEFINICIÓN .....	3
1.2 PURIFICACIÓN DE METIL ÉSTERES .....	4
1.3 USOS Y DERIVADOS DE LOS METIL ÉSTERES.....	6
1.4 GLICERINA.....	7
<b>2. DESARROLLO EXPERIMENTAL</b> .....	<b>9</b>
2.1 REACTIVOS Y EQUIPOS .....	9
2.2 METODOLOGÍA .....	10
2.3 FASE EXPERIMENTAL METIL ÉSTERES.....	11
2.3.1 <i>Experimentación método 1 Y 2 (lavado con agua destilada caliente a 50 °C y 80 °C)</i> .....	12
2.3.2 <i>Experimentación Método 3 (Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada)</i> .....	13
2.3.3 <i>Experimentación Método 4 (Disolución en solvente orgánico y lavado con agua destilada)</i> .....	14
2.4 RECUPERACIÓN DE METANOL.....	15
2.5 CARACTERIZACIÓN DE METIL ÉSTERES PURIFICADOS .....	16
2.6 CARACTERIZACIÓN DE GLICERINA PRODUCIDA.....	19
<b>3. ANÁLISIS DE RESULTADOS</b> .....	<b>20</b>
3.1 TÉCNICAS DE LAVADO .....	20
3.2 INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE REACCIÓN EN LA PURIFICACIÓN DE METIL ÉSTERES .....	21
3.2.1 <i>Influencia del exceso de metanol en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma</i> .....	22
3.2.2 <i>Influencia del porcentaje de catalizador en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma</i> .....	22
3.2.3 <i>Influencia de la temperatura de reacción en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma</i> .....	23
3.3 MÉTODOS DE PURIFICACIÓN DE METIL ÉSTERES .....	24
3.3.1 <i>Métodos de lavado con agua destilada caliente</i> .....	25
3.3.2 <i>Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada</i> .....	26
3.3.3 <i>Método de disolución en n-Hexano y lavado con agua destilada</i> .....	26
3.4 RECUPERACIÓN DE METANOL.....	26
3.5 CARACTERIZACIÓN DE METIL ÉSTERES PURIFICADOS .....	27

3.5.1 Densidad.....	27
3.5.2 Viscosidad cinemática a 40 °C.....	28
3.5.3 Índice de refracción.....	29
3.5.4 Espectrometría Infrarroja.....	29
3.5.5 Acidez por el método de titulación.....	30
3.6 CARACTERIZACIÓN DE GLICERINA .....	30
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>32</b>
<b>RECOMENDACIONES .....</b>	<b>33</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>34</b>
<b>ANEXO A: ESPECTROS INFRARROJOS METIL ÉSTERES .....</b>	<b>36</b>
<b>ANEXO B: ESPECTROS INFRARROJOS GLICERINA .....</b>	<b>42</b>

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1</b>	Composición característica de metil ésteres de aceite crudo de palma	4
<b>Tabla 2.1</b>	Condiciones de reacción de muestras	9
<b>Tabla 3.1</b>	Resultados técnicas de lavado	20
<b>Tabla 3.2</b>	Resultados métodos de purificación de metil ésteres, razón másica metil éster purificado / metil éster crudo	21
<b>Tabla 3.3</b>	Resultados métodos de purificación de metil ésteres, razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma	24
<b>Tabla 3.4</b>	Resultados recuperación de metanol en muestras metil ésteres y glicerina	26
<b>Tabla 3.5</b>	Índice de refracción para metil ésteres purificados	29
<b>Tabla 3.6</b>	Acidez para metil ésteres purificados	30
<b>Tabla 3.7</b>	Caracterización de glicerina obtenida en la transesterificación de aceite crudo de palma	31

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.1</b>	Reacción de transesterificación de triglicéridos	3
<b>Figura 1.2</b>	Reacción de hidrólisis de ésteres	4
<b>Figura 1.3</b>	Principales usos de metil ésteres	8
<b>Figura 2.1</b>	Etapas del desarrollo experimental	10
<b>Figura 2.2</b>	Agitación magnética	11
<b>Figura 2.3</b>	Atomizador	11
<b>Figura 2.4</b>	Método de lavado con agua destilada caliente	12
<b>Figura 2.5</b>	Lavado con agua destilada caliente	12
<b>Figura 2.6</b>	Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado agua destilada	13
<b>Figura 2.7</b>	Método de lavado con n-Hexano y agua destilada	14
<b>Figura 2.8</b>	Lavado con agua destilada y solvente (agitación magnética)	15
<b>Figura 2.9</b>	Rotoevaporador	15
<b>Figura 2.10</b>	Montaje para medición de viscosidad cinemática a 40 °C	16
<b>Figura 3.1</b>	Emulsión formada por agitación manual de la mezcla metil éster metanol-NaOH-agua destilada	20
<b>Figura 3.2</b>	Emulsión formada por lavado mediante técnica de aspersion (fase intermedia)	20
<b>Figura 3.3</b>	Razón másica metil éster purificado / metil éster crudo en función del método de purificación (influencia del exceso de metanol)	22
<b>Figura 3.4</b>	Razón másica metil éster purificado / metil éster crudo en función del método de purificación (influencia del porcentaje de catalizador)	23
<b>Figura 3.5</b>	Emulsión formada en lavado con agua destilada caliente por alto porcentaje de catalizador en la reacción de transesterificación	23
<b>Figura 3.6</b>	Razón másica metil éster purificado / metil éster crudo en función del método de purificación (influencia de la temperatura de reacción)	23
<b>Figura 3.7</b>	Razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma	

en función del método de purificación	25
<b>Figura 3.8</b> Densidad muestras metil éster.	27
<b>Figura 3.9</b> Viscosidad muestras metil éster a 40 °C.	28

## INTRODUCCIÓN

La palma de aceite africana es un cultivo tropical perenne que al darle valor agregado a su fruto, provee derivados de múltiples aplicaciones denominados oleoquímicos básicos (ácidos grasos, ésteres grasos, glicerol, alcoholes grasos y compuestos de nitrógeno), los cuales son materia prima para la elaboración de gran cantidad de oleoquímicos intermedios, que hacen parte de la formulación de productos como cosméticos, productos de aseo (personal, para el hogar e industrial), combustibles, pinturas entre otros [1].

Las características fisicoquímicas de los productos oleoquímicos, dependen de las materias primas empleadas en los procesos de transformación y del grado de purificación de los oleoquímicos básicos, luego de los procesos de hidrólisis y transesterificación [1].

Los metil ésteres producto de la reacción de transesterificación de aceite crudo de palma son generalmente usados como combustible, aunque también pueden ser utilizados como materia prima de otras industrias de productos de mayor valor agregado como la industria de jabones y detergentes [2]. Para tal uso es necesario el acondicionamiento de esta materia prima, el primer paso es la obtención de los ésteres en una mezcla que debe ser purificada.

Existen varios estudios del proceso de transesterificación del aceite crudo de palma, sin embargo, estudios de los procesos de purificación de los metil ésteres obtenidos no son tan abundantes y algunos de ellos carecen de fundamentación técnica. Es por esta razón que el Centro de Transferencia Tecnológica INTERFASE adscrito a la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander, propuso y promovió el desarrollo de este trabajo de grado.

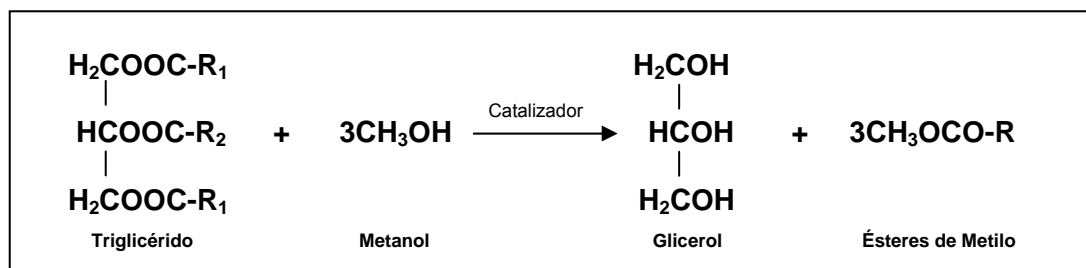
Con el presente trabajo se pretende analizar los diferentes métodos de purificación para metil ésteres de aceite crudo de palma; para ello se recurrió a una etapa de experimentación con cada uno de los métodos seleccionados, evaluando la influencia de las condiciones de reacción en la purificación. Por otra parte se realizó la caracterización de cada una de las muestras purificadas con el fin de verificar si estas se encontraban dentro de los parámetros comerciales establecidos.

# 1. FUNDAMENTO TEÓRICO

## 1.1 DEFINICIÓN

Los metil ésteres son los ésteres que más comúnmente se obtienen de las grasas y aceites de vegetales y animales; estos son el producto de la reacción entre ácidos grasos libres o triglicéridos con un alcohol de bajo peso molecular como lo es el metanol, a este proceso se le conoce como transesterificación, aunque también pueden ser obtenidos por esterificación de ácidos grasos con alcohol [3].

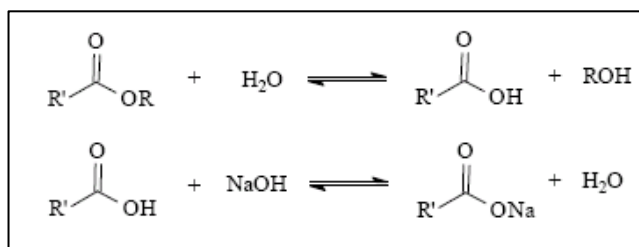
El proceso predominante para la producción de metil ésteres es la transesterificación de triglicéridos con metanol; la reacción se lleva a cabo rápidamente a una temperatura alrededor de 50-70 °C, a presión atmosférica con exceso de metanol en presencia de un catalizador ácido, básico o enzimático.



**Figura 1.1** Reacción de transesterificación de triglicéridos

Aunque se use una mezcla alcohol / aceite libre de agua, algo de agua es producida en el sistema por la reacción del hidróxido con el alcohol. La presencia de agua da origen a la hidrólisis del éster producido y la consiguiente formación de jabón (figura 1.2). Esta reacción de saponificación reduce la producción de ésteres y dificulta considerablemente la recuperación de glicerol debido a la formación de emulsiones [4]; este aspecto es importante al momento de realizar el lavado del metil éster, debido a que se requiere un proceso adicional para la separación de dicha emulsión.

La composición típica de los metil ésteres de aceite crudo de palma es la mostrada en la tabla 1.



**Figura 1.2** Reacción de hidrólisis de ésteres.

Metil Éster	% Composición
C12:0 Metil Laurato	0.26
C12:0 Metil Miristato	1.09
C16:0 Metil Palmitato	44.81
C16:1 Metil Palmitoleato	0.20
C18:0 Metil Estearato	4.09
C18:1 Metil Oleato	39.99
C18:2 Metil Linoleico	8.94
C18:3 Metil Linolenico	0.27
C20:0 Metil Araquidato	0.35

**Tabla 1** Composición característica de metil ésteres de aceite crudo de palma [5].

## 1.2 PURIFICACIÓN DE METIL ÉSTERES

Aún con los altos grados de conversión de la reacción, los productos contienen reactivos sin reaccionar y algunos productos de reacciones colaterales como triglicéridos, glicerol, metanol, mono y di glicéridos; por tal razón es necesaria la purificación de los metil ésteres.

Como productos principales de la transesterificación de aceite crudo de palma se obtienen metil ésteres y glicerina, los cuales poseen densidades diferentes, permitiendo que la glicerina (fase más densa) pueda ser separada de los ésteres por medio de decantación. Los ésteres deben ser purificados para eliminar

vestigios de catalizador y glicerina libre o asociada, además deben sufrir una etapa de secado antes de ser almacenados. La glicerina producida arrastra la mayor parte del metanol y el catalizador utilizado.

Existen varios métodos de purificación para metil ésteres obtenidos a partir de transesterificación, de los cuales los más utilizados son [6]:

✚ **Método de lavado con agua destilada caliente:** este método consiste en lavar con agua destilada caliente el metil éster obtenido en la reacción de transesterificación, luego de ser separado por decantación de la glicerina. El metil éster se lava en cinco etapas con agua destilada en un intervalo de temperaturas entre 50 – 80 °C, y posteriormente es sometido a secado.

✚ **Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada:** este método es aplicado para dos casos diferentes, usando catalizador en forma sólida y una solución de catalizador en metanol; en el último caso los metil ésteres después de ser separados por decantación de la fase glicerina, son neutralizados con una solución acuosa de ácido sulfúrico. Las sales formadas producto de esta neutralización son retiradas en una centrifuga y el metanol remanente es evaporado, luego los metil ésteres son lavados en tres etapas con agua destilada a temperatura ambiente para después ser secados.

✚ **Método de disolución en solvente orgánico y lavado con agua destilada:** mediante este método, el metil éster separado por decantación de la glicerina es sometido a evaporación del metanol remanente, para luego ser disuelto en un solvente orgánico como el éter de petróleo o n-Hexano, y así facilitar la separación en el proceso de lavado con agua destilada a temperatura ambiente.

