

Evaluación de nanocatalizadores heterogéneos soportados en rGO para el uso en la síntesis  
de diésel renovable

María Fernanda Mercado Villamizar

Tesis de maestría para optar al título de Magister en Química

Director

Enrique Mejía Ospino

Doctor en Ciencias Químicas

Codirector

Víctor Gabriel Baldovino Medrano

Doctor en Ingeniería Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ciencias

Escuela de Química

Bucaramanga

2025

### **Dedicatoria**

*A Dios, por su guía y fortaleza en cada paso de este camino. A mi familia, por su amor incondicional, apoyo constante y fe en mí.*

### **Agradecimientos**

Agradezco al profe Enrique, el director del proyecto de grado por su guía, entrega y ayuda en todo mi proceso de formación académica. Al director del grupo LEAM, el profe Rafael, por abrirme las puertas y permitirme hacer parte de está gran familia científica. Agradezco al profe Víctor por codirigir el proyecto, por aportar ideas desde su área de conocimiento y por permitirme hacer parte del grupo CICAT, grupo que me permitió usar equipos determinantes para el cumplimiento de los objetivos.

A mis amigos del grupo LEAM, su compañía, apoyo, amistad y conocimiento, formaron bases sólidas para hacer el camino del posgrado, un camino agradable y placentero.

A mi familia, su amor, apoyo, confianza, admiración, unión y alegría, hacen que cada logro sea dedicado a ellos.

## Tabla de Contenido

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introducción</b>   | <b>15</b> |
| <b>1 Marco teórico</b>  | <b>18</b> |
| 1.1 Biocombustible . . . . .  | 18        |
| 1.1.1 Biodiesel FAME . . . . .  | 18        |
| 1.1.2 Diésel renovable o diésel verde . . . . .                             | 21        |
| 1.2 Óxido de grafeno . . . . .  | 27        |
| <b>2 Metodología</b>  | <b>32</b> |
| 2.1 Preparación del soporte de óxido de grafeno (GO) . . . . .              | 32        |
| 2.2 Preparación de catalizadores . . . . .                                  | 33        |
| 2.2.1 Cobalto soportado en óxido de grafeno reducido (Co@rGO) . . . . .     | 33        |
| 2.2.2 Níquel soportado en óxido de grafeno reducido (Ni@rGO) . . . . .      | 33        |
| 2.3 Caracterización de los materiales grafénicos . . . . .                  | 34        |
| 2.4 Hidrólisis de aceite de palma crudo . . . . .                           | 34        |
| 2.5 Obtención de diésel renovable . . . . .                                 | 35        |
| 2.6 Caracterización de diésel renovable . . . . .                           | 36        |
| <b>3 Análisis de resultados y discusión</b>                                 | <b>37</b> |
| 3.1 Caracterización de catalizadores y material grafénico . . . . .         | 37        |
| 3.1.1 Espectroscopía infrarroja . . . . .                                   | 37        |
| 3.1.2 Espectroscopía Raman . . . . .  | 40        |
| 3.1.3 Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) . . . . . | 42        |
| 3.1.4 Espectroscopía electrónica de barrido (SEM) . . . . .                 | 49        |

**CATALIZADORES SOPORTADOS EN RGO PARA LA SÍNTESIS DE BIODIESEL 5**

---

|     |  |           |
|-----|--|-----------|
| 3.2 | Caracterización de ácidos grasos . . . . .       | 53        |
| 3.3 | Caracterización de biodiésel renovable . . . . . | 55        |
| 4   | <b>Conclusiones</b>                              | <b>70</b> |
| 5   | <b>Recomendaciones</b>                           | <b>72</b> |
|     | <b>Referencias Bibliográficas</b>                | <b>73</b> |
|     | <b>Apéndice</b>                                  | <b>80</b> |

## Lista de Figuras

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| Figura 1  | Reacción de transesterificación de triacilglicérols para la conversión de biodiésel FAME. . . . .   | 19 |
| Figura 2  | Mecanismo de reacción desoxigenación de CFO a hidrocarburos utilizando catalizadores soportados en MWCNT . . . . .  | 24 |
| Figura 3  | Métodos de oxidación química para la oxidación de GO . . . . .  | 29 |
| Figura 4  | Espectro FT-IR del óxido de grafeno (negro) y los catalizadores de Co@rGO (naranja) y Ni@rGO (azul). . . . .  | 38 |
| Figura 5  | Espectro raman del óxido de grafeno (negro) y los catalizadores de Ni@rGO (azul) y Co@rGO (naranja). . . . .  | 41 |
| Figura 6  | Espectro XPS del óxido de grafeno (negro) y los catalizadores de Ni@rGO (rojo) y Co@rGO (verde). . . . .  | 43 |
| Figura 7  | Región Ni 2p y Co 2p y descomposición empleando dos regiones para modelar el <i>background</i> . Las muestras son Ni@rGO y Co@rGO, respectivamente. . . . . | 44 |
| Figura 8  | Espectro de alta resolución XPS región C 1s y O 1s del GO, Ni@rGO y Co@rGO. Descomposición empleando una región con línea base <i>Shirley</i> . . . . .     | 46 |
| Figura 9  | Espectro de alta resolución XPS región Ni 2p y Co 2p del Ni@rGO y Co@rGO. Descomposición empleando dos regiones con línea base <i>Shirley</i> . . . . .     | 46 |
| Figura 10 | Micrografía SEM de Co@rGO. . . . .  | 50 |
| Figura 11 | Micrografía SEM de Ni@rGO. . . . .  | 51 |
| Figura 12 | Análisis puntual EDS de material grafénico Co@rGO . . . . .   | 51 |
| Figura 13 | Análisis puntual EDS de material grafénico Ni@rGO . . . . .   | 52 |

Figura 14 Espectro FT-IR comparativo entre el aceite de palma crudo (negro) y aceite de palma hidrolizado (azul). . . . . 54

Figura 15 Espectro FT-IR comparativo de las diferentes ácidos grasos utilizados: ácido palmítico (negro), ácido esteárico (rojo), ácidos grasos de aceite de palma crudo (azul) y ácidos grasos comerciales (verde). . . . . 55

Figura 16 Producto líquido obtenido después de la desoxigenación de A. Ácido palmítico, B. Ácido esteárico, C. Ácidos grasos de aceite de palma crudo y D. Ácidos grasos comerciales de aceite de palma. . . . . 56

Figura 17 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del ácido palmítico en xileno. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 7. . . . . 57

Figura 18 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido palmítico y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 7. . . . . 57

Figura 19 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido palmítico y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 7. . . . . 58

Figura 20 Perfil cromatográfico del ácido esteárico en xileno. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 8. . . . . 58

Figura 21 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido esteárico y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 8. . . . . 60

Figura 22 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido esteárico y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 8. . . . . 61

Figura 23 Perfil cromatográfico ácidos grasos comerciales en xileno. Columna HP-5 (30m).  
 Véase la identificación de los picos en la Tabla 9. . . . . 63

Figura 24 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a  
 partir de ácidos grasos comerciales y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5  
 (30m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9. . . . . 63

Figura 25 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a  
 partir de ácidos grasos comerciales y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5  
 (30m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9. . . . . 64

Figura 26 Perfil cromatográfico ácidos grasos de aceite de palma crudo en xileno. Colum-  
 na HP-5 (30m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9. . . . . 66

Figura 27 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a  
 partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo y catalizado por Co@rGO.  
 Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9. . . . . 66

Figura 28 Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a  
 partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo y catalizado por Ni@rGO.  
 Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9. . . . . 67

Figura 29 Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel  
 renovable a partir de ácido palmítico (BAP). . . . . 80

Figura 30 Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel  
 renovable a partir de ácido esteárico (BAE). . . . . 81

Figura 31 Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel  
 renovable a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo (B-AG-palma). . . 81

Figura 32 Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel  
 renovable a partir de ácidos grasos mezcla comercial (B-AG-comercial). . . . . 82

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| Figura 33 | Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácido palmítico (BAP). . . . .                            | 83 |
| Figura 34 | Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácido esteárico (BAE). . . . .                            | 84 |
| Figura 35 | Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo (B-AG-palma). . .  | 84 |
| Figura 36 | Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácidos grasos de mezcla comercial (B-AG-comercial). . . . | 85 |

## Lista de Tablas

|          |  |    |
|----------|--|----|
| Tabla 1  | Rampa de temperatura reacción desoxigenación de ácidos grasos en reactor <i>batch</i> . . . . .  | 35 |
| Tabla 2  | Programa de temperatura utilizado en GC-MS. . . . .  | 36 |
| Tabla 3  | Modos vibracionales de los grupos característicos del óxido de grafeno y los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO. . . . .   | 39 |
| Tabla 4  | Relación $I_D/I_G$ para el óxido de grafeno y los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO. . . . .  | 41 |
| Tabla 5  | Análisis composicional XPS del óxido de grafeno y los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO. . . . .  | 47 |
| Tabla 6  | Relación de intensidades de C/O del GO, Co@rGO, Ni@rGO . . . . .   | 48 |
| Tabla 7  | Caracterización por GC/MS del ácido palmítico y biodiésel renovable a partir de ácido palmítico, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO. . . . .                                 | 59 |
| Tabla 8  | Caracterización por GC/MS del ácido esteárico y biodiésel renovable a partir de ácido esteárico, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO. . . . .                                 | 62 |
| Tabla 9  | Caracterización por GC/MS de la mezcla de ácidos grasos comerciales y biodiésel renovable a partir de dicha mezcla, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO. . . . .              | 65 |
| Tabla 10 | Caracterización por GC/MS de la mezcla de ácidos grasos de aceite de palma crudo y biodiésel renovable a partir de dicha mezcla, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO. . . . . | 68 |

**Lista de Apéndices**

|                                 |           |
|---------------------------------|-----------|
| <b>Apéndice A. Espectros IR</b> | <b>80</b> |
|---------------------------------|-----------|

### Abreviaturas y siglas

|                        |   |
|------------------------|---|
| <b>CTAB</b>            | Bromuro de cetilmetilamonio                           |
| <b>FTIR</b>            | Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier |
| <b>GO</b>              | Siglas en inglés de Graphene Oxide                    |
| <b>rGO</b>             | Óxido de grafeno reducido                             |
| <b>XPS</b>             | Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X |
| <b>Co@rGO</b>          | Cobalto soportado en óxido de grafeno reducido        |
| <b>Ni@rGO</b>          | Níquel soportado en óxido de grafeno reducido         |
| <b>HDO</b>             | Hidrogenación   |
| <b>HCO<sub>2</sub></b> | Descarboxilación                                      |
| <b>HCO</b>             | Descarbonilación                                      |
| <b>AG</b>              | Ácidos grasos   |
| <b>AGP</b>             | Ácidos grasos de aceite de palma crudo                |
| <b>AGC</b>             | Ácidos grasos comerciales de aceite de palma          |
| <b>AP</b>              | Ácido palmítico                                       |
| <b>AE</b>              | Ácido esteárico                                       |

### Resumen

**Título:** Evaluación de nanocatalizadores heterogéneos soportados en rGO para el uso en la síntesis de diésel renovable\*

**Autor:** María Fernanda Mercado Villamizar †.

**Palabras claves:** Diésel renovable, óxido de grafeno, catálisis heterogénea.

**Descripción:** Las fuentes fósiles, principales emisoras de gases de efecto invernadero, presentan una disponibilidad decreciente, lo que ha impulsado el desarrollo de biocombustibles renovables como el diésel verde. A diferencia del biodiésel tipo FAME, este puede emplearse directamente en motores convencionales, al estar compuesto por hidrocarburos lineales obtenidos mediante hidrot ratamiento catalítico de aceites vegetales. En este estudio, se evaluó la producción de diésel renovable a partir de aceite de palma utilizando catalizadores de Ni y Co soportados en óxido de grafeno reducido (Ni@rGO y Co@rGO), seleccionados por su alta selectividad en la descarboxilación de ácidos grasos. Las reacciones se realizaron en reactor batch (300 °C, 24 bar, 3 h). Los catalizadores fueron caracterizados mediante FTIR, Raman y XPS, y los productos analizados por GC-MS revelaron la formación de hidrocarburos como dodecano, tridecano, pentadecano y nonadecano.

---

\*Trabajo de Grado

†Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Director: Enrique Mejía Ospino, Doctor en Ciencias Químicas. Codirector: Víctor Gabriel Baldovino Medrano, Doctor en Ingeniería Química

### Abstract

**Title:** Synthesis of rGO-supported nanocatalysts and their application in renewable diesel production. ‡

**Author:** María Fernanda Mercado Villamizar §

**Keywords:** Renewable diesel, graphene oxide, heterogeneous catalysis.

**Description:** Fossil fuels, the primary contributors to greenhouse gas emissions, are becoming increasingly scarce. This has prompted the development of renewable biofuels, such as green diesel, as a potential solution to address climate change. In contrast to FAME-type biodiesel, this substance can be utilized directly in conventional engines due to its composition of linear hydrocarbons derived from the catalytic hydrotreating of vegetable oils. In this study, the production of renewable diesel from palm oil was evaluated using Ni and Co catalysts supported on reduced graphene oxide (Ni@rGO and Co@rGO), selected for their high selectivity in the decarboxylation of fatty acids. The reactions were carried out in a batch reactor at a temperature of 300°C, a pressure of 24 bar, and for a duration of 3 hours. The catalysts were characterized by FTIR, Raman, and XPS, and the products were analyzed by GC-MS, revealing the formation of hydrocarbons such as dodecane, tridecane, pentadecane, and nonadecane.

---

‡Master's Thesis

§Faculty of Science. School of Chemical. Director: *PhD.* Enrique Mejía Ospino. Co-director: *PhD.* Víctor Gabriel Baldovino.

### **Introducción**

Los combustibles de origen renovable se obtienen a partir de diversas fuentes de materia prima, tales como grasas, aceites vegetales y aceites de cocina previamente utilizados. El biodiésel FAME (*Fatty Acid Methyl Esters*) obtenido de la transesterificación de triglicéridos en monoalquilésteres de ácidos grasos (Narasimhan, Chandrasekaran, Govindasamy, y Aravamudhan, 2021) emerge como un prometedor vector energético debido a su alta biodegradabilidad y su reducida toxicidad. No obstante, no puede considerarse una solución inmediata para reemplazar el diésel de petróleo, puesto que no exhibe las mismas propiedades caloríficas. Por consiguiente, es necesario mezclar el biodiésel con el diésel de petróleo para su utilización en vehículos (Amin, 2019). A pesar de que el biodiesel FAME presenta ventajas ambientales superiores al diésel-petróleo, surgen desafíos al aplicarlo en motores, tales como la obstrucción de los filtros, corrosión de componentes metálicos, limitada estabilidad ante la oxidación y acumulación en las bombas de combustible, debido a la inclusión de catalizadores ácidos y básicos (Kim y cols., 2014).

Por otro lado, el diésel renovable emerge como una alternativa de biocombustible con propiedades sobresalientes en comparación con el biodiesel. El diésel renovable se obtiene al realizar un hidrotratamiento catalítico (descarbonilación, descarboxilación o hidrodeshidrogenación) a grasas naturales o aceites para producir cadenas lineales de hidrocarburos. Estructuralmente, el diésel renovable está compuesto por parafinas sin oxígeno, sulfuros y aromáticos, y esto le confiere propiedades beneficiosas como un alto valor calorífico y número de cetano. Además, en su hidro-proceso no hay subproductos como el biodiesel FAME que produce glicerol (Amin, 2019).

El proceso de obtención de diésel renovable comúnmente utiliza como catalizadores meta-

les nobles y de transición soportados en diferentes materiales como: las alúminas ( $\text{NiMo-}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pd-}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pt-}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ni-}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Co-}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ReNiMo-}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) (Kiatkittipong y cols., 2013), las cuales presentan la desventaja de ser susceptibles a transformaciones estructurales cuando se exponen a ambientes altamente hidratantes y pueden formar especies como  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Al-OH}$  o  $\text{Al-O-Al}$ ; las zeolitas ( $\text{Ni/HBEA}$ ,  $\text{Ni}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Co}$ ,  $\text{Zn}$ ,  $\text{Mn}$ ,  $\text{Zn}$  en zeolita Y) (Choo y cols., 2020), (Ma y Zhao, 2015), las cuales tienen la desventaja de presentar baja selectividad hacia la formación de hidrocarburos parafínicos lineales, ya que favorece la formación de reacciones secundarias como el craqueo o la isomerización; y los soportes basados en carburos o nanotubos de carbono ( $\text{Co/MWCNT}$ ,  $\text{NiMWCNT}$ ,  $\text{Mo}_2\text{C}$ ) (Asikin-Mijan, Lee, Abdulkareem-Alsultan, Afandi, y Taufiq-Yap, 2017), (Han, Duan, Chen, Lou, y Zheng, 2011), los cuales han demostrado propiedades estructurales favorables y una elevada área superficial específica. Por otra parte, el óxido de grafeno es un material que ha sido ampliamente utilizado en procesos catalíticos debido a su estabilidad, su capacidad de exponer sitios activos adicionales y su capacidad de mejorar la dispersión de partículas.

Considerando el potencial del diésel renovable en la industria energética, el presente proyecto de investigación tuvo como objetivo evaluar la desoxigenación catalítica del aceite de palma crudo, empleando catalizadores de cobalto y níquel soportados en óxido de grafeno reducido (rGO). El propósito principal fue estudiar la conversión de los ácidos grasos presentes en el aceite de palma crudo hacia hidrocarburos lineales (diésel verde o renovable), con miras a generar información aplicable en un estudio posterior que plantea utilizar como materia prima los ácidos grasos provenientes de lodos, subproducto del proceso de refinación del aceite de palma.

Adicionalmente, se emplearon como sustratos ácidos grasos individuales, tales como el ácido palmítico y el ácido esteárico, así como mezclas de ácidos grasos obtenidos de aceite de pal-

ma comercial. Los experimentos se llevaron a cabo en un reactor batch a 300 °C, 24 bar de presión y un tiempo de reacción de 3 h, empleando los catalizadores Ni@rGO y Co@rGO. Como resultado, se obtuvieron cadenas de hidrocarburos lineales en el rango de C12–C19.

## 1. Marco teórico

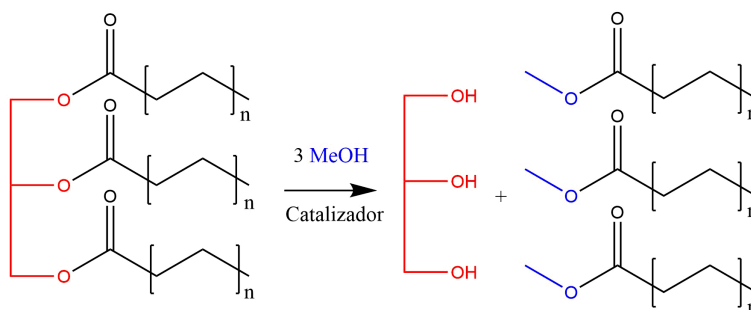
### 1.1. Biocombustible

Las reservas de hidrocarburos convencionales, que comprenden principalmente petróleo crudo, carbón mineral y metano (gas natural), constituyen recursos energéticos no renovables que actualmente satisfacen aproximadamente el 80% de la demanda global de energía primaria. Esta dependencia predominante de combustibles fósiles plantea preocupantes implicaciones geopolíticas y ambientales, dadas sus limitaciones intrínsecas y el ritmo acelerado de explotación. Por tal razón, el enfoque en investigación en el uso de fuentes de energía renovables que reemplacen dichas fuentes de energía convencionales en la industria energética ha sido relevante en los últimos años. Los biocombustibles surgen como una alternativa ante el uso de diésel de petróleo. Éstos se caracterizan por ser combustibles renovables derivados de biomasa (plantas oleaginosas, cultivos ricos en carbohidratos, residuos orgánicos o biomasa forestal), ser biodegradables y presentar bajos perfiles de emisión (Holechek et al., 2022). La materia prima con mayor enfoque de investigación ha sido los aceites vegetales y las grasas animales para la producción de biodiésel.