Las etapas de lavado pueden realizarse usando diferentes técnicas, como el lavado con niebla, que consiste en rociar una nube de gotas minúsculas que caen sobre la superficie sin perturbar el líquido y lo atraviesan arrastrando al fondo las impurezas; el lavado con burbujas, en el cual las burbujas de aire suben atravesando primero el agua y luego el metil éster, cada burbuja queda cubierta por una fina película de agua y la eleva a través del éster, lavándolo durante su recorrido; o el lavado por medio de agitación, el cual consiste en adicionar agua y agitar para obtener una sola fase.

### **1.3 USOS Y DERIVADOS DE LOS METIL ÉSTERES**

Los metil ésteres de ácidos grasos son usados generalmente para la fabricación de tres grandes subgrupos de oleoquímicos: jabones, biocombustibles y metil ésteres sulfonados.

La fabricación de jabones es una de las aplicaciones más antiguas y conocidas dentro de la industria oleoquímica. Los metil ésteres son fácilmente procesados para la producción de jabón de alta calidad [7]. La producción de jabón vía metil éster presenta las siguientes ventajas: en cuanto a la materia prima comparada con los ácidos grasos y los triglicéridos, los metil éster son más reactivos con álcali, más estables al fenómeno de oxidación y menos corrosivos, según las características del producto son mejores espumantes, generan mayor estabilidad, mejor olor y mayor brillo [8].

La producción de biocombustibles se ha convertido en tema de investigación a nivel mundial debido a la necesidad de buscar fuentes alternas de energía y reducir el impacto ambiental de los combustibles fósiles. Los metil ésteres se han usado como sustitutos del diesel en diferentes medios de transporte arrojando buenos resultados; surgieron como una alternativa a los combustibles derivados

del petróleo siendo una fuente de energía renovable, es un combustible no tóxico y biodegradable, reduciendo las emisiones de azufre [8].

Los metil ésteres sulfonados sirven como materia prima para la fabricación de ésteres de metilo alfasulfonados, los cuales son surfactantes aniónicos usados en la elaboración de productos de limpieza, lavado y como lubricantes.

#### **1.4 GLICERINA**

La glicerina es el principal subproducto en la producción de metil ésteres. La glicerina pura, es un líquido incoloro, transparente, de consistencia de jarabe, de sabor dulce intenso (de cuya propiedad deriva su nombre) y más pesado que el agua. Las glicerinas comerciales, obtenidas por purificación y destilación de la glicerina bruta, poseen impurezas según sea su procedencia y el procedimiento de obtención empleado, y su color es amarillo, de intensidad variable, llegando a ser prácticamente incoloras.

La glicerina elaborada, debe ser refinada para obtener un producto con valor agregado, comercializable en los campos químico, farmacéutico y cosmético. Entre los empleos de la glicerina merecen citarse: solvente, plastificante, edulcorante, suavizante, producción de nitroglicerina (ya sea para explosivos o para uso farmacéutico como vasodilatador), cosméticos, jabonería, licores, lubricante, tintas, anticongelantes entre otros [8].

La glicerina es un ingrediente importante en el campo farmacéutico, siendo empleada en medicamentos para la tos, en anestesias, en soluciones de fenol-glicerina para tratamientos de oído y en medios de cultivo bacteriológico [4].

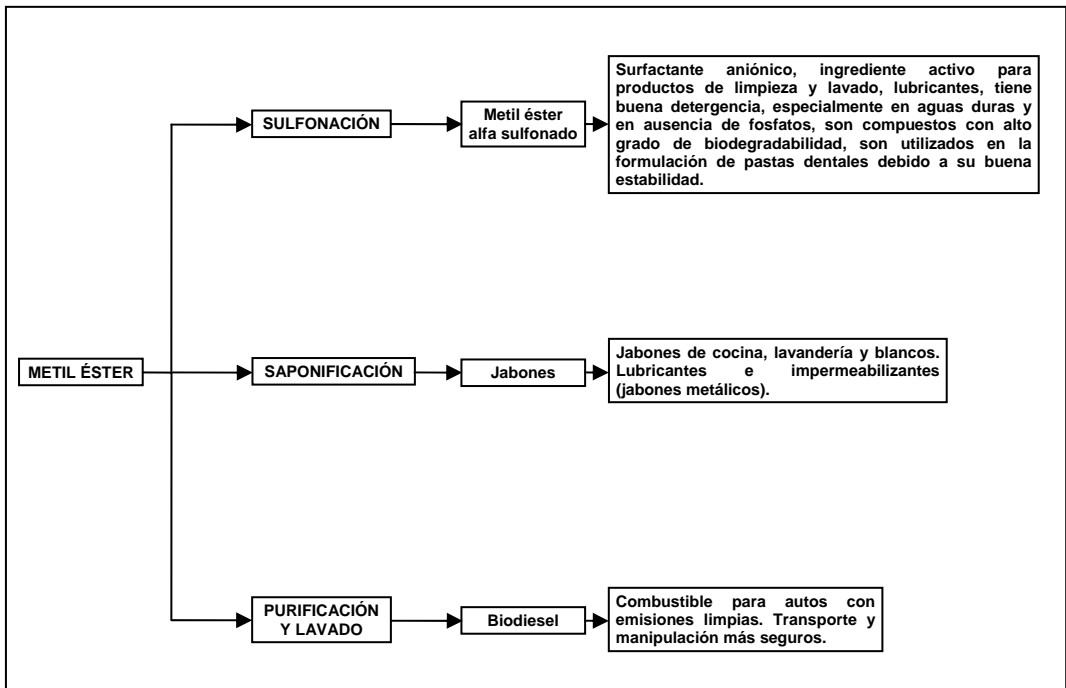


Figura 1.3 Principales usos de los metil ésteres [8].

## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Existen varios procesos para la separación de los productos de reacción de transesterificación de aceite de palma, en el presente trabajo se evaluaron tres métodos de separación y se caracterizaron los productos obtenidos con cada una de las separaciones.

Las muestras utilizadas fueron transesterificadas previamente con metanol y en presencia de NaOH como catalizador [9]. Las condiciones de reacción para las cuatro muestras utilizadas son las citadas en la tabla 2.1; el criterio para la selección de dichas muestras fue la razón másica de metil éster producido por masa de aceite crudo de palma usado.

	<b>Condiciones de reacción</b>		
<b>Muestra</b>	<b>T [°C]</b>	<b>RMA</b>	<b>%CAT</b>
1	40	12:1	1,0
2	60	6:1	0,6
3	60	12:1	0,6
4	40	12:1	0,6

**Tabla 2.1** Condiciones de reacción de muestras

Donde;

T [°C]: temperatura de reacción

RMA: relación molar metanol / aceite crudo de palma

%CAT: porcentaje de catalizador utilizado

### 2.1 REACTIVOS Y EQUIPOS

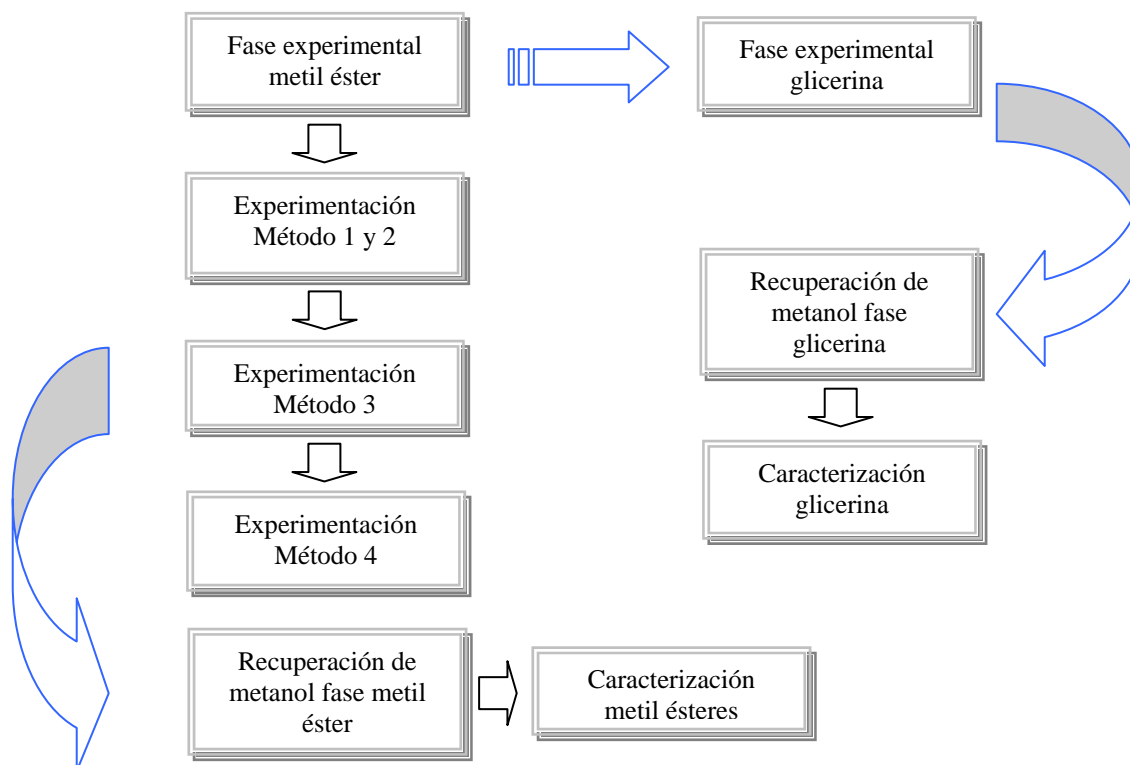
Para los ensayos de cada uno de los métodos de separación realizados en el laboratorio, los reactivos utilizados fueron:

- ✚ Sulfato de sodio anhidro
- ✚ n-Hexano
- ✚ Ácido acético
- ✚ Ácido sulfúrico
- ✚ Hidróxido de sodio
- ✚ Ácido clorhídrico
- ✚ Formiato de sodio
- ✚ Metaperyodato de sodio

Todos los reactivos utilizados fueron de tipo analítico y suministrados por un agente comercial. Los equipos empleados en algunas de las operaciones fueron:

- ✚ Rotoevaporador BUCHI V-800
- ✚ pHmetro  $\Omega$  Metrohm
- ✚ Bomba de vacío
- ✚ Centrifuga
- ✚ Reómetro Brookfield DV III<sup>+</sup>
- ✚ Espectrofotómetro infrarrojo FTIR SHIMADZU

## 2.2 METODOLOGIA



**Figura 2.1** Etapas del desarrollo experimental

## 2.3 FASE EXPERIMENTAL METIL ÉSTERES

Basados en la literatura y teniendo en cuenta su uso comercial, se escogieron tres métodos de separación de metil ésteres, con cada una de las muestras se implementaron los tres métodos. En esta fase se llevaron a cabo dieciséis experimentos, el primero y segundo método fueron realizados a dos temperaturas diferentes (50 y 80 °C) sumando un total de ocho experimentos; correspondiéndoles así cuatro experimentos para cada uno de los métodos restantes.

Igualmente se realizaron pruebas preliminares con el objetivo de escoger la técnica de lavado más adecuada, entre ellas la agitación manual, agitación por burbujeo, aspersión y agitación magnética, descritas a continuación:

✚ **Agitación manual:** se vertió la muestra de metil éster a un embudo de decantación, se agregó agua destilada en proporción 1:1 y se procedió a agitarlo manualmente con movimientos aleatorios.

✚ **Agitación magnética:** se vertió la muestra de metil éster a un vaso de precipitados, se agregó agua destilada en proporción 1:1 y se sometió a agitación por medio de un agitador magnético (figura 2.2).



**Figura 2.2** Agitación magnética



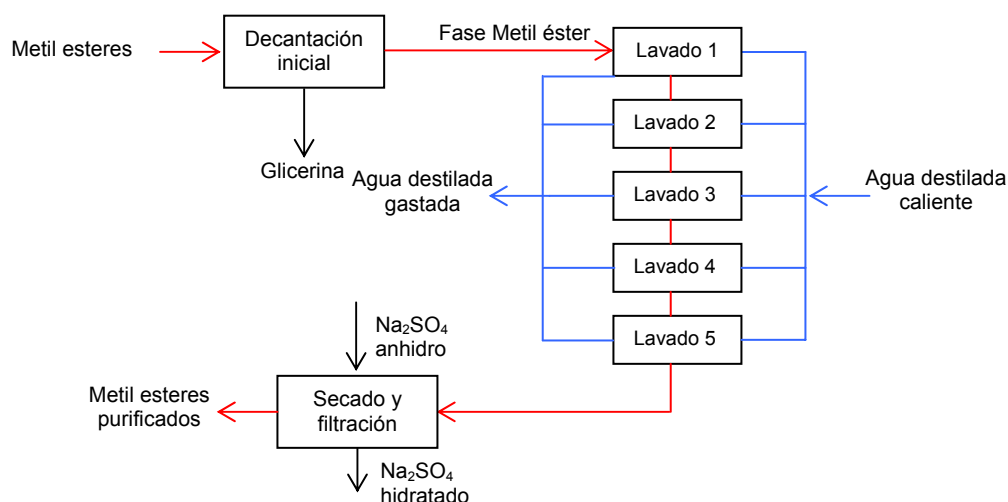
**Figura 2.3**  
Atomizador

✚ **Agitación por burbujeo:** se vertió la muestra de metil éster a un vaso de precipitados, se agregó agua destilada en proporción 1:1 y se introdujo un agitador por burbujeo con aire.