#### 1.1.1. Biodiesel FAME

El proceso más común para producir biodiésel ocurre mediante la reacción de transesterificación de triglicéridos y alcohol obteniendo monoésteres de alquilo (FAME, en inglés *fatty acid methyl ester*) y glicerol (Figura 1). La reacción que ocurre en la transesterificación sucede en tres pasos: primero la molécula de triglicérido se rompe y produce un intermediario tetraédrico, luego se forma un éster ácido graso junto con el ion diglicérido de la disociación inestable intermediaria del tetraedro y finalmente se recupera el catalizador por transferencia

**Figura 1:** Reacción de transesterificación de triacilgliceroles para la conversión de biodiésel FAME.



de protón. La producción de biodiesel es generalmente catalizada por una base fuerte como NaOH o KOH o por un ácido fuerte como  $H_2SO_4$  (Amin, 2019). Los catalizadores ácidos comercialmente no son utilizados ya que presentan algunas desventajas como la corrosión de los equipos y lenta velocidad de reacción. En cambio, los catalizadores básicos tienen una velocidad de reacción hasta 4000 veces más eficiente que los catalizadores ácidos (Atadashi et al., 2013).

El rendimiento de la reacción de síntesis de biodiesel FAME depende de parámetros como la relación aceite-metanol, la influencia de la mezcla solvente/co-solvente, el tipo de aceite, la concentración de ácidos grasos en aceite, el tipo de catalizador, la concentración del catalizador y las condiciones experimentales como temperatura, pH y velocidad de mezcla (Narasimhan et al., 2021). Los biocombustibles FAME enfrentan limitaciones significativas en su aplicación como sustitutos parciales del diésel convencional en motores de combustión interna. En la Unión Europea, la Directiva 2009/28/CE establece un límite máximo de incorporación del 7% en volumen de FAME en el combustible diésel comercializado. Por otro lado, en Estados Unidos, la Agencia de Protección Ambiental (EPA) ha fijado un límite

similar del 5% en volumen (McGill et al., s. f.). Estas restricciones regulatorias están fundamentadas en diversos problemas técnicos (Kim et al., 2014) asociados al uso extendido de FAME en sistemas de combustión diésel:

1. Obstrucción de filtros de combustible: Los ésteres metílicos de ácidos grasos pueden formar depósitos sólidos que bloquean los elementos filtrantes, comprometiendo el suministro de combustible al motor.
2. Corrosión de componentes metálicos: El carácter polar de los ésteres puede reactivar procesos electroquímicos que aceleran la degradación de materiales ferrosos y no ferrosos en el sistema de combustible y motor.
3. Dificultades en el arranque en frío: Los ésteres metílicos presentan un punto de fluidez más elevado que los hidrocarburos diésel convencionales, lo cual puede afectar negativamente la atomización del combustible y la ignición en condiciones de baja temperatura.
4. Disminución del rendimiento de inyección: La viscosidad superior de los FAME puede alterar las características de pulverización del combustible, impactando potencialmente en la eficiencia de la combustión.
5. Depósitos en bombas de inyección: La presencia de catalizadores ácidos o básicos residuales en los FAME puede promover reacciones químicas que generen depósitos sólidos en los sistemas de bombeo de alta presión.

Además, se han identificado desafíos significativos relacionados con el almacenamiento prolongado de estos biocombustibles, incluyendo la formación de peróxidos y la oxidación que pueden comprometer su estabilidad y calidad a largo plazo. En conclusión, aunque los FAME ofrecen beneficios ambientales como alternativa parcial al diésel fósil, sus limitaciones

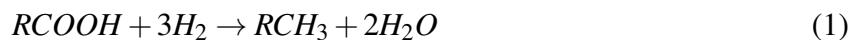
técnicas actuales justifican las restricciones regulatorias vigentes y motivan la investigación continua para mejorar su formulación y compatibilidad con los sistemas de combustión diésel existentes.

### **1.1.2. Diésel renovable o diésel verde**

El diésel renovable, también llamado diésel verde o aceite vegetal hidrotratado es una especie de biocombustible compuesto principalmente de una mezcla de hidrocarburos saturados y ramificados de cadena C15-C18. Este biocombustible se deriva de fuentes renovables como aceites vegetales, grasa animal o aceite usado (Cheah, 2017). Durante el hidroprocesamiento de los triglicéridos ocurren una serie de reacciones paralelas como la saturación de oleofinas vía hidrogenación, remoción de moléculas heteroatómicas (sulfuros, oxígeno, azufre) vía hidrodeshidrogenación (HDO) (Reacción 1), descarboxilación ( $\text{HCO}_2$ ) (Reacción 2) y descarbonilación (HCO) (Reacción 3) y finalmente, ocurre hidro-craqueo de los hidrocarburos para producir un líquido sintético compuesto químicamente similar al diésel de petróleo. Los catalizadores de hidrotratamiento permiten la descarboxilación, descarbonilación e hidrodeshidrogenación en los aceites de origen vegetal debido a la manera en que facilitan la eliminación del oxígeno presente en los triglicéridos y ácidos grasos, que son los principales componentes de estos aceites. La función central del hidrotratamiento es eliminar el oxígeno en forma de agua (hidrodeshidrogenación, HDO), dióxido de carbono (descarboxilación,  $\text{DCO}_x$ ) o monóxido de carbono (descarbonilación, DCO), para convertir los aceites en hidrocarburos más estables y con mejores propiedades como biocombustible. En la hidrodeshidrogenación, el oxígeno es eliminado mediante la reacción con hidrógeno, formando agua. Esta ruta generalmente conserva la longitud de la cadena de carbono (número par de carbonos) y requiere más hidrógeno. En la descarboxilación y descarbonilación, se eliminan grupos funcionales

con liberación de  $\text{CO}_2$  o  $\text{CO}$ , respectivamente, con menor consumo de hidrógeno, pero estas reacciones acortan la cadena de carbono en un átomo (generando hidrocarburos con un número impar de carbonos). Los catalizadores usados (a menudo metales como Ni, Co, Mo sobre soportes) proporcionan sitios activos que facilitan la ruptura de enlaces C-O y C=O en los ácidos grasos, además de promover la hidrogenación de insaturaciones y saturar olefinas para estabilizar los productos (Prangklang, Tumnantong, Yoosuk, Ngamcharussrivichai, y Prasassarakich, 2023). La superficie activa del catalizador favorece estas reacciones en condiciones de alta temperatura y presión de hidrógeno. La temperatura y presión de hidrógeno influyen en qué ruta es favorecida; temperaturas moderadas y presión alta favorecen la hidrogenación, mientras que temperaturas elevadas favorecen la descarboxilación y descarbonilación.

La producción de diésel renovable se basa en tres pasos: hidrotreamiento catalítico, separación del producto y purificación. Inicialmente, el aceite vegetal con ácidos grasos poliinsaturados son principalmente hidrogenados con el fin de obtener una base saturada; luego la cadena de glicerol del triglicérido es separada del ácido graso vía hidrogenólisis, liberando ácidos grasos libres (AGL) y gas propano. Posteriormente, los grupos carboxílicos de los AGL y las moléculas de triglicéridos son eliminados en forma de dióxido de carbono, monóxido de carbono y agua mediante tres diferentes reacciones:

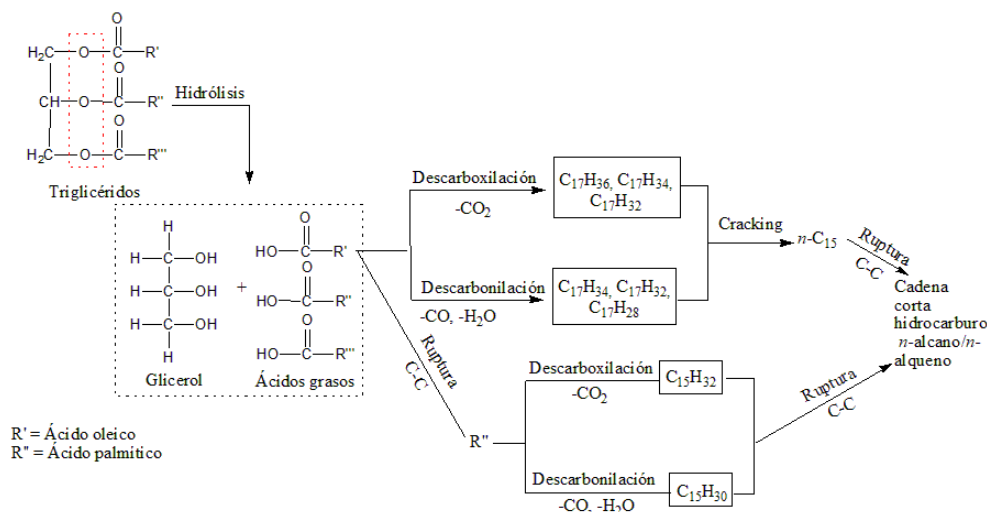




Nasharuddin y colaboradores proponen un mecanismo de reacción para la desoxigenación catalítica de grasa de pollo (CFO), materia prima en la cual predomina los ácidos grasos de cadenas C16 y C18; este proceso se realiza con catalizadores óxidos metálicos soportados en nanotubos de carbono de paredes múltiples (MWCNTs) (Aliana-Nasharuddin y cols., 2020). En la Figura 2 se observa las diferentes rutas de reacción, en el cual inicialmente ocurre la hidrólisis de los ésteres presentes en los triglicéridos, obteniendo ácidos grasos entre C16 y C18. Estos ácidos grasos se desoxigenan *vía* descarboxilación, formando *n*-heptadecanos (saturados; C<sub>17</sub>H<sub>36</sub>), *n*-heptadecenos (mono-insaturados, C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>; di-insaturados, C<sub>17</sub>H<sub>32</sub>) y *n*-pentadecanos (saturados; C<sub>15</sub>H<sub>32</sub>). Esta reacción produce CO<sub>2</sub> gaseoso como subproducto. Simultáneamente, ocurre la descarbonilación de los ácidos grasos, produciendo hidrocarburos con dobles enlaces extras en forma de mono-insaturados (C<sub>15</sub>H<sub>30</sub>, C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>), di-insaturados (C<sub>17</sub>H<sub>32</sub>) y poli-insaturados (C<sub>17</sub>H<sub>28</sub>). Otras reacciones que pueden ocurrir son el craqueo de ácidos grasos C18 a C16 o la desoxigenación de los productos para formar *n*-C<sub>15</sub> o cadenas de hidrocarburos más cortas. Las reacciones de desoxigenación ocurren en una atmósfera inerte y opcionalmente pueden requerir pequeñas cantidades de hidrógeno, mientras la HDO requiere elevadas cantidades de hidrógeno para reducir las especies hidrogenadas presentes en los AG.