✚ **Aspersión:** se vertió la muestra de metil éster a un embudo de decantación y se agregó agua destilada en proporción 1:1 mediante un atomizador mostrado en la figura 2.3.

### 2.3.1 Experimentación método 1 Y 2 (lavado con agua destilada caliente a 50 °C y 80 °C)

Como se mencionó antes, este método se llevó a cabo teniendo en cuenta dos temperaturas, 50 °C y 80 °C. La figura 2.4 muestra el esquema del método de separación para las dos temperaturas citadas.



**Figura 2.4** Método de lavado con agua destilada caliente

Después que la reacción estuvo completa la mezcla fue enfriada a temperatura ambiente y fue transferida a un embudo de decantación por tres horas, tras las cuales fue separada la fase metil éster de la glicerina producida.

El procedimiento de purificación fue el siguiente:



**Figura 2.5**  
Lavado con  
agua  
destilada  
caliente

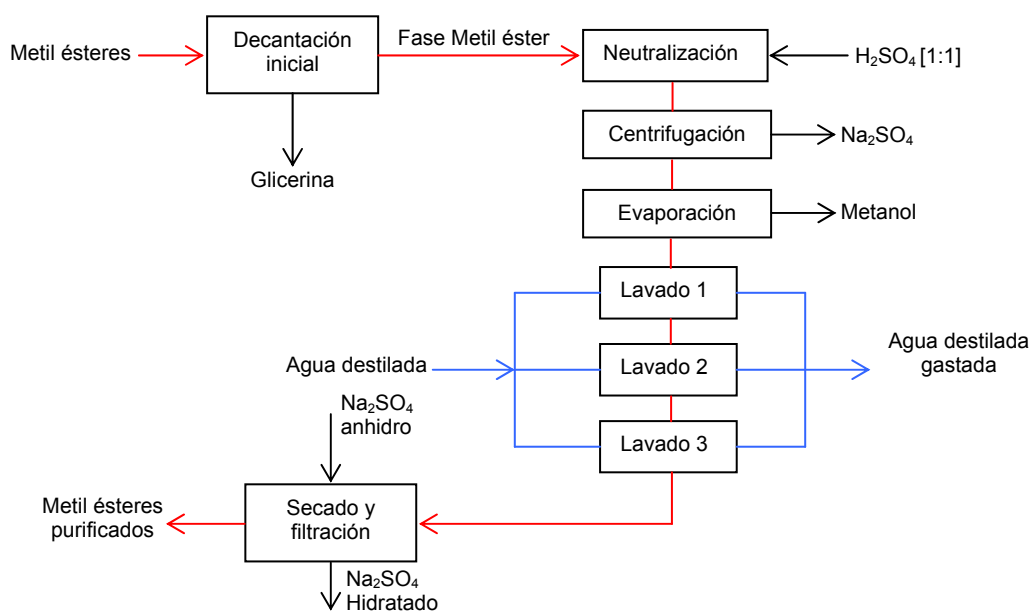
1. Se tomaron aproximadamente 100 mL de metil éster, se pesaron y se transfirieron a un embudo de decantación.
2. El metil éster se lavó con agua destilada caliente a 50 °C y 80 °C en una proporción 1:1, en cinco etapas. Los cuatro primeros lavados se hicieron por aspersion (figura 2.5) y el quinto con agitación magnética, midiendo el pH del agua de lavado gastada y el volumen recogido.
3. El metil éster lavado fue pesado y secado con sulfato de sodio

anhidro, agregando el 25% del peso de metil éster.

- Al cabo de 12 horas, la mezcla metil éster-sulfato de sodio fue filtrada a vacío. El proceso termina con el pesado del metil éster seco.

### 2.3.2 Experimentación Método 3 (Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada)

El objetivo de neutralizar la mezcla de metil ésteres era extraer el catalizador como una sal, que resulta de la neutralización con  $H_2SO_4$ .



**Figura 2.6** Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada.

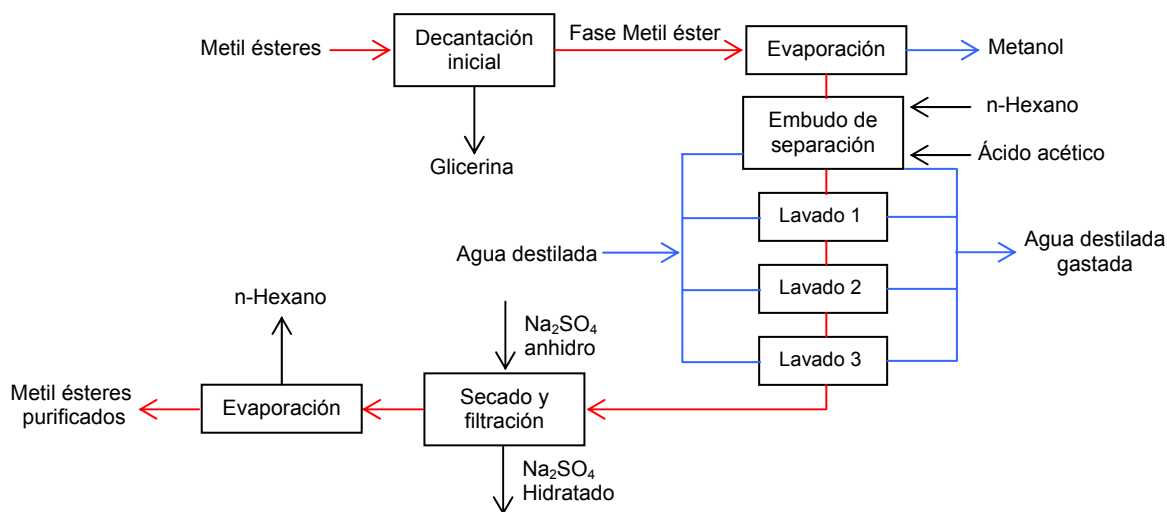
El procedimiento de purificación fue el siguiente:

- Se tomaron aproximadamente 100 mL de metil éster, se pesaron y se midió su pH.
- Se neutralizó con una solución de ácido sulfúrico 1:1 y se removió la sal formada por medio de una centrifuga.
- El metanol remanente en la fase éster fue removido en el rotoevaporador al vacío.

4. El proceso de lavado con agua destilada a temperatura ambiente se repitió tres veces utilizando una proporción agua-metil éster de 2:1. Los dos primeros lavados se hicieron por aspersion y el último con agitación magnética, midiendo el pH del agua de lavado gastada con el pHmetro y el volumen recogido.
5. El metil éster lavado fue pesado y secado con sulfato de sodio anhidro, agregando el 25% del peso de metil éster.
6. Al cabo de 12 horas la mezcla de metil éster-sulfato de sodio fue filtrada a vacío y posteriormente pesada.

### 2.3.3 Experimentación Método 4 (Disolución en solvente orgánico y lavado con agua destilada)

Este método consiste en disolver el metil éster en n-Hexano y lavar con agua destilada. Después que la reacción estuvo completa la mezcla fue enfriada a temperatura ambiente y transferida a un embudo de decantación por tres horas, tras las cuales fue separada la fase metil éster de la glicerina producida.



**Figura 2.7** Método de lavado con n-Hexano y agua destilada

El procedimiento de purificación fue el siguiente:



**Figura 2.8** Lavado con agua destilada y solvente (agitación magnética)

Se tomaron aproximadamente 100 mL de metil éster, se pesaron y se le removió el metanol remanente en el rotoevaporador al vacío.

1. El metil éster se disolvió en n-Hexano en una cantidad equivalente al volumen de éster y se neutralizó con ácido acético.
2. El proceso de lavado con agua destilada a temperatura ambiente se repitió tres veces utilizando una proporción agua-metil éster de 2:1. Los dos primeros lavados se hicieron por aspersion y el último con agitación magnética, midiendo el pH del agua de lavado gastada con el pHmetro y el volumen recogido.
3. El metil éster lavado fue pesado y secado con sulfato de sodio anhidro, agregando el 25% del peso de metil éster.
4. Al cabo de 12 horas la mezcla de metil éster-sulfato de sodio fue filtrada a vacío y el n-Hexano fue removido de la fase éster en el rotoevaporador al vacío.

## 2.4 RECUPERACIÓN DE METANOL



**Figura 2.9**  
Rotoevaporador

El metanol en exceso fue recuperado de la fase metil éster y de la glicerina obtenida. Para tal fin se utilizó un rotoevaporador al vacío, cuyas condiciones de operación fueron: 40 °C y 250 mbar de vacío.

El contenido de metanol en la glicerina y metil éster fue calculado mediante la ecuación:

$$\% \text{ metanol} = \frac{\text{pérdida peso muestra}}{\text{peso muestra}}$$

## 2.5 CARACTERIZACIÓN DE METIL ÉSTERES PURIFICADOS

Los metil ésteres purificados fueron sometidos a las siguientes pruebas para su caracterización:

- ✚ Densidad (Método del picnómetro)
- ✚ Viscosidad cinemática a 40° C
- ✚ Índice de Refracción
- ✚ Espectrometría Infrarroja
- ✚ Acidez por el método de titulación

Las pruebas efectuadas al metil éster se encuentran descritas a continuación:

### ✚ Densidad

Se midió la densidad por medio del método del picnómetro para cada una de las muestras crudas y purificadas.

### ✚ Viscosidad cinemática a 40° C.



**Figura 2.10** Montaje para medición de viscosidad cinemática a 40 °C

Para la determinación de la viscosidad se utilizó el Reómetro; la muestra introducida en el viscosímetro fue previamente calentada a 40 °C en un baño termostataado (figura 2.10).

#### Procedimiento

1. Se ajustó y se mantuvo la temperatura del baño a 40 °C.
2. El viscosímetro fue lavado varias veces con éter de

- petróleo, seguido de lavado con acetona.
3. Posteriormente el viscosímetro se secó, haciendo pasar una corriente de aire durante dos minutos.
  4. Se llenó el viscosímetro como indica la hoja de calibración del mismo (llenar el viscosímetro hasta la marca después de estabilizar la temperatura).
  5. Cuando el viscosímetro alcanzó la temperatura del baño, se inició el proceso de medición de la viscosidad.
  6. Se tomó el registro de la medida.
  7. Se repitió para la siguiente muestra desde el numeral 2.

#### **Índice de refracción.**

El índice de refracción ( $n$ ) mide la mayor o menor refracción sufrida por la luz. Esta propiedad puede ser utilizada para determinar el grado de pureza de las sustancias, siendo un método simple y rápido. Las mediciones fueron efectuadas utilizando un refractómetro de tipo Abbé.

#### **Espectrometría infrarroja**

El espectro vibracional de una molécula es una propiedad física y es característico de la molécula. Como tal, el espectro infrarrojo puede ser usado como una huella digital para identificación por comparación del espectro de una muestra “desconocida” con espectros de referencia anteriormente registrados. Las muestras de metil ésteres purificadas fueron evaluadas en el espectrofotómetro infrarrojo.

#### **Acidez por el método de titulación**

La acidez es el porcentaje de ácidos grasos libres presente en una muestra. El proceso se resume en una neutralización, por intermedio de una solución alcalina, de los ácidos grasos libres existentes en una muestra de ensayo disuelta en un

solvente neutralizado. Se expresa en ácido palmítico para aceite de palma y en ácido oleico en todas las grasas y otros aceites.

El procedimiento para medir el porcentaje de acidez en los metil ésteres, fue el mismo utilizado para medir la acidez de los aceites crudos de palma.

Reactivos:

- ✚ Alcohól etílico del 96% de pureza
- ✚ Solución alcohólica de fenolftaleína
- ✚ Solución alcohólica de azul de metileno
- ✚ Solución acuosa 0.1 N de NaOH.
- ✚ Solución acuosa 0.05N de NaOH

Procedimiento

1. Se homogenizó el metil éster.
2. Se pesó una cantidad de metil éster (5 a 9 g) en un erlenmeyer.
3. Se calentaron 50 cm<sup>3</sup> de alcohól etílico hasta ebullición.
4. Se neutralizó el alcohól con solución de NaOH 0.05N en presencia de fenolftaleína.
5. Se disolvió la muestra de metil éster en el alcohól.
6. Se agitó y se adicionó algunas gotas de solución de azul de metileno.
7. Se tituló con solución de NaOH 0.1N hasta el aparecimiento de color rojo intenso.

Cálculos

Acidez ácido palmítico  $A = \frac{2,56v}{m}$

Donde, v es el volumen en mL de NaOH 0.1N gastados en la titulación y m el peso en gramos de la muestra.

## 2.6 CARACTERIZACIÓN DE GLICERINA PRODUCIDA

A la glicerina producida se le realizaron las siguientes pruebas para su caracterización:

### **Contenido de jabón [10]**

Se tomó 1g de glicerina, se disolvió en 50 ml de agua destilada y se le agregó unas gotas de azul de bromofenol. La solución se tituló con HCl 0.1N hasta que permaneciera el color amarillo.

El contenido de jabón fue calculado por:

$$\text{Contenido de jabón} = \left( \frac{\text{normalidad de HCl} \times \text{volumen de HCl} \times 15}{\text{El peso de muestra}} \right)$$

### **Contenido de cenizas**

Para la determinación del contenido de cenizas se utilizó el método establecido por la norma técnica colombiana NTC 700.

### **Contenido de glicerol**

Para la determinación del contenido de glicerol se utilizó el método establecido por la norma técnica colombiana NTC 853.

### **Análisis infrarrojo**

El espectro infrarrojo de la glicerina fue analizado en una película delgada sobre una pastilla de bromuro de potasio usando el espectrofotómetro.

### 3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados de las pruebas realizadas en cada una de las etapas experimentales, teniendo en cuenta tres aspectos: influencia de las condiciones de reacción en la purificación (siendo medida esta influencia por medio de la razón másica metil éster purificado / metil éster crudo), influencia del método de purificación (siendo medida esta influencia por medio de la razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma), y diferencias en las propiedades fisicoquímicas del metil éster lavado según el método de purificación.

#### 3.1 TÉCNICAS DE LAVADO

Con el fin de escoger la mejor técnica de lavado se probaron las siguientes y se obtuvieron las observaciones presentadas en la tabla 3.1.

Técnica	Observaciones
Agitación manual	La mezcla se emulsionó al empezar la agitación (figura 3.1)
Agitación magnética	Se observó que al haber presencia de alcohol en la mezcla durante el primer lavado se formaba emulsión
Agitación por burbujeo	No se formó emulsión durante el lavado
Aspersión	Se observó una mínima formación de emulsión (figura 3.2)

**Tabla 3.1** Resultados técnicas de lavado



**Figura 3.1** Emulsión formada por agitación manual de la mezcla metil éster-metanol-NaOH-aqua destilada

**Figura 3.2** Emulsión formada por lavado mediante técnica de aspersion (fase intermedia)



De las cuatro técnicas de lavado probadas, se implementaron la técnica de aspersión para las primeras etapas de lavado y la de agitación magnética para la última etapa. La unión de estas dos técnicas permite, por medio de aspersión retirar gran parte del catalizador y alcohol presente sin perturbar la mezcla, disminuyendo así la posibilidad de formación de emulsión durante la agitación magnética, en la cual las dos fases se encuentran en un contacto más íntimo. Las técnicas restantes fueron descartadas debido a la formación de emulsión en la agitación manual y al posible aumento de oxidación del metil éster por el suministro de aire en la técnica de agitación por burbujeo.

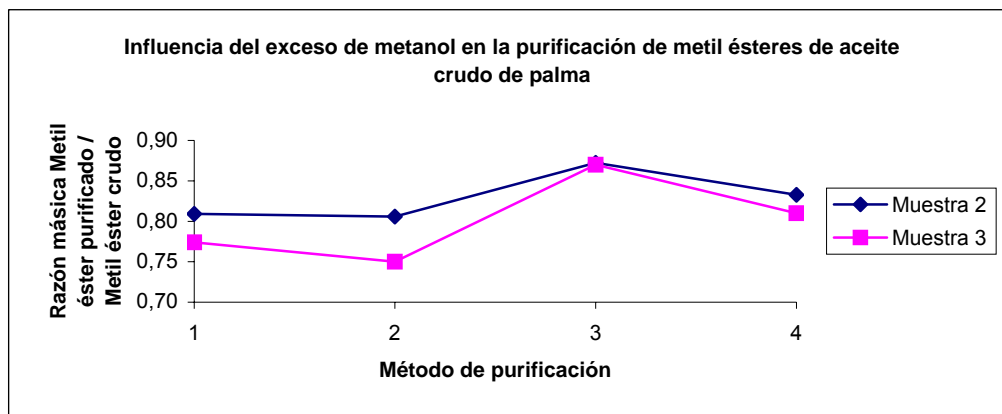
### 3.2 INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE REACCIÓN EN LA PURIFICACIÓN DE METIL ÉSTERES

Los resultados de los métodos utilizados para la purificación de metil ésteres se presentan en la tabla 3.2.

PROCESO	RAZÓN MÁSCICA METIL ÉSTER PURIFICADO / METIL ÉSTER CRUDO			
	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4
LAVADO CON AGUA DESTILADA A 50 °C	0,70	0,81	0,77	0,88
LAVADO CON AGUA DESTILADA A 80 °C	0,76	0,81	0,75	0,85
NEUTRALIZACIÓN CON ÁCIDO SULFÚRICO Y LAVADO CON AGUA DESTILADA	0,87	0,87	0,87	0,88
DISOLUCIÓN EN n-HEXANO Y LAVADO CON AGUA DESTILADA	0,83	0,83	0,81	0,83

**Tabla 3.2** Resultados métodos de purificación de metil ésteres, razón másica metil éster purificado / metil éster crudo.

### 3.2.1 Influencia del exceso de metanol en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma



**Figura 3.3** Razón másica metil éster purificado / metil éster crudo en función del método de purificación (influencia del exceso de metanol).

Como se puede observar en la figura 3.3, para las muestras 2 y 3, las razones másicas varían en todos los métodos empleados, evidenciándose la influencia de exceso de metanol en la disminución de la razón másica para la muestra 3. A pesar que el uso de exceso de metanol favorece la reacción de transesterificación [9], parte de este metanol queda atrapado en la fase metil éster, por tal razón al realizar la purificación se presenta una disminución en la razón másica (metil éster purificado / metil éster crudo) de la muestra 3 en comparación con la muestra 2, donde el exceso de metanol es menor.

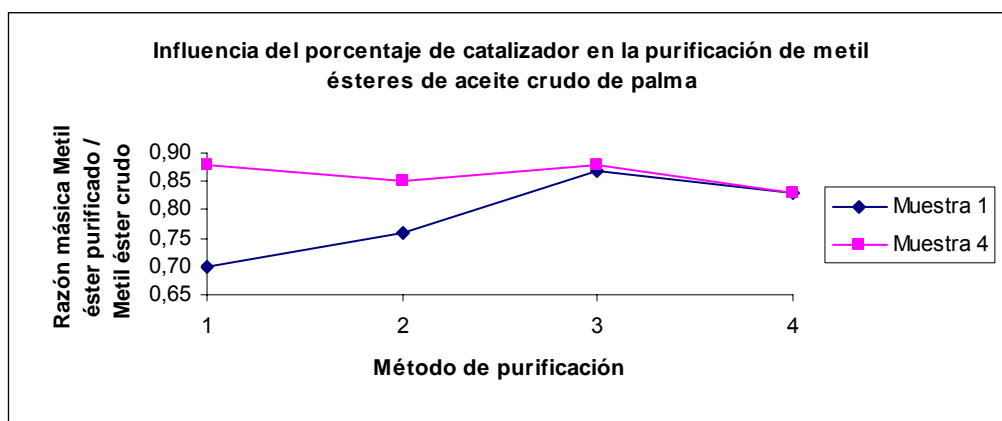
### 3.2.2 Influencia del porcentaje de catalizador en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma

El porcentaje de catalizador utilizado no afecta la purificación cuando se neutraliza la mezcla de metil ésteres antes de su lavado, debido a que al ser retirado en forma de sal, disminuye la ocurrencia de la reacción de hidrólisis de ésteres y posterior saponificación de los ácidos grasos formados (figura 3.4). Por otra parte en los métodos de purificación con agua destilada caliente se evidenció la

formación de emulsión al estar el catalizador presente durante el lavado (figura 3.5), esto disminuyó la razón másica (metil éster purificado / metil éster crudo) por pérdida de éster en la hidrólisis.

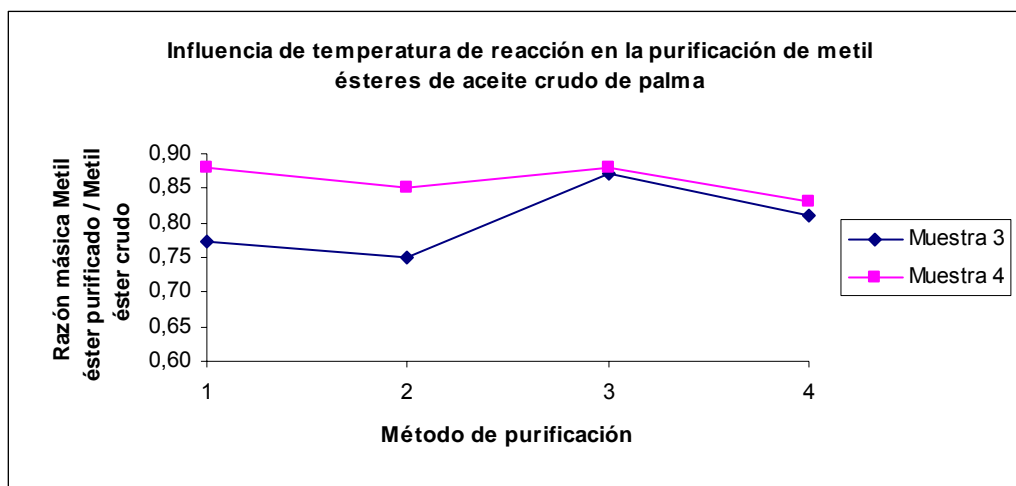


**Figura 3.5** Emulsión formada en lavado con agua destilada caliente por alto porcentaje de catalizador en la reacción de transesterificación



**Figura 3.4** Razón másica metil éster purificado / metil éster crudo en función del método de purificación (influencia del porcentaje de catalizador).

### 3.2.3 Influencia de la temperatura de reacción en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma



**Figura 3.6** Razón másica metil éster purificado / metil éster crudo en función del método de purificación (influencia de la temperatura de reacción).

Al disminuir la temperatura de reacción sin variar el porcentaje de catalizador y la razón metanol / aceite crudo de palma, se favoreció la producción de metil éster [9]. En la figura 3.6 se puede observar que al purificar los metil ésteres, las razones más altas se obtuvieron con la muestra de menor temperatura de reacción. Sin embargo la temperatura de reacción no es un factor de importancia en la purificación de metil ésteres de aceite crudo de palma.

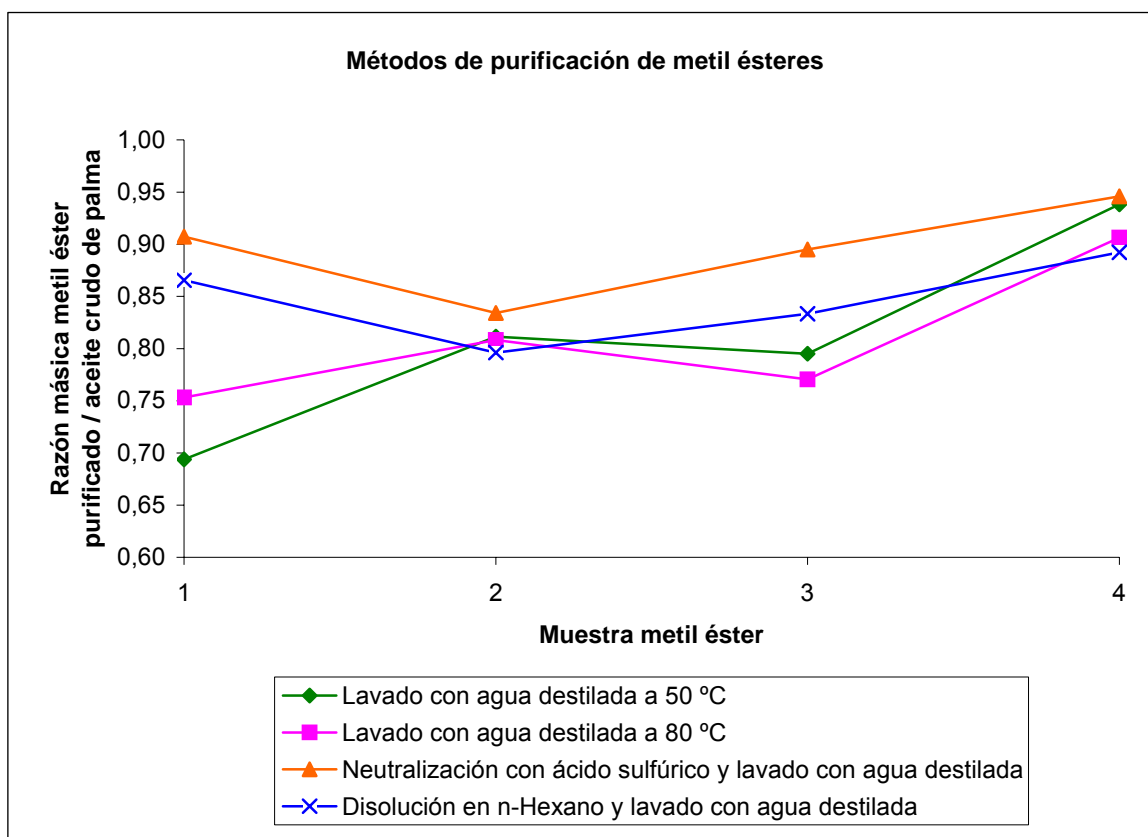
### 3.3 MÉTODOS DE PURIFICACIÓN DE METIL ÉSTERES

PROCESO	RAZÓN MÁSCICA METIL ÉSTER PURIFICADO / ACEITE CRUDO DE PALMA			
	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3	MUESTRA 4
LAVADO CON AGUA DESTILADA A 50 °C	0,69	0,81	0,80	0,94
LAVADO CON AGUA DESTILADA A 80 °C	0,75	0,81	0,77	0,91
NEUTRALIZACIÓN CON ÁCIDO SULFÚRICO Y LAVADO CON AGUA DESTILADA	0,91	0,83	0,90	0,95
DISOLUCIÓN EN n-HEXANO Y LAVADO CON AGUA DESTILADA	0,87	0,80	0,83	0,89

**Tabla 3.3** Resultados métodos de purificación de metil ésteres, razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma.