La elección del soporte en catalizadores heterogéneos constituye un factor determinante, ya que influye significativamente en la selectividad de las rutas de reacción. Las propiedades estructurales del catalizador están estrechamente vinculadas al tipo e intensidad de la interacción entre los sitios activos y la superficie del soporte, lo cual afecta directamente la actividad y selectividad del sistema catalítico (Cheah y cols., 2022). De manera general, los

**Figura 2:** Mecanismo de reacción desoxigenación de CFO a hidrocarburos utilizando catalizadores soportados en MWCNT



*Nota:* Adaptado de (Aliana-Nasharuddin y cols., 2020)

soportes empleados en catálisis heterogénea pueden agruparse en cuatro categorías principales: óxidos puros o mezclas de óxidos, materiales mesoporosos, zeolitas y carbón activado. En el contexto específico de la desoxigenación catalítica de ácidos grasos, los óxidos más comúnmente empleados son la sílice (SiO<sub>2</sub>) y la alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), debido a su alta estabilidad térmica y química bajo condiciones de reacción exigentes. La selección de un soporte catalítico adecuado se basa principalmente en características como una elevada área superficial específica, buena resistencia mecánica y alta estabilidad térmica. No obstante, la alúmina es susceptible a transformaciones estructurales cuando se expone a ambientes altamente hidratantes, lo que puede dar lugar a la formación de especies como Al(OH)<sub>3</sub>, Al-OH o enlaces Al-O-Al, afectando negativamente su desempeño catalítico. Además de la sílice y la alúmina, otros óxidos comúnmente utilizados como soportes incluyen ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub>, CrO<sub>3</sub>, así como materiales tipo hidrotalcita. La superficie de estos sólidos se caracteriza por la presencia

de un alto número de sitios de coordinación insaturados y vacancias de oxígeno, los cuales facilitan la activación de compuestos oxigenados, como los ácidos grasos, y promueven la eliminación del grupo carboxilo, etapa clave en los mecanismos de desoxigenación catalítica. Los materiales mesoporosos basados en sílice desempeñan un papel relevante en la catálisis heterogénea, atribuible a su acidez moderada, elevada área superficial específica, amplio diámetro de poro y notable homogeneidad estructural. Estas características los hacen particularmente adecuados para la transformación de moléculas voluminosas presentes en aceites vegetales. Entre los materiales representativos de esta clase se encuentran SBA-15, SBA-16 y MCM-41. Sin embargo, a pesar de sus propiedades estructurales favorables, la utilización de estos materiales en procesos de hidrodeshidrogenación (HDO) presenta limitaciones. En particular, su estructura mesoporosa tiende a ser inestable bajo condiciones hidrotermales severas, lo que conduce a una degradación progresiva de su área superficial y, en consecuencia, a una disminución en la eficiencia catalítica durante reacciones prolongadas. Otro tipo de soporte microporoso ampliamente empleado en catálisis heterogénea son las zeolitas, entre las cuales se destacan la zeolita-USY, zeolita-beta, zeolita-5A, H-mordenita, KIT-16 y H-ZSM-5. Estos materiales han demostrado mejorar el rendimiento en procesos de hidrotamamiento catalítico de triglicéridos y ácidos grasos, debido a su elevada acidez, estabilidad térmica y estructura microporosa bien definida. No obstante, la selectividad de las zeolitas hacia la formación de hidrocarburos parafínicos lineales es limitada. Esto se atribuye a la presencia de sitios ácidos fuertes que favorecen reacciones secundarias no deseadas, como el craqueo y la isomerización, reduciendo así la eficiencia del proceso en términos de la producción de fracciones hidrocarbonadas deseadas. Finalmente, los soportes basados en carbono, tales como el carbón activado, representan una alternativa atractiva en catálisis heterogénea debido a su facilidad de síntesis, bajo costo y propiedades estructurales favorables, como una

elevada área superficial específica. Estos materiales exhiben una buena estabilidad térmica y química, así como una notable versatilidad para ser funcionalizados con distintas distribuciones de grupos superficiales y tamaños de poro. Además, su naturaleza químicamente neutra les confiere una alta resistencia a la desactivación catalítica, particularmente en condiciones de operación a bajas temperaturas. Los autores (Cheah y cols., 2022) destacan que, aunque los estudios sobre la catálisis  $\text{HCO}_2$  y  $\text{HCO}$  de triglicéridos y ácidos grasos utilizando soportes carbonosos son limitados, dichos materiales presentan ventajas relevantes, como una alta dispersión del catalizador sobre la superficie y una baja afinidad hacia la formación de coque, lo que favorece una mayor selectividad en estos procesos.

Otro factor determinante en los procesos de desoxigenación de ácidos grasos es la selección del metal activo, ya que este influye de manera significativa en la actividad catalítica, la selectividad del proceso y la distribución de productos (Cheah y cols., 2022). Los metales catalíticamente activos empleados en estos sistemas pueden agruparse en dos categorías principales: (i) metales nobles monometálicos del grupo del platino, tales como paladio (Pd), platino (Pt), rodio (Rh) y rutenio (Ru); y (ii) sistemas bimetálicos, los cuales pueden presentarse en formas sulfuradas o no sulfuradas, como es el caso de  $\text{NiMo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CoMo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , así como combinaciones de metales nobles con metales base, tales como PdNi y PdCu soportados sobre carbono (Cheah y cols., 2020). La especie metálica activa está conformada, principalmente, por metales de transición pertenecientes a los grupos 8 al 10 de la tabla periódica, tales como níquel (Ni), cobalto (Co), cobre (Cu) y wolframio (W). Estos metales poseen propiedades catalíticas específicas que los hacen adecuados para promover reacciones de desoxigenación en la conversión de triglicéridos y ácidos grasos, contribuyendo tanto a la ruptura de enlaces C-O como a la formación de productos hidrocarbonados deseados. El

níquel ha mostrado un desempeño catalítico destacado en procesos de desoxigenación, evidenciando altos niveles de conversión de ácido oleico cuando se encuentra soportado sobre alúmina modificada con óxido de magnesio (Ni/MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), bajo condiciones de reacción de 300 °C y 2 MPa. La combinación entre los sitios activos metálicos y la disponibilidad de centros activos en el soporte promueve eficientemente las rutas de hidrodeseoxigenación, favoreciendo la conversión de compuestos C16 y C18, con una selectividad del 45,9%. Asimismo, los sitios activos del níquel facilitan tanto la disociación de protones como la escisión de enlaces C–C. Adicionalmente, diversos estudios han reportado que el níquel contribuye a una elevada selectividad hacia la formación de heptadecano (Rahmawati y cols., 2023). Por el contrario, el cobalto ha demostrado tener alta selectividad en la formación de octadecano (88%) en los procesos de hidrodeseoxigenación al utilizarse en forma de Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para catalizar el metilestearato a 250 °C y 3 MPa. En cambio, el cobalto soportado en circonia (Co/ZrO<sub>2</sub>) cataliza el palmitato de etilo a hexadecano y pentadecano a 240 °C y 2 MPa.

## 1.2. Óxido de grafeno

El grafito es un material tridimensional constituido por múltiples capas de átomos de carbono con hibridación sp<sup>2</sup>, dispuestos en una red hexagonal con una distancia interatómica aproximada de 1,42 Å. Estas capas presentan una conjugación  $\pi$  extendida y se mantienen unidas entre sí mediante fuerzas de Van der Waals.