De la tabla 3.3 se deduce que para la muestra 4 (condiciones de reacción: Temperatura 60 °C, razón molar metanol / aceite crudo de palma 12:1, porcentaje de catalizador 0.6%) se obtuvieron las mayores razones másicas metil éster purificado / aceite crudo de palma. Para las muestras 2 y 4 es poca la variación según el método de purificación utilizado, sin embargo la mayor razón másica se obtiene al emplearse el método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada.

En las muestras restantes (1 y 3), se observa la influencia del método de purificación en la razón másica de metil éster obtenido, siendo esta mayor cuando se emplea el método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada.



**Figura 3.7** Razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma en función del método de purificación.

### 3.3.1 Métodos de lavado con agua destilada caliente

Estos métodos son recomendables para condiciones de reacción como las de las muestras 2 y 4, debido a que sus razones másicas no difieren considerablemente de las del método que obtuvo las mayores (método de neutralización con ácido sulfúrico) (figura 3.7), prescindiendo de la utilización de ácido sulfúrico. La desventaja de estos métodos es el tiempo de decantación entre cada una de las

etapas de lavado, siendo aproximadamente de cuatro horas y también la formación de emulsión debido a la hidrólisis de ésteres.

### **3.3.2 Método de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada**

Este método puede ser aplicado para todas las condiciones de reacción de las muestras evaluadas, ya que es el que mostró las mayores razones másicas (metil éster purificado / aceite crudo de palma), además el catalizador puede ser extraído en forma de sal ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) dando origen a un subproducto utilizado en la alimentación de animales. Los tiempos de decantación empleados entre cada etapa de lavado son cortos (aproximadamente 30 minutos), lo cual agiliza el proceso de producción de metil ésteres. La principal desventaja que presenta este método es la utilización de ácido sulfúrico debido a las restricciones de comercialización que existen para este reactivo.

### **3.3.3 Método de disolución en n-Hexano y lavado con agua destilada**

En general este método obtuvo buenos resultados para cada una de las muestras evaluadas, sin embargo presenta una gran desventaja debido a que además del ácido utilizado para la neutralización es necesario el empleo de solvente.

## **3.4 RECUPERACIÓN DE METANOL**

<b>MUESTRA METIL ÉSTER</b>	<b>% MASA METANOL</b>	<b>MUESTRA GLICERINA</b>	<b>% MASA METANOL</b>
1	3,31	1	17,60
2	0	2	4,01
3	6,81	3	17,00
4	8,60	4	37,60

**Tabla 3.4** Resultados de recuperación de metanol en muestras metil ésteres y glicerina

En la tabla 3.4 se muestran los resultados obtenidos en la recuperación de metanol en las muestras de metil ésteres y sus respectivas fases de glicerina. Se observó que para aquellas muestras en que la razón molar metanol / aceite crudo de palma es 12:1, la mayor parte del metanol queda embebido en la glicerina. Para las muestras en que la razón molar metanol / aceite crudo de palma es 6:1 la presencia de metanol en la fase metil éster es despreciable, las fases glicerinas de dichas muestras solidificaron en la separación inicial debido a la baja presencia de alcohol, hecho que se corroboró al retirar el metanol remanente de las fases glicerina con razón molar 12:1.

### 3.5 CARACTERIZACIÓN DE METIL ÉSTERES PURIFICADOS

#### 3.5.1 Densidad

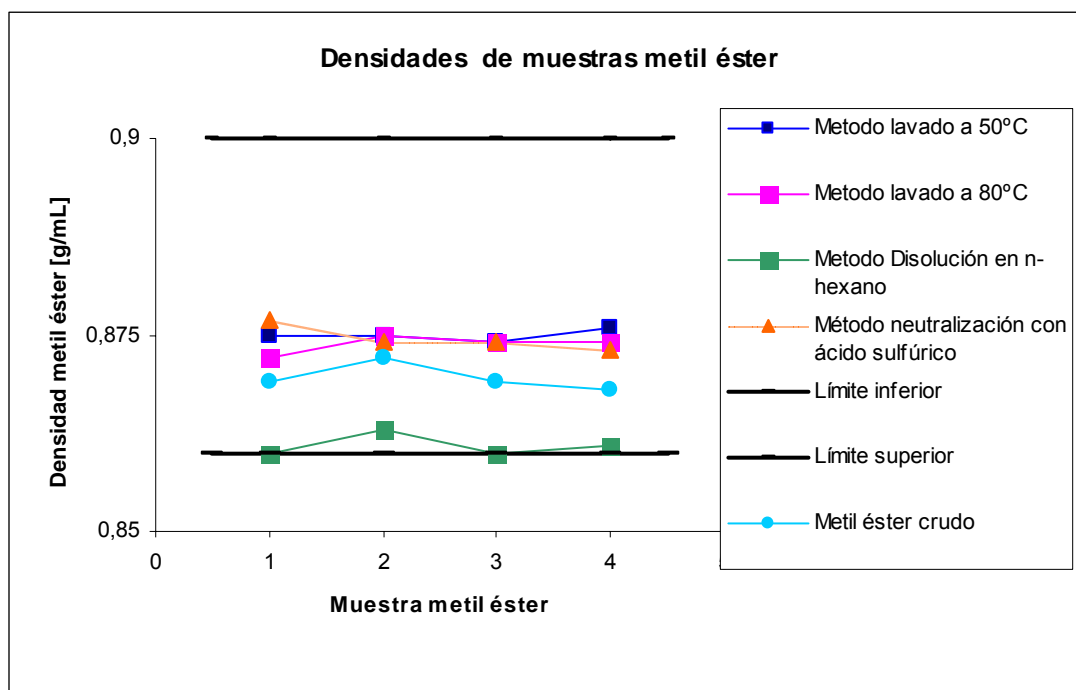
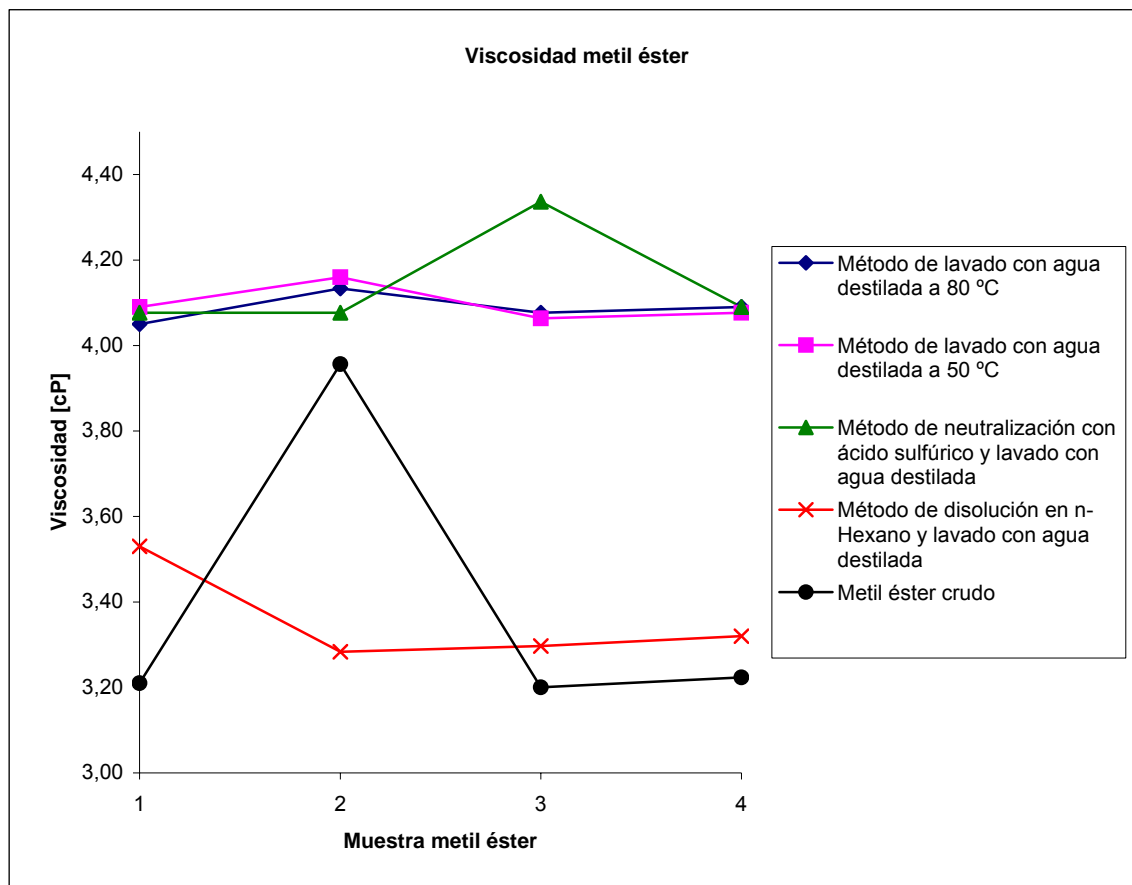


Figura 3.8 Densidad muestras metil éster.

La anterior gráfica muestra como la densidad de los metil ésteres purificados se encuentra entre los límites indicados por las empresas productoras del metil éster [11].

### 3.5.2 Viscosidad cinemática a 40 °C



**Figura 3.9** Viscosidad muestras metil éster a 40 °C.

Como se aprecia en la figura 3.9, las viscosidades para las muestras en que se emplearon los métodos de lavado con agua destilada caliente y neutralización con ácido sulfúrico aumentaron después de la purificación en comparación con las muestras en que se empleó el método de disolución en n-Hexano y lavado con agua destilada, esto ocurrió debido a que se retiró el alcohol remanente presente

en cada una de las fases, la baja en la viscosidad con el método de disolución en n-Hexano puede ser causada por presencia de solvente en la muestra. La viscosidad cumple con los límites establecidos para metil ésteres comerciales (2-7 cP) [11].

### 3.5.3 Índice de refracción

MÉTODO DE LAVADO	Índice de refracción				
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Metil éster crudo
Lavado con agua destilada a 50 °C	1,4455	1,4455	1,4455	1,4455	1,4445
Lavado con agua destilada a 80 °C	1,4455	1,4458	1,4455	1,4455	1,4455
Neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada	1,4465	1,4460	1,4455	1,4460	1,4450
Disolución en n-Hexano y lavado con agua destilada	1,4428	1,4430	1,4430	1,4430	1,4445

Tabla 3.5 Índice de refracción para metil ésteres purificados

De la tabla 3.5 se observa que los cambios en el índice de refracción al purificar los metil ésteres no son significativos.

### 3.5.4 Espectrometría Infrarroja.

El uso de espectrometría infrarroja se llevó a cabo con el fin de identificar posibles cambios en los metil ésteres purificados, los cuales no se presentaron. La búsqueda realizada en la base de datos de espectros infrarrojos (<http://webbook.nist.gov/chemistry/form-ser.html>), se enfocó en los espectros del Metil Palmitato y el Metil Oleato provenientes de los ácidos grasos más abundantes del aceite crudo de palma, los cuales se compararon con los

espectros obtenidos de las muestras, encontrándose similitud en ambos. Los espectros se encuentran en el Anexo A.

### 3.5.5 Acidez por el método de titulación

MÉTODO DE LAVADO	Acidez (%)				
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Metil éster crudo
Lavado con agua destilada a 50°C	0,19	0,19	0,19	0,19	0,07
Lavado con agua destilada a 80°C	0,21	0,21	0,21	0,21	0,09
Neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada	0,09	0,09	0,09	0,09	0,14
Disolución en n-Hexano y lavado con agua destilada	0,09	0,09	0,09	0,09	0,10

**Tabla 3.6** Acidez para metil ésteres purificados

En la tabla 3.6 se muestra como la neutralización en el método de purificación influyó en la acidez del metil éster disminuyéndola, sin embargo se verifica que el intervalo de acidez de los metil ésteres purificados cumple con las propiedades de los ésteres metílicos comercializados [11].

### 3.6 CARACTERIZACIÓN DE GLICERINA

En la tabla 3.7 se presentan los resultados de la caracterización de la glicerina obtenida en el proceso de transesterificación; teniendo en cuenta su apariencia física fue clasificada como glicerina tipo 2 (norma NTC 1274). Como se mencionó anteriormente las muestras de glicerina evaluadas fueron previamente sometidas a evaporación del metanol remanente.