Por su parte, el grafeno es un alótropo del carbono derivado del grafito, ampliamente disponible en la naturaleza. Se caracteriza por su estructura bidimensional compuesta por una única capa de átomos de carbono sp<sup>2</sup> organizados en una red hexagonal. Diversas metodologías se han desarrollado para su obtención, incluyendo el crecimiento epitaxial sobre sustratos

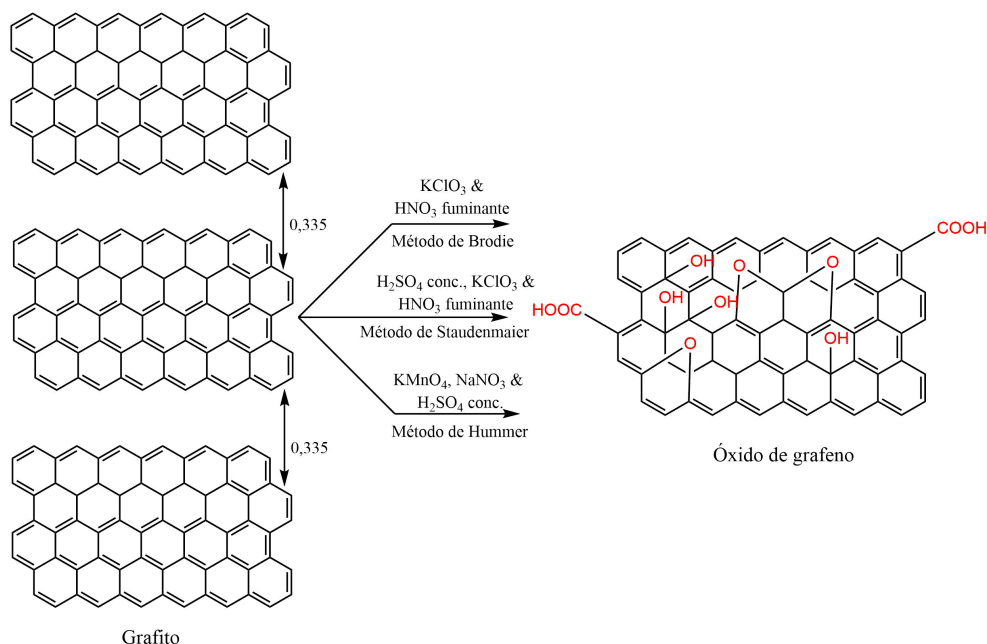
dieléctricos, la deposición química en fase vapor (CVD), la exfoliación micromecánica del grafito, la síntesis solvotérmica y la reducción de óxido de grafeno (GO). Este material presenta propiedades excepcionales en términos mecánicos, eléctricos, térmicos y ópticos.

El óxido de grafeno (GO), por su parte, es un compuesto no estequiométrico cuya estructura se asemeja a la del grafeno, pero incorpora grupos funcionales oxigenados (hidroxilos, epóxidos, carbonilos y carboxilos) distribuidos en su superficie y bordes, lo que modifica sus propiedades electrónicas y químicas (Tamang y cols., 2023). La incorporación de grupos funcionales oxigenados en la estructura del grafito genera un aumento en la distancia interlaminar y mejora su afinidad por medios acuosos, incrementando así su hidrofiliidad. Como consecuencia, las sales formadas a partir del grafito oxidado experimentan hidrólisis, facilitando su deslaminación y posterior dispersión en fase coloidal dentro de un medio acuoso. La estructura del óxido de grafeno (GO) presenta grupos funcionales oxigenados distribuidos tanto sobre la superficie basal como en los bordes de las capas, lo que confiere al material un carácter más aislante en comparación con el grafeno. Una estrategia para mejorar sus propiedades eléctricas consiste en la reducción del GO, proceso mediante el cual se eliminan parcial o totalmente dichos grupos funcionales, permitiendo la restauración parcial de la red  $\pi$  conjugada (Colom, Cañavate, Lis, Sanjuan, y Gil, 2020). Esta reducción puede llevarse a cabo mediante métodos químicos, térmicos o mecánicos.

En la actualidad, la obtención de óxido de grafeno (GO) se basa predominantemente en procesos de oxidación del grafito mediante agentes oxidantes fuertes. Entre los métodos más reconocidos se encuentran los desarrollados por Staudenmaier, Hummers y Tour Figura (3). Particularmente, el método más ampliamente utilizado es el propuesto por Hummers y Ofeman en 1958, el cual consiste en la oxidación del grafito utilizando una mezcla anhidra de ácido sulfúrico concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio (Pei y Cheng,

2012). A lo largo del tiempo, este protocolo ha sido objeto de diversas modificaciones con el fin de optimizar su eficiencia, reducir el impacto ambiental o mejorar las características del GO obtenido.

**Figura 3:** Métodos de oxidación química para la oxidación de GO



*Nota:* Adaptado de (Kandasamy, 2022)

El grafeno es un material bidimensional de carbono con notables propiedades físicas y químicas que encuentra una amplia aplicación en diversas reacciones catalíticas. Entre sus usos se destacan la catálisis en el proceso de oxidación de alcoholes aromáticos (Yu y cols., 2013), la hidrogenación selectiva de enlaces C=C (Nie y cols., 2016), la reducción de nitroaromos (He y cols., 2019), así como la descomposición y el cruce de peróxido de hidrógeno (Lücking, Köser, Jank, y Ritter, 1998). El óxido de grafeno, a su vez, desempeña un papel fundamental como precursor del grafeno y actúa como un soporte crucial para diferentes materiales. Esto se debe a su capacidad para facilitar la dispersión de partículas metálicas

en la superficie del grafeno, gracias a la presencia de grupos funcionales ricos en oxígeno, como hidroxilos, epóxidos y carboxilos. Estos grupos funcionales también promueven una rápida transferencia de electrones, en parte debido a la abundancia de enlaces dobles C-C en la estructura (Su y Loh, 2013). Esta versatilidad del grafeno y su capacidad para mejorar la dispersión de partículas, reducir su tamaño, exponer sitios activos adicionales y aumentar la estabilidad, lo convierten en un material altamente prometedor para su aplicación en reacciones catalíticas, en este caso particular, para catalizar la síntesis de diésel renovable. El óxido de grafeno es un soporte excepcional y su contribución a la selectividad se debe a un conjunto de propiedades químicas intrínsecas que interactúan sinérgicamente con la fase activa (Zhao, Wei, Cheng, y Julson, 2017). En el presente trabajo se espera que el óxido de grafeno reducido (rGO), empleado como soporte, contribuya a incrementar la selectividad de las fases de Ni y Co en la desoxigenación catalítica de ácidos grasos, y esto puede atribuirse a diversas propiedades químicas, entre las cuales se destacan:

1. El rGO presenta una alta superficie específica y una estructura defectuosa con grupos funcionales residuales (como oxígeno y nitrógeno cuando es dopado), que actúan como sitios de anclaje para la dispersión y estabilización de nanopartículas metálicas como Ni y Co. Esto evita la sinterización y mantiene la alta dispersión del metal activo, lo cual es crucial para mantener la actividad y selectividad catalítica.
2. Además, los defectos y funcionalización en el rGO pueden participar directamente en la activación de moléculas reactivas, facilitando la adsorción y transformación de los compuestos de ácido graso durante la desoxigenación.
3. El rGO tiene buena conductividad electrónica, lo que puede favorecer la transferencia

de electrones entre la fase metálica activa y las especies adsorbidas, mejorando la eficiencia catalítica en reacciones de hidrogenación, decarboxilación y descarboxilación.

4. El soporte rGO favorece la formación de fases metálicas pequeñas y bien dispersas de Ni y Co, lo cual es clave para controlar la ruta de reacción y aumentar la selectividad hacia productos específicos, como hidrocarburos saturados o desoxigenados en el proceso catalítico. La interacción entre rGO y los metales Ni y Co puede modificar las propiedades electrónicas de estos últimos, optimizando la activación del hidrógeno y la eliminación de oxígeno en los ácidos grasos, promoviendo rutas selectivas.
5. El rGO puede también actuar como soporte hidrofóbico, lo que puede influir en la adsorción selectiva de reactivos y productos, ayudando a minimizar reacciones laterales que afectan la selectividad.

## 2. Metodología

### 2.1. Preparación del soporte de óxido de grafeno (GO)

Para la síntesis del óxido de grafeno se utilizó la metodología desarrollada por el Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular (LEAM), el cual se basa en el método de Hummers modificado (Hummer modificado). El método se centra en utilizar grafito como material precursor, transformarlo en óxido de grafito y posteriormente en óxido de grafeno en condiciones oxidantes adecuadas. Inicialmente en un vaso de precipitado de 600 mL se adiciona 2,0 g de grafito analítico y 150 mL de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 98%). La mezcla se realiza a 50 °C y 170 rpm de agitación. Posteriormente se adiciona 9,0 g de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ), a razón de 0,5 g cada cinco minutos para evitar un aumento considerable de la temperatura debido a que la reacción es exotérmica. La reacción se lleva a cabo durante 24 horas con el fin de obtener un mayor grado de oxidación del grafito. Una vez pasado este tiempo, se detiene el calentamiento y se adiciona gota a gota 40 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 30% con el fin de reducir el agente oxidante residual y dar fin a la reacción de oxidación, obteniéndose óxido de grafito. Una vez detenida la agitación, se transfiere la mezcla a un vaso de 1000 mL, se adiciona agua desionizada fría hasta completar un volumen de 900 mL y se decanta la solución durante 24 horas a temperatura ambiente. Posteriormente, se descarta el sobrenadante de decantación y el sólido obtenido se distribuye en cantidades iguales en tubos *Falcon* con el fin de realizar lavados con agua destilada, centrifugando a 8500 rpm durante 20 minutos. Al finalizar cada lavado, se recolecta el sobrenadante en un vaso de precipitado y se mide el pH hasta obtener un pH de 5, con el fin de eliminar especies contaminantes remanentes en el sólido. Finalmente, el contenido de cada uno de los tubos se deposita en vasos de precipitado de 1000 mL y se adiciona agua destilada hasta obtener un volumen total

de 900 mL; luego, la solución se lleva a ultrasonido durante una hora a intervalo *ON/OFF* de un segundo en baño frío para evitar el sobrecalentamiento de la dispersión. Mediante este procedimiento se obtiene y purifica el óxido de grafeno en un tamaño laminar nanométrico.

## **2.2. Preparación de catalizadores**

### **2.2.1. Cobalto soportado en óxido de grafeno reducido (Co@rGO)**

Se preparó 50 mL de una solución de GO 1500 ppm y se mezcló con 500 mg de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  con una agitación constante a temperatura ambiente. Posteriormente, se adicionó 37,5 mg de bromuro cetiltrimetil amonio (CTAB) con el fin de proteger la superficie de las nanopartículas de cobalto y reducir la posibilidad de difusión de oxígeno. La agitación continuó durante 3 h y después se adicionó lentamente 5 mL  $\text{NaBH}_4$  (1 M, etanol), manteniendo la agitación 45 min más. Después se realizó lavados en centrífuga (8500 rpm, 10 min) del material con agua destilada y etanol para remover impurezas. Finalmente, el producto fue secado a 250 °C durante 12 h (R. Krishna y cols., 2016).