<b>Muestra</b>	<b>Glicerol (%)</b>	<b>Jabón (%)</b>	<b>Cenizas (%)</b>	<b>pH</b>	<b>Apariencia</b>
1	51,2	13,2	27,7	9,0	Líquido viscoso amarillento
2	49,5	12,0	25,8	10,0	Sólido amarillento
3	52,8	13,0	25,7	9,0	Líquido viscoso amarillento
4	47,6	12,8	24,8	9,0	Líquido viscoso amarillento

**Tabla 3.7** Caracterización de glicerina obtenida en la transesterificación de aceite crudo de palma.

## CONCLUSIONES

- Las variables de reacción en la transesterificación de aceite crudo de palma (temperatura, porcentaje de catalizador y relación molar metanol / aceite crudo de palma) influyen en la purificación de los metil ésteres obtenidos, siendo más significativa el porcentaje de catalizador utilizado cuando se emplean los métodos de lavado con agua destilada caliente, los cuales favorecen la ocurrencia de la reacción de hidrólisis de ésteres y posterior saponificación de los ácidos grasos formados.
- Los valores de porcentajes de catalizador, relación molar metanol / aceite crudo de palma y temperatura de operación iguales a 0.6%, 12 mole / mole y 40 °C respectivamente, permiten obtener la razón másica metil éster purificado / aceite crudo de palma más alta, independiente del método de purificación que se utilice.
- El método de purificación de neutralización con ácido sulfúrico y lavado con agua destilada mostró las mayores razones másicas metil éster purificado / metil éster crudo, las cuales se hallaron entre 0.87 y 0.88.
- Las propiedades físicas (densidad, viscosidad e índice de refracción) disminuyeron después de la purificación con el método en el cual se disolvió en solvente orgánico y se lavó con agua destilada en comparación con los demás métodos donde se observó un incremento significativo en estas propiedades. Sin embargo las muestras se mantuvieron dentro de los límites comerciales establecidos.

## RECOMENDACIONES

- ✚ Con el fin de aumentar la concentración de glicerol en la glicerina producida en la reacción de transesterificación de aceite crudo de palma, es necesario estudiar los procesos de refinado de la misma.
- ✚ Estudiar los procesos de purificación del agua de lavado gastada que se emplea, con el fin de reducir el impacto ambiental.

## BIBLIOGRAFÍA

[1] CENIPALMA, centro de investigación en palma de aceite. Estudio prospectivo de la oleoquímica del aceite de palma en Colombia. Federación Nacional de Cultivadores de Palma de Aceite. Junio de 2002.

[2] JIMÉNEZ, Andrea C., y MUÑOZ, Dany J. “Utilización de catalizadores sólidos básicos para la producción de biodiesel a partir de aceite de palma”. Proyecto de grado requisito para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química, Bucaramanga 2005.

[3] GARCÉS, I., y CUELLAR M. 1999. “Productos derivados de la palma de aceite. Usos”. Memorias Primer Curso Internacional de palma de aceite. Santafé de Bogotá, D.C. Colombia. FEDEPALMA, Editorial Kimpres Ltda. 1999. Pág. 361.

[4] GUERREIRO, F., Pedro Miguel. Produção de Biodiesel a Partir de Óleos Usados de Fritura. Relatório de estágio submetido ao Departamento de Engenharia Química para obtenção do grau de Licenciatura em Engenharia Química do Instituto Superior Técnico. Lisboa, Outubro de 2003.

Internet: [www.netresiduos.com/cir/relatorios/RelaEstaBiodiesel.pdf](http://www.netresiduos.com/cir/relatorios/RelaEstaBiodiesel.pdf)

[5] INDUPALMA. <http://www.indupalma.com/productos.htm>

[6] F. Karaosmanog, K. Bariş, M. Tüter, and S. Ertekin. “Investigation of the Refining Step of Biodiesel Production”. Energy & Fuels 10 (1996) 890-895.

[7] MORETTI G. F. and ADAMI I. 1999. Fatty Acid Methylsteres in the Detergent Industry. PORIM Internacional Palm Oil Congress, Pág. 216-225.

**[8]** INTERFASE, grupo de transferencia tecnológica. Cadena productiva de la palma de aceite, zona central. Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química. Bucaramanga. Junio de 2002.

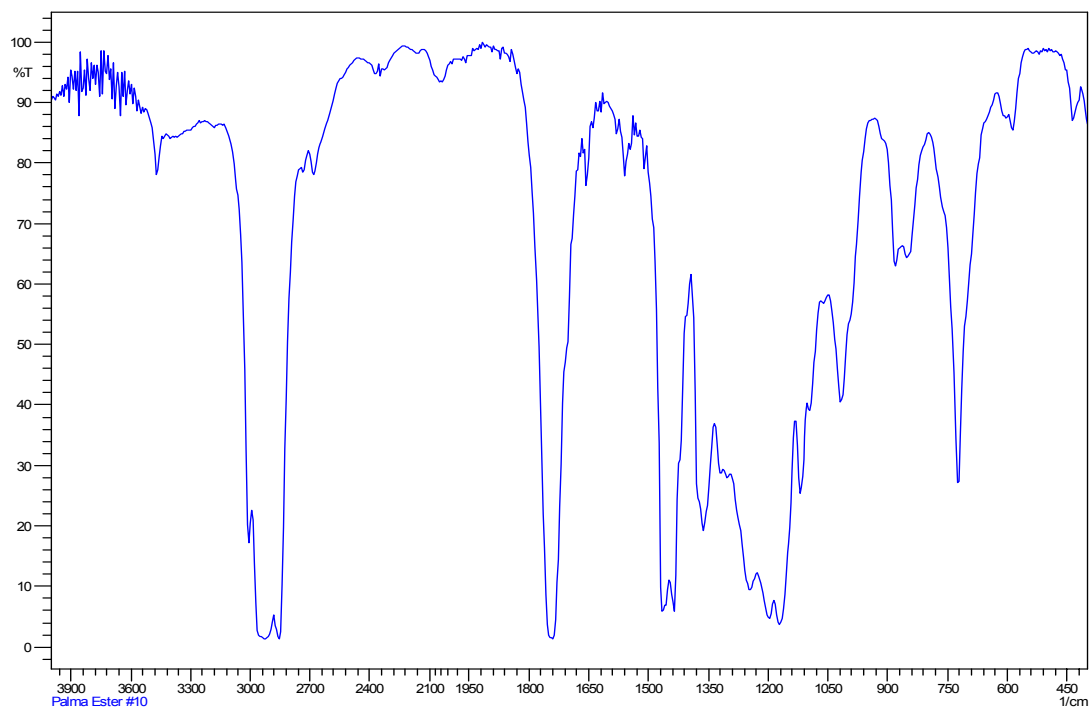
**[9]** CASTRO, Luis F., y DURÁN, Óscar J. “Evaluación y caracterización a escala banco de los procesos de transesterificación para la obtención de metil éster a partir de aceite de palma”. Proyecto de grado requisito para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química, Bucaramanga 2006.

**[10]** YONG, K C; OOI, T L; DZULKEFLY, K; WAN YUNUS, W M Z and HAZIMAH, A H. “Refining of crude glycerine recovered from glycerol residue by simple vacuum distillation”. Journal of Oil Palm Research. 13 (2001) 39-44.

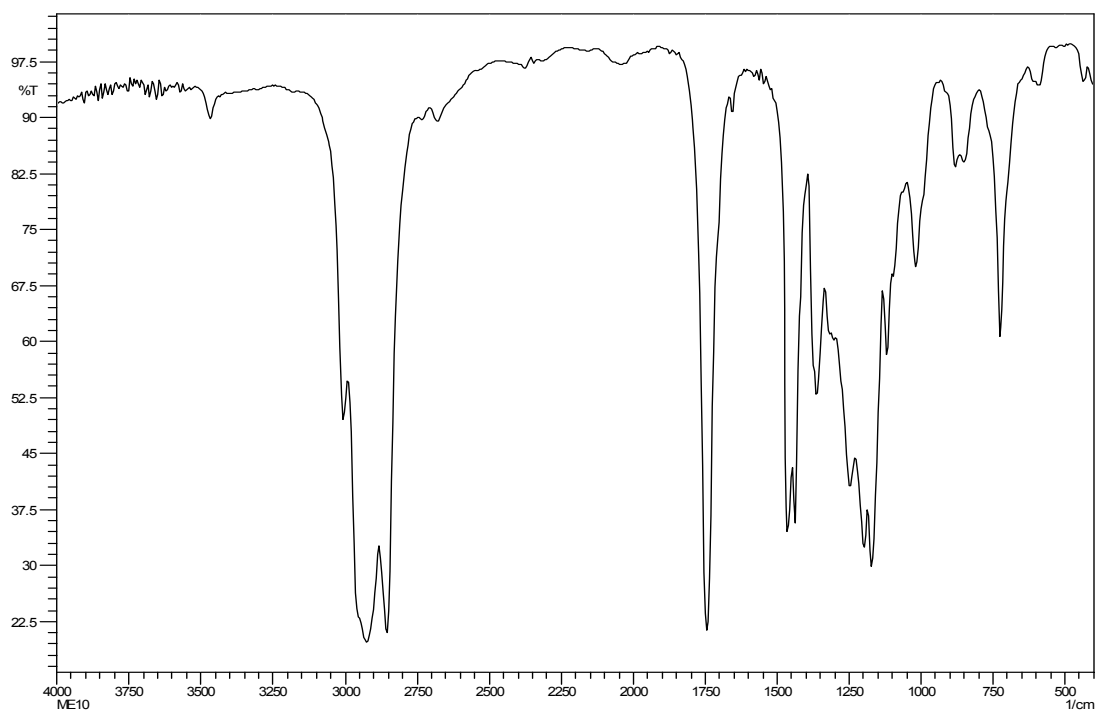
**[11]** CASTAÑEDA, William J., RIVAS, Ana I. “Dimensionamiento de un sistema para la sulfonación de ésteres metílicos del aceite de palma a nivel de laboratorio”. Proyecto de grado requisito para optar al título de Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Colombia, Bogota D.C. 2004.

**ANEXO A:**  
**ESPECTROS INFRARROJOS METIL ÉSTERES**

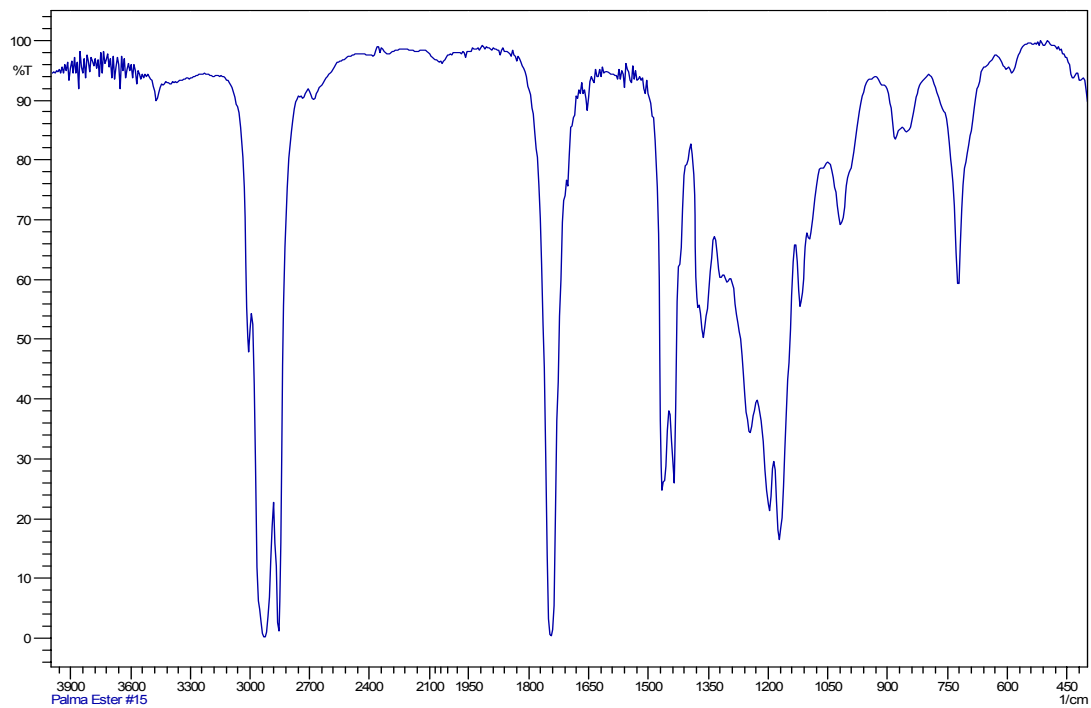
**Figura A1-Muestra No 1 cruda.**



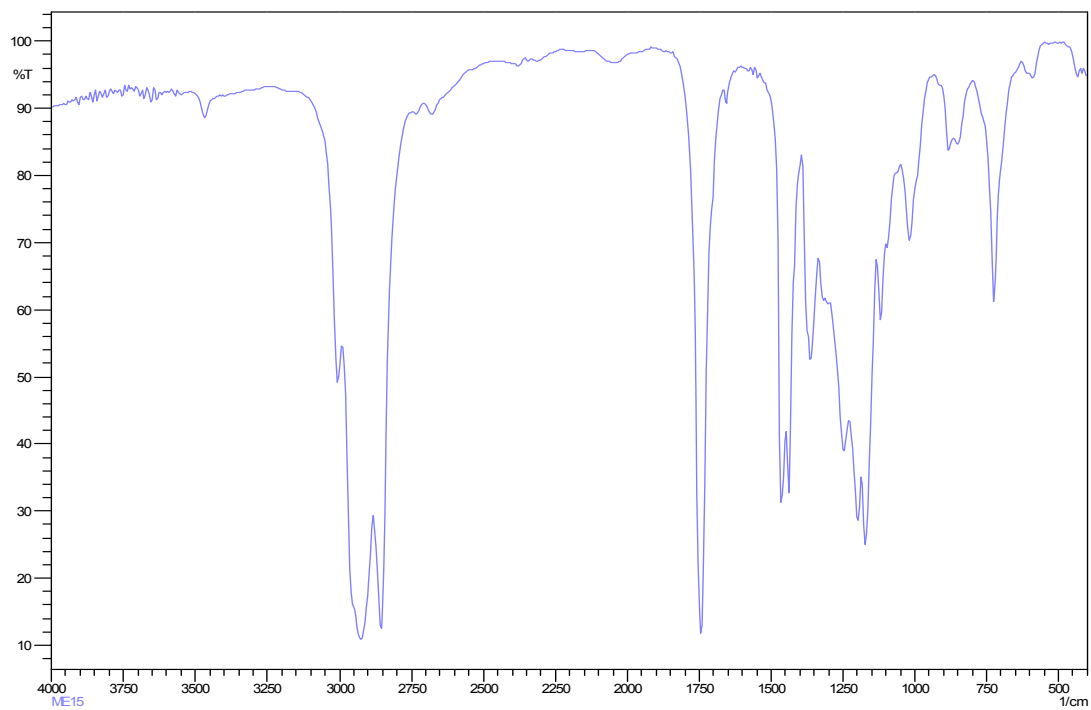
**Figura A2-Muestra No 1 purificada.**



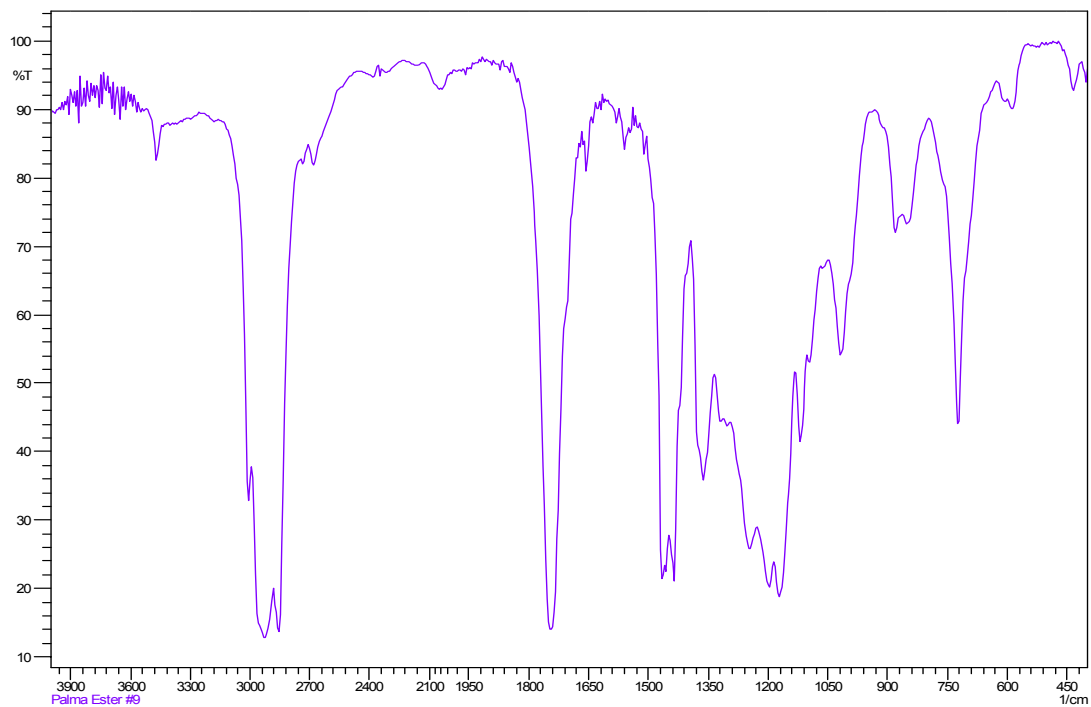
**Figura A3-Muestra No 2 cruda.**



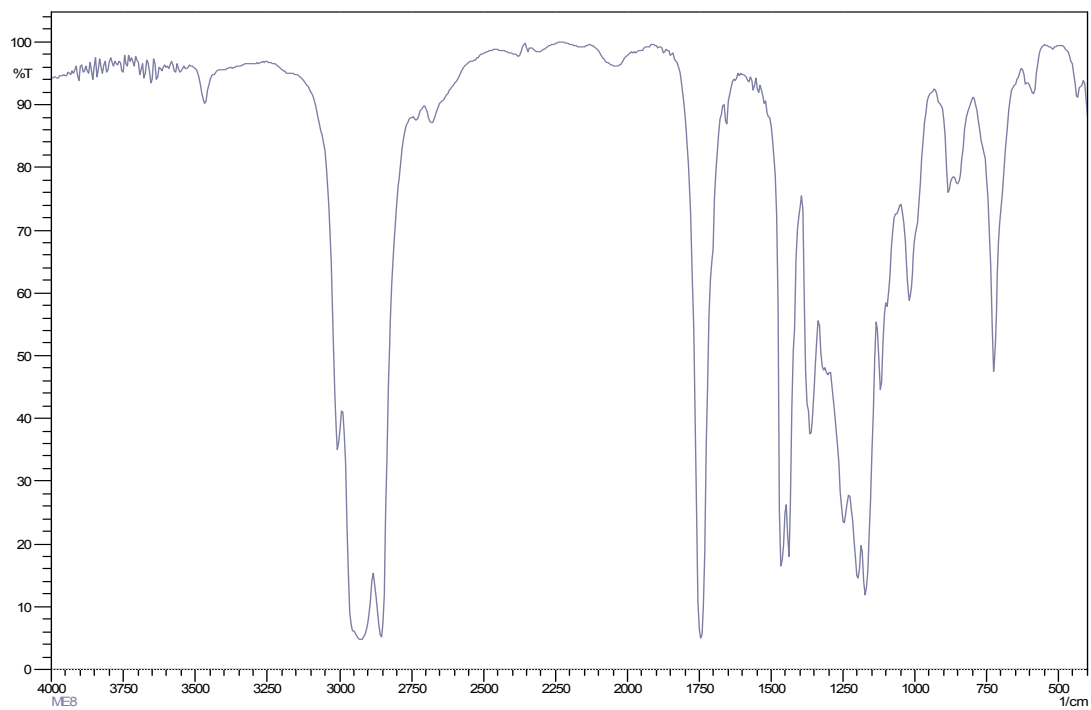
**Figura A4-Muestra No 2 purificada.**



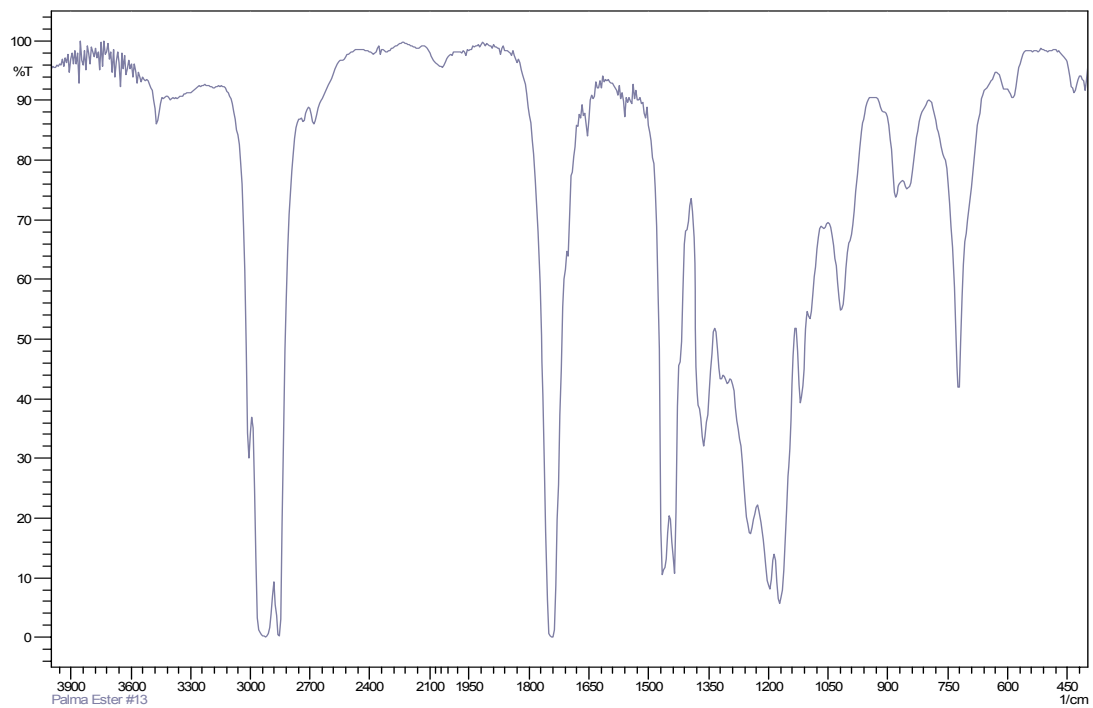
**Figura A5-Muestra No 3 cruda.**



**Figura A6-Muestra No 3 purificada.**



**Figura A7-Muestra No 4 cruda.**



**Figura A8-Muestra No 4 purificada.**

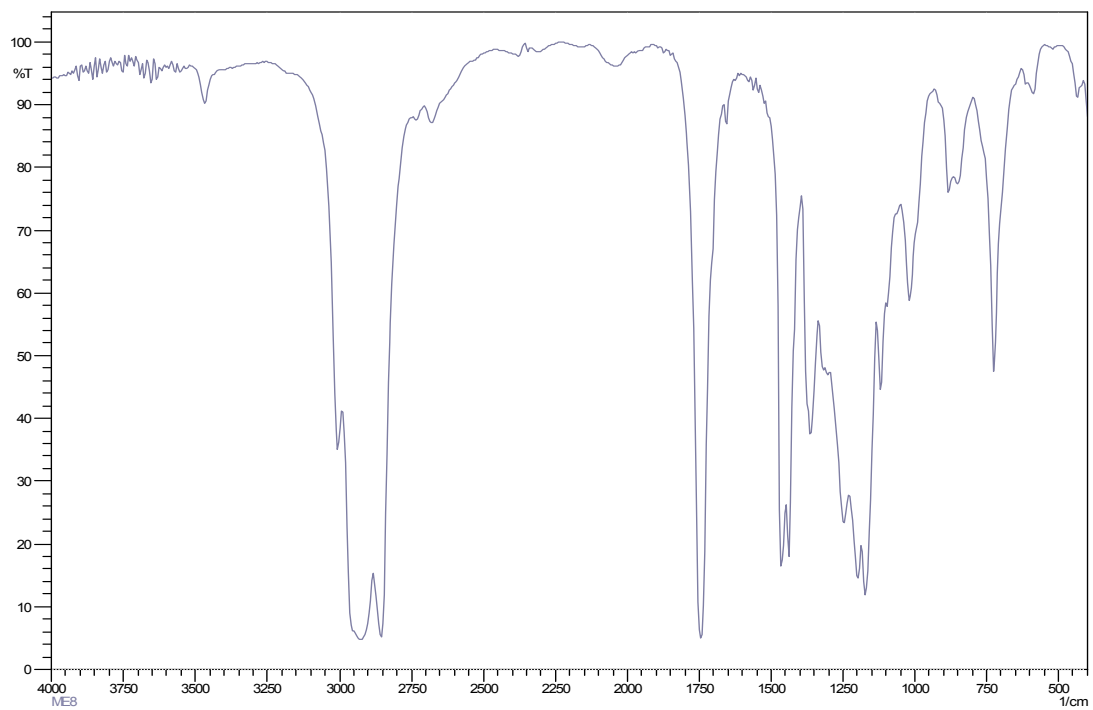