### **2.2.2. Níquel soportado en óxido de grafeno reducido (Ni@rGO)**

Se preparó 50 mL de una solución de GO 1500 ppm y se adicionó 496 mg de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y la mezcla reaccionó con vibración ultrasónica asistida durante 1 h con pulsos de 10 s. Posteriormente, se adicionó 5 mL de  $\text{NaBH}_4$  (1M, etanol) lentamente y se mantuvo la agitación durante 2 h a temperatura ambiente. Posteriormente se realizaron lavados con agua destilada y etanol al material en centrífuga (8500 rpm, 10 min) con el fin de remover impurezas. Finalmente, el producto fue secado a 100°C durante 12 h (Yao y cols., 2020).

### **2.3. Caracterización de los materiales grafénicos**

Los grupos funcionales principales del GO y los catalizadores fueron determinados utilizando Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) y el equipo empleado fue el FT-IR Nicolet™ iSTM 50 por la técnica de pastilla de KBr. Se utilizó el equipo Horiba Scientific LabRAM HR Evolution Raman Spectrometer para evaluar las bandas características de los materiales por espectroscopía Raman. El microscopio está equipado con un objetivo 50X y el láser de excitación de 532 nm.

Además, se utilizó la técnica espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS) con el fin de estudiar la composición química y el estado electrónico de los elementos que constituyen el GO, Co@rGO y Ni@rGO. El equipo empleado fue XPS surface characterization platform (ISS/UPS, Specs), el cual está equipado con un analizador de energía (PHOIBOS 150 2D-DLD) y una fuente monocromática Al K $\alpha$  X-ray de 100 W (FOCUS 500). Las muestras fueron maceradas y fijadas en los portamuestras con cinta conductora de carbono y luego fueron introducidas a la plataforma a través de la cámara de carga hasta alcanzar una presión de  $1 \times 10^{-7}$  mbar.

### **2.4. Hidrólisis de aceite de palma crudo**

El aceite de palma crudo fue adquirido de Extractoras La Gloria SAS. Inicialmente se mezcló 5,0 g de aceite de palma crudo con una solución etanólica de KOH 1,67 M en una relación 1:5 w/v. La reacción ocurrió durante 90 min con agitación constante de 600 rpm, a 50 °C. Después de la saponificación, el producto fue lavado con una solución acuosa de HCl 2 M y seguidamente con agua destilada hasta obtener un pH de 6 (Silva, Fortes, De Sousa, y Pasa, 2016). La mezcla de ácidos grasos obtenida se centrifugó y luego se secó en el horno a 100°C para eliminar el exceso de agua.

## 2.5. Obtención de diésel renovable

La reacción de desoxigenación se realizó partiendo de diferentes materias primas: ácido palmítico ( $C_{16}H_{32}O_2$ ), ácido esteárico ( $C_{18}H_{36}O_2$ ), ácidos grasos obtenidos de la hidrólisis de aceite de palma crudo (AGP) y ácidos grasos comerciales provenientes de aceite de palma (AGC). Las reacciones se ejecutaron en un reactor *batch* de 500 cm<sup>3</sup> de volumen. El reactor *batch* empleado fue el *Parr Instrument Company*, serie 4540, el cual está acoplado a dos líneas de alimentación ( $H_2$  y  $N_2$ ), una salida de gases, cuenta con un sensor de presión y un controlador de temperatura. La rampa de temperatura se modificó en el controlador *Parr instrument 4848 reactor controller* como se muestra en la Tabla 1.

**Tabla 1:** Rampa de temperatura reacción desoxigenación de ácidos grasos en reactor *batch*.

| Patrón y número de paso (SP) | Temperatura (°C) | Tiempo (min) |
|------------------------------|------------------|--------------|
| SP00                         | 100              | 10           |
| SP01                         | 200              | 10           |
| SP02                         | 300              | 10           |
| SP03                         | 300              | 180          |
| SP04                         | 25               | 30           |

La reacción de desoxigenación de ácidos grasos se realizó al realizar una solución de concentración 2,54 %m/v de ácidos grasos en xileno y luego adicionar a ésta 0,4 g de catalizador. Inicialmente se purga el sistema de reacción con  $N_2$  durante 10 min. Luego al sistema se introduce  $H_2$  hasta llegar a una presión de 9 bar. La reacción ocurrió a 300 °C, 24 bar de presión durante 3 h. Un tiempo prolongado no es aconsejable en lo que respecta a la selectividad de la reacción, los productos sufren reacciones secundarias como craqueo, isomerización, ciclación y dimerización en tiempos de reacción prolongados (Rahmawati y cols., 2023). El producto se filtró bajo gravedad con filtro *Whatman 1* con una tasa de retención de partículas de 11

$\mu\text{m}$ .

## 2.6. Caracterización de diésel renovable

El diésel renovable producido a partir de ácidos grasos fue caracterizado por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) y el equipo empleado fue *Agilent Technologies 7890B GC System*. Se utilizó una columna capilar HP-5 (30 m de longitud, 0,32 mm diámetro interno y 0,25  $\mu\text{m}$  y espesor de película). La temperatura de inyección fue de 300 °C, flujo de 0,3 mL/min y la rampa de temperatura se muestra en la Tabla 2.

**Tabla 2:** Programa de temperatura utilizado en GC-MS.

| Tasa (°C/min) | Temperatura (°C) | Tiempo de retención (min) |
|---------------|------------------|---------------------------|
|               | 60               | 0                         |
| 2             | 80               | 0                         |
| 22            | 250              | 10                        |
| 3             | 300              | 4                         |

### 3. Análisis de resultados y discusión

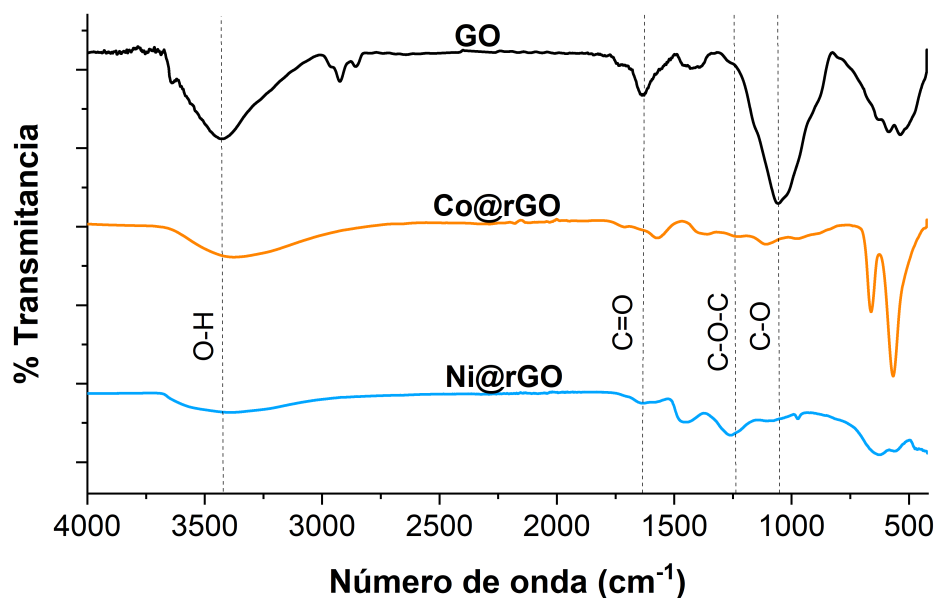
#### 3.1. Caracterización de catalizadores y material grafénico

##### 3.1.1. Espectroscopía infrarroja

Se realizó la identificación de los principales grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno y en los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO. Para esto, se utilizó la técnica de espectroscopía infrarroja, se identificó las principales bandas con sus respectivos modos vibracionales, tal como se muestra en la Tabla 3. La Figura 4 representa el espectro FTIR del óxido de grafeno (negro), Co@rGO (naranja) y Ni@rGO (azul). La banda ancha cercana a  $3422\text{ cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento O-H de las moléculas de agua intercaladas dentro de la misma estructura de óxido de grafeno. La banda en  $1738\text{ cm}^{-1}$  se asigna al grupo carbonilo (C=O) del ácido carboxílico ubicado en el borde de las placas de óxido de grafeno. Además, se identificó la banda en  $1633\text{ cm}^{-1}$  correspondiente al doble enlace C=C de las estructuras aromáticas de la estructura del grafeno. En la región de  $1375$  y  $1225\text{ cm}^{-1}$  se observaron dos bandas correspondientes al grupo C-O-C y en  $1059\text{ cm}^{-1}$  una banda correspondiente a las vibraciones C-O del grupo epoxi. En la región de  $965\text{ cm}^{-1}$  se observó una banda asignada para el estiramiento O-H del ácido carboxílico. Además se observó dos bandas en  $563$  y  $665\text{ cm}^{-1}$  correspondientes al C-H de los anillos aromáticos (Colom y cols., 2020).

Al comparar los espectros infrarrojos de los tres materiales, se observa un cambio significativo en la intensidad de las bandas de los grupos ya mencionados, lo que está relacionado con la disminución de los grupos funcionales oxigenados en la estructura del GO al reducirse. En el espectro IR del GO aparecen dos bandas en  $2930$  y  $2853\text{ cm}^{-1}$ , que corresponden al estiramiento asimétrico y simétrico  $-\text{CH}_2$ ; estas bandas desaparecen en los espectro IR del Ni@rGO y Co@rGO, lo que puede atribuirse al tratamiento de reducción de la síntesis.

**Figura 4:** Espectro FT-IR del óxido de grafeno (negro) y los catalizadores de Co@rGO (naranja) y Ni@rGO (azul).



sis al eliminar o transformar los grupos alquílicos y a la interacción con Co/Ni, ya que los iones/metales se adsorben sobre la superficie del rGO y esta interacción puede modificar el entorno electrónico de C-H y en consecuencia, se reduce el cambio del momento dipolar durante la vibración y atenúa la intensidad IR para hacer indetectable la banda. Además, se observó una disminución significativa en la banda C=O y C-O, relacionado también con el proceso de reducción del GO con  $\text{NaBH}_4$  en la síntesis y a la interacción de los iones metálicos, que pueden acomplejar o enlazarse a oxígenos de la hoja formando quimiadsorción metal-oxígeno (M-O) y reduciendo la intensidad de la banda original (Ioni, Popova, Maksimov, y Kozerzhets, 2023). Para el espectro del catalizador de Co@rGO se observaron dos bandas definidas en la región dactilar, en la región de 680 y 561  $\text{cm}^{-1}$ , correspondientes a las vibraciones del enlace Co(II)-O y Co-O, respectivamente (Malinga y Jarvis, 2020)

(Aboelazm, Ali, y Chong, 2018).

La presencia de bandas atribuibles a enlaces Co–O en el espectro IR de Co@rGO indica que parte del cobalto permanece en estado oxidado (CoO, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> u óxidos superficiales). Esto sugiere que el proceso de reducción no fue completo, quedando especies oxídicas activas pero distintas a la fase metálica Co<sup>0</sup>. En el caso del Ni@rGO, la ausencia (o disminución significativa) de vibraciones Ni–O indica una reducción más efectiva hacia la fase metálica Ni<sup>0</sup>. El Ni metálico suele ser más activo para reacciones de desoxigenación catalítica, porque facilita la ruptura de enlaces C–O y C=O.

**Tabla 3:** Modos vibracionales de los grupos característicos del óxido de grafeno y los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO.

| Modos vibracionales | Grupo funcional                                 | Número de onda (cm <sup>-1</sup> ) |
|---------------------|---|------------------------------------|
| Estiramientos       | C-O-C epóxidos                                  | 1225                               |
|                     | C-O alcóxidos                                   | 1059                               |
|                     | C-OH hidroxilos                                 | 1375                               |
|                     | O-H hidroxilos                                  | 3422                               |
|                     | C=C   | 1633                               |
|                     | C=O carbonilos                                  | 1738                               |
|                     |   | 2856                               |
|                     | C-Hs carbonos sp <sup>2</sup> y sp <sup>3</sup> | 2930                               |
|                     |   | 2960                               |

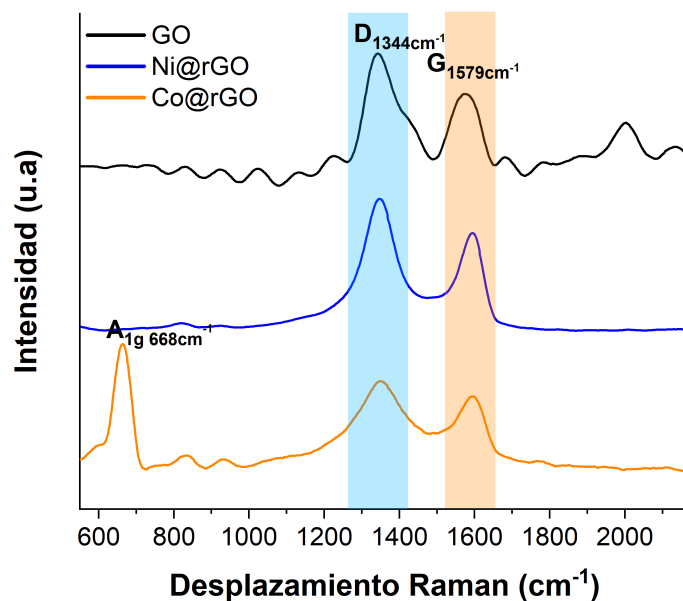
Los materiales grafénicos de Ni@rGO y Co@rGO fueron caracterizados por espectroscopía infrarroja después de ser utilizados para obtener biodiésel renovable (APÉNDICE A). En los espectros se observó un significativo cambio de los materiales antes y después de la reacción. En general, se observó la disminución de la banda en la región de 3400 cm<sup>-1</sup>, correspondiente a los hidroxilos (O-H). Para los espectros del Co@rGO se observó la disminución de las bandas en la huella dactilar, correspondientes a las vibraciones del enlace Co-O, que puede ser atribuida a la interacción del cobalto en la reacción de hidrodeshidrogenación de los

ácidos grasos.

### 3.1.2. Espectroscopía Raman

La Figura 5 muestra el espectro raman del GO (negro), Ni@rGO (azul) y Co@rGO (naranja). La presencia de las banda D y G se evidenciaron en los tres materiales. La banda D, localizada en la región de  $1350\text{ cm}^{-1}$  está asociada a los defectos estructurales, incluyendo huecos, alteraciones de hibridación y efectos de borde. La banda G, ubicada en la región de  $1579\text{ cm}^{-1}$  describe la hibridación  $sp^2$  de los carbonos del grafeno piristino. En el espectro del Co@rGO se observó una banda adicional en la región de  $668\text{ cm}^{-1}$ , atribuida al modo vibracional  $A_{1g}$  característico del  $\text{Co}_3\text{O}_4$ . La presencia de esta fase óxida resulta relevante en la reacción de desoxigenación de ácidos grasos, ya que el  $\text{Co}_3\text{O}_4$  exhibe propiedades redox asociadas a la coexistencia de especies  $\text{Co}^{2+}/\text{Co}^{3+}$ , lo que favorece los procesos de activación y ruptura de enlaces C-O y C=O. La presencia de  $\text{Co}_3\text{O}_4$  soportado promueve la selectividad hacia hidrocarburos mediante rutas de descarboxilación y descarboxilación, incrementando la eficiencia del proceso catalítico, siempre que se mantenga un equilibrio adecuado entre las fases metálicas y óxidas para evitar reacciones secundarias no deseadas (Ding y cols., 2020).

**Figura 5:** Espectro raman del óxido de grafeno (negro) y los catalizadores de Ni@rGO (azul) y Co@rGO (naranja).



**Tabla 4:** Relación  $I_D/I_G$  para el óxido de grafeno y los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO.

| Material | Área de banda D | Área banda G | $I_D/I_G$ |
|----------|-----------------|--------------|-----------|
| GO       | 13075,6         | 7477,4       | 1,74      |
| Ni@rGO   | 13975,9         | 7325,8       | 1,91      |
| Co@rGO   | 13916,2         | 8315,3       | 1,67      |

| Material | Área banda $A_g$ |
|----------|------------------|
| Co@rGO   | 7154,9           |

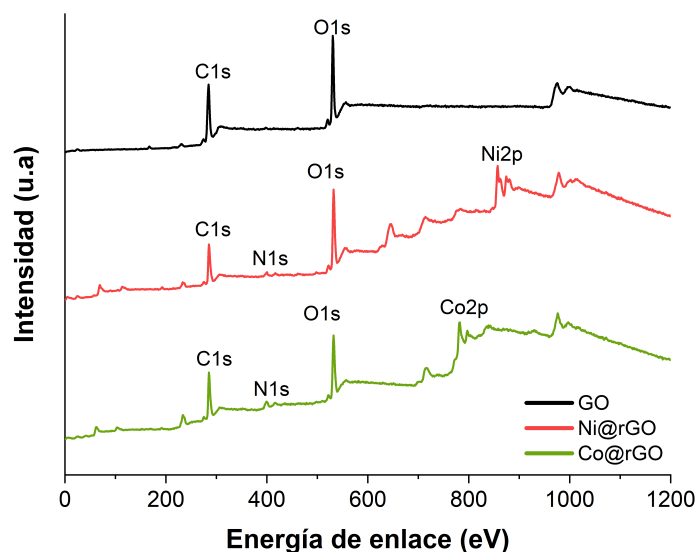
La relación  $I_D/I_G$  se describe como la relación de la intensidad de los picos y estima el nivel de desorden de la estructura de grafeno. En la Tabla 4 se encuentra descrita esta relación para los materiales y se puede observar que los catalizadores tienen  $I_D/I_G$  mayor que

1,0, demostrando los defectos y desorden en la estructura grafénica al encontrarse reducida. Los espectros Raman muestran cambios en la razón  $I_D/I_G$  tras la incorporación de metales: Ni@rGO presenta la mayor relación (1,91) mientras que Co@rGO muestran un valor ligeramente inferior al de GO (1,67). El incremento observado en Ni@rGO sugiere una mayor perturbación estructural de la red  $sp^2$  (mayor densidad de defectos o dominios cristalinos más pequeños) asociada con la deposición/nucleación de Ni y/o proceso de reducción empleado. Sin embargo, la sola variación de  $I_D/I_G$  no garantiza que la diferencia sea debida únicamente a la cantidad de metal adsorbido, ya que la reducción química, la transferencia de carga (doping) y efectos de cobertura física pueden afectar las intensidades Raman (Das, Ibrahim, Chakraborty, Ghosh, y Pal, 2024). Para confirmar la relación entre  $I_D/I_G$  y la carga metálica se requiere correlacionar estos resultados con mediciones cuantitativas de carga (ICP-OES) y la caracterización morfológica (TEM/EDS).

### **3.1.3. Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS)**

Con el fin de estudiar la composición química nominal y el comportamiento del níquel y cobalto en la superficie de las láminas de óxido de grafeno, se utilizó la técnica XPS. La presencia de carbono, oxígeno, níquel y cobalto pudo observarse en los espectros de sondeo de los materiales de la Figura 6 y los estados electrónicos de los componentes de los elementos C 1s, O 1s, Ni 2p y Co 2p en la Figura 8 y 9. Los picos de energía de enlace y los componentes al cual pertenecen se muestran en la Tabla 5.