Figura A9- Metil oleato

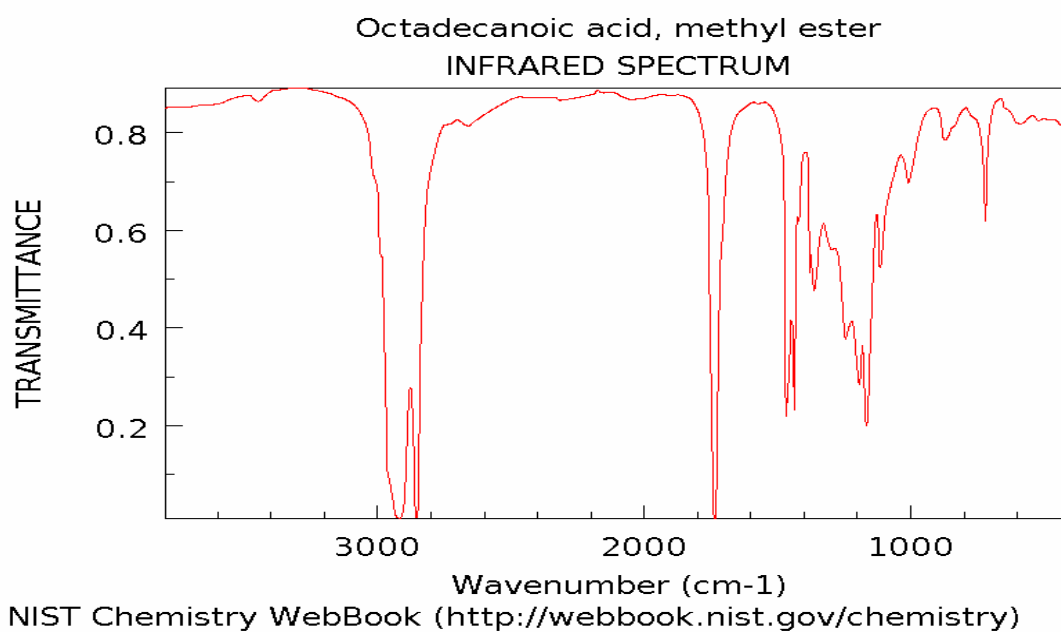
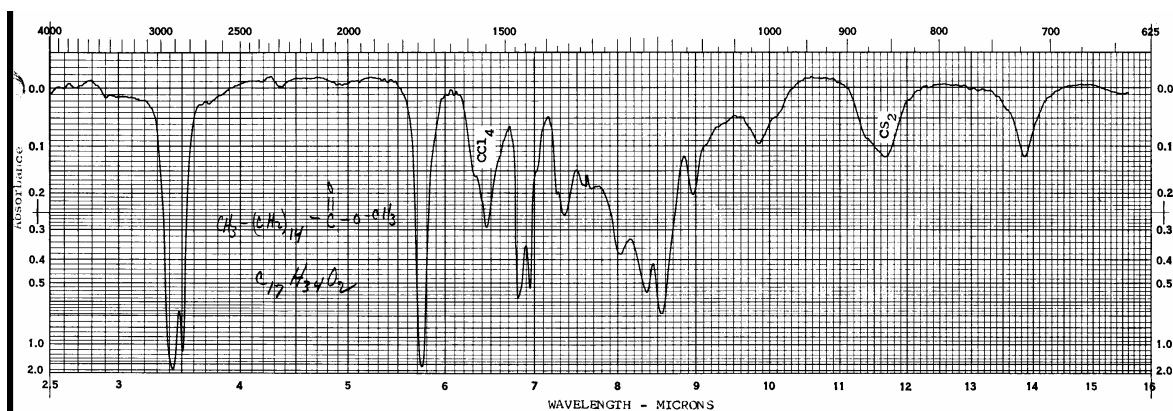
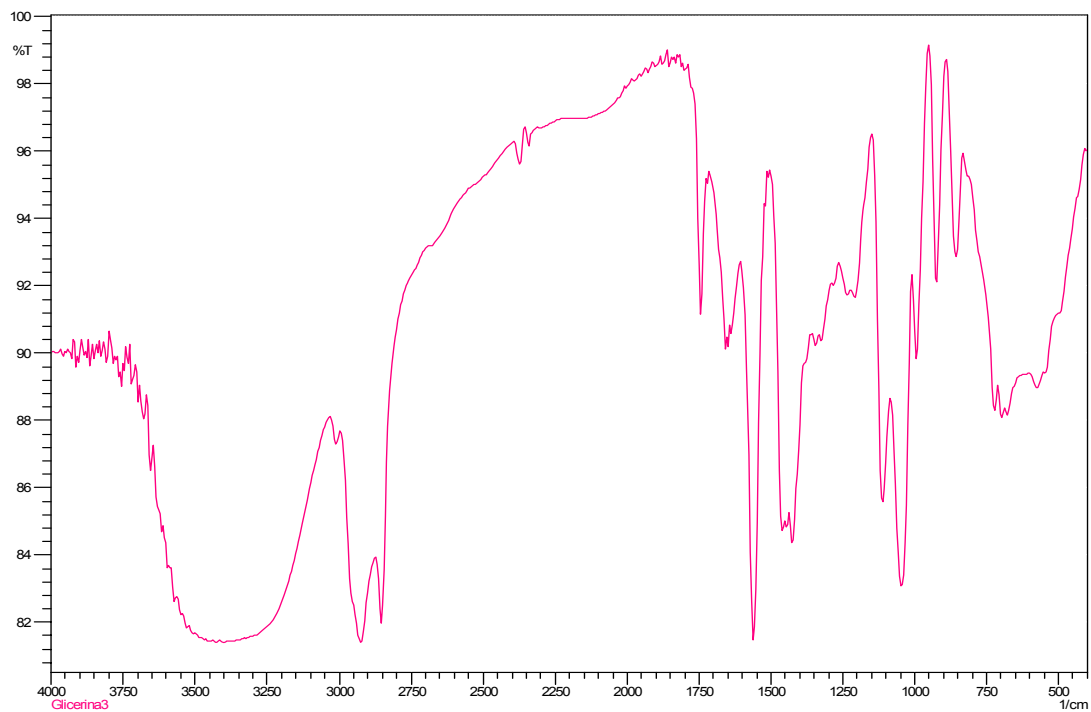


Figura A10- Metil palmitato

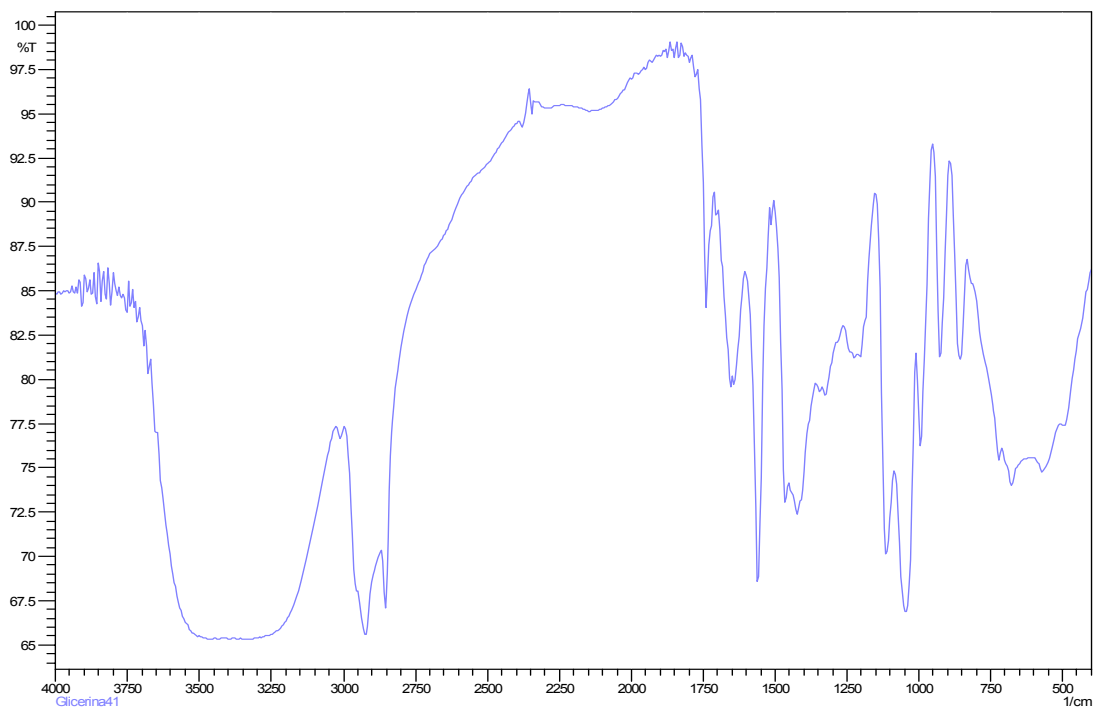


**ANEXO B:**  
**ESPECTROS INFRARROJOS GLICERINA**

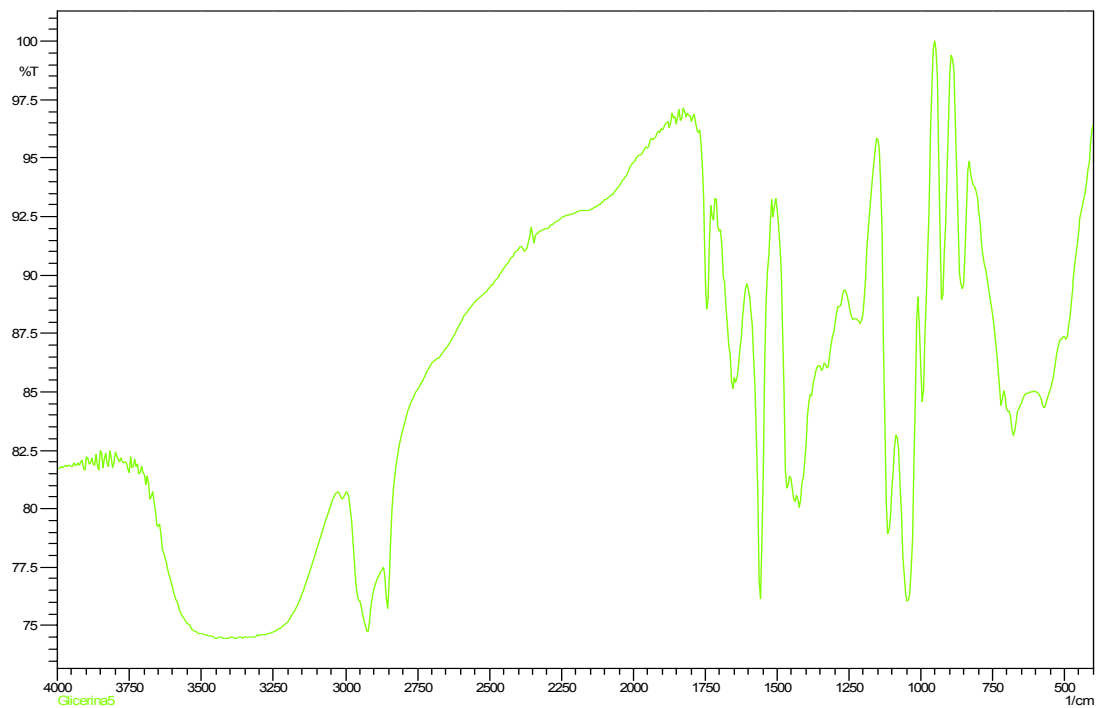
**Figura B1-Muestra No 1 glicerina.**



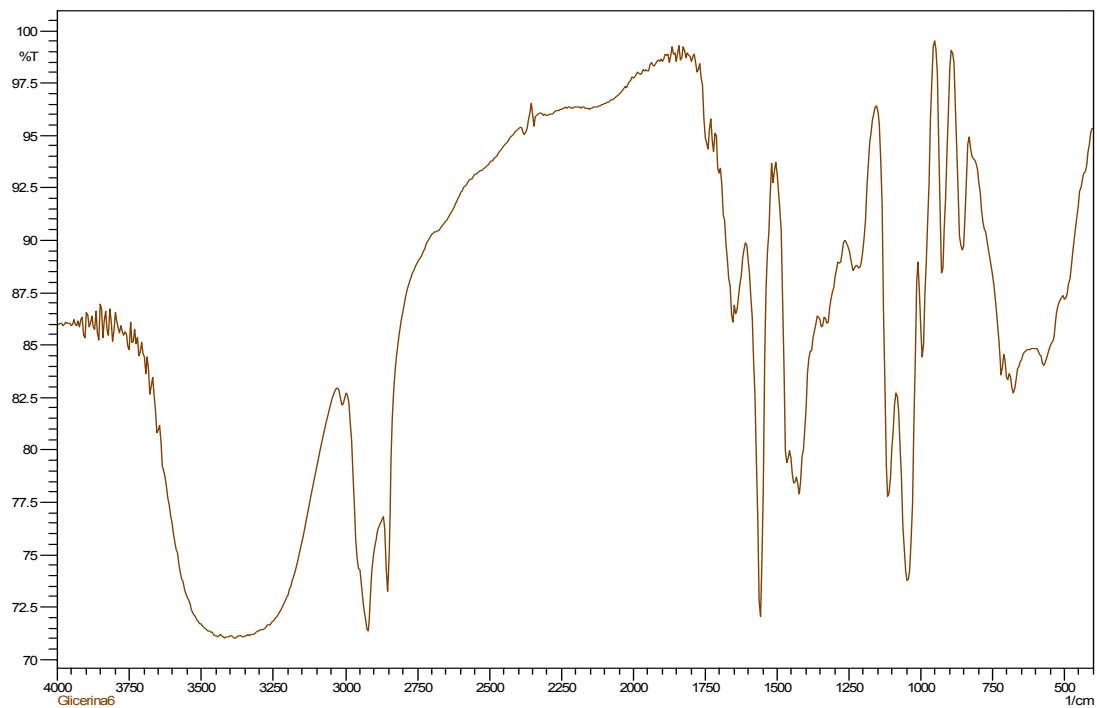
**Figura B2-Muestra No 2 glicerina.**



**Figura B3-Muestra No 3 glicerina.**



**Figura B4-Muestra No 4 glicerina.**



**Figura B5** 1, 2,3- Propanetriol