**Figura 6:** Espectro XPS del óxido de grafeno (negro) y los catalizadores de Ni@rGO (rojo) y Co@rGO (verde).



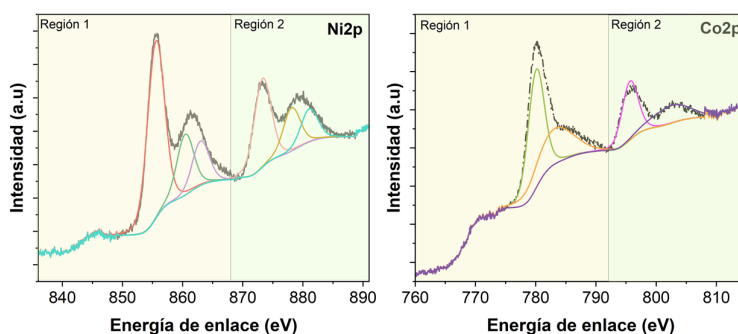
La calibración de la escala de energías de enlace se realizó tomando como referencia la señal del carbono adventicio C–(C,H) a 284,8 eV, lo que permitió garantizar la correcta alineación de los espectros. El tratamiento de los datos se efectuó en el programa CasaXPS (Casa Software Ltd.), con apoyo de la librería *SPECS Prodigy* para la determinación de los factores relativos de sensibilidad (R.S.F.). Los espectros de alta resolución fueron ajustados aplicando una línea base tipo *Shirley*, lo que facilitó la deconvolución y análisis de las contribuciones presentes. Los valores de R.S.F. empleados fueron C 1s (1,0), O 1s (2,77), Co (16,92) y Ni (22,18).

El análisis de los espectros XPS de alta resolución en las regiones C 1s y O 1s permite evidenciar las diferencias estructurales y químicas entre el óxido de grafeno (GO) y los materiales grafénicos funcionalizados con níquel y cobalto, denominados Ni@rGO y Co@rGO,

respectivamente. En las Figuras 8a, 8b y 8c se presentan los espectros de alta resolución C 1s del GO, Ni@rGO y Co@rGO. Para estos sistemas se identificaron las especies características: C–C con una energía de enlace de 282,51 eV, C–O en 284,69 eV y C=O, atribuible a grupos funcionales carboxilo y éster, en 286,42 eV. Durante el ajuste de los espectros se consideró el mismo ancho de línea (FWHM = 1,94 eV) para todos los componentes de C 1s.

Las Figuras 8d, 8e y 8f muestran los espectros de alta resolución O 1s correspondientes al GO, Ni@rGO y Co@rGO, respectivamente. En el caso del GO, se identificaron contribuciones asociadas a grupos carboxilo (530,57 eV) y éster (533,50 eV), así como señales de C=O (531,61 eV) y C–OH (532,45 eV), en concordancia con lo reportado en la literatura (Al-Gaashani, Najjar, Zakaria, Mansour, y Atieh, 2019). Para el espectro O 1s del Ni@rGO se observaron principalmente las especies C–O (530,48 eV) y C=O (532,04 eV), con un FWHM de 2,31 eV. Finalmente, el espectro O 1s del Co@rGO (Figura 8f) reveló tres componentes principales: un pico intenso en 530,8 eV, atribuido a la fase dominante  $\alpha$ -Co(OH)<sub>2</sub>, acompañado de dos señales adicionales que sugieren la presencia de enlaces Co–O (529,4 eV) y O–H (532,5 eV), este último relacionado con especies de agua adsorbida (Xu, Liu, Chen, Song, y Wang, 2017).

**Figura 7:** Región Ni 2p y Co 2p y descomposición empleando dos regiones para modelar el *background*. Las muestras son Ni@rGO y Co@rGO, respectivamente.

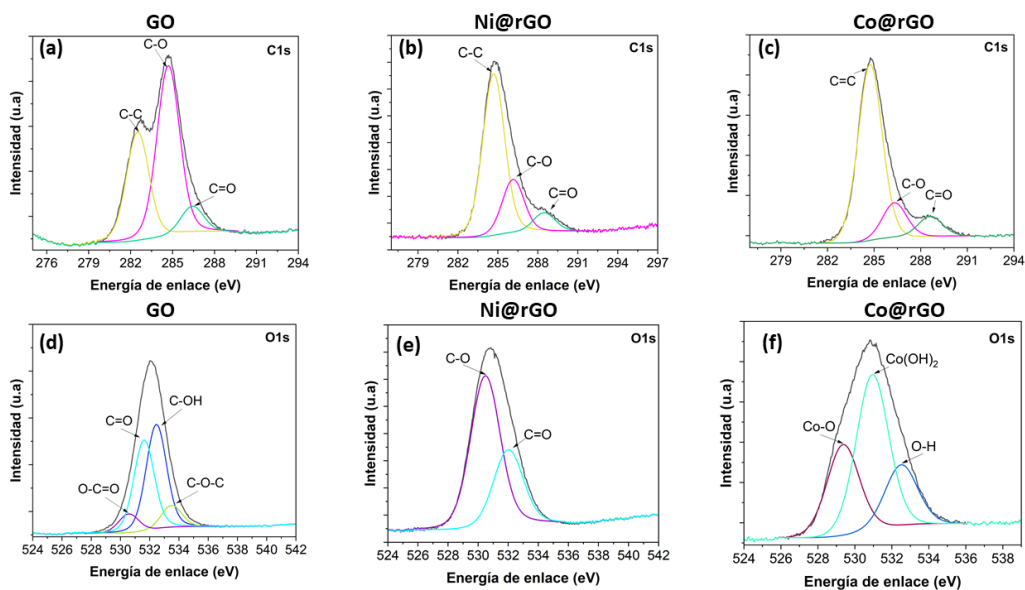


Para el análisis de los espectros de alta resolución Ni 2p y Co 2p (Figura 9) se emplearon dos regiones para el modelado del *background*, como se muestra en la Figura 7, garantizando así un ajuste confiable de la señal espectral. Se verificó que la relación de áreas entre las señales Ni 2p<sub>3/2</sub> y Ni 2p<sub>1/2</sub> se conserva, lo que confirma la coherencia entre los componentes ajustados y los picos experimentales. En este espectro se identificaron picos principales en 855,5 eV y 873,3 eV, correspondientes a las energías de enlace de Ni 2p<sub>3/2</sub> y Ni 2p<sub>1/2</sub>, respectivamente, asociados a la presencia de níquel metálico. Adicionalmente, se observaron picos en 860,4 eV y 878,1 eV, atribuibles a especies oxidativas de níquel, posiblemente generadas por procesos de oxidación parcial durante las etapas de lavado (Li, Cao, y Jia, 2018).

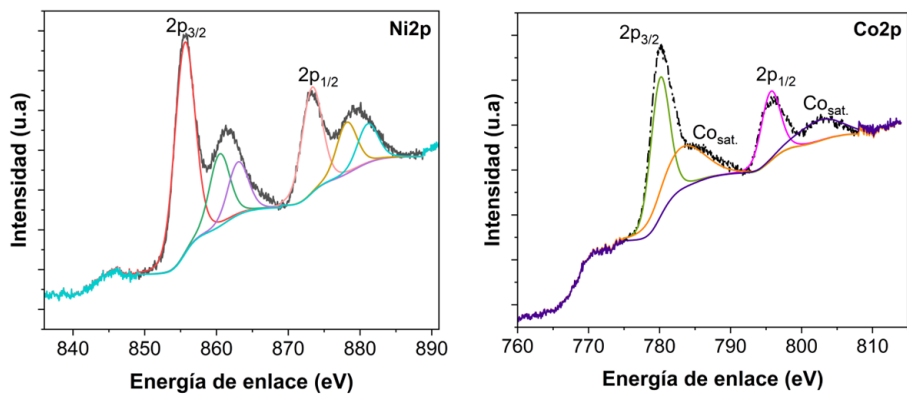
Por otra parte, el espectro de alta resolución Co 2p del material Co@rGO reveló dos picos dominantes en 780,4 eV y 795,9 eV, correspondientes a las señales Co 2p<sub>3/2</sub> y Co 2p<sub>1/2</sub>. Estos valores son característicos de la fase espinela  $\alpha$ -Co(OH)<sub>2</sub>, lo que confirma la incorporación de cobalto en forma de hidróxido dentro de la matriz gráfenica (Xu y cols., 2017).

La disminución de señales oxigenadas (C–O, C=O) y el aumento relativo de la contribución gráfenica (C–C, C=C) confirman la reducción efectiva del GO al rGO durante la incorporación de Ni y Co. Los metales actúan no solo como centros catalíticos, sino que además estabilizan la red gráfenica reducida mediante interacciones metal–soporte (Dreyer, Park, Bielawski, y Ruoff, 2010).

**Figura 8:** Espectro de alta resolución XPS región C 1s y O 1s del GO, Ni@rGO y Co@rGO. Descomposición empleando una región con línea base Shirley.



**Figura 9:** Espectro de alta resolución XPS región Ni 2p y Co 2p del Ni@rGO y Co@rGO. Descomposición empleando dos regiones con línea base Shirley.



**Tabla 5:** Análisis composicional XPS del óxido de grafeno y los catalizadores de Ni@rGO y Co@rGO.

| Material          | Deconvolución | Componente          | Posición | %At. Conc. |
|-------------------|---------------|---------------------|----------|------------|
| GO                | C1s           | C-C                 | 282,51   | 55,83      |
|                   |               | C-O                 | 284,69   | 35,64      |
|                   |               | C=O                 | 286,42   | 8,53       |
|                   | O1s           | O-C=O               | 530,57   | 7,99       |
|                   |               | C=O                 | 531,61   | 38,55      |
|                   |               | C-OH                | 532,45   | 44,21      |
|                   |               | C-O-C               | 533,50   | 9,26       |
| Ni@rGO            | C1s           | C-C                 | 284,68   | 69,17      |
|                   |               | C-O                 | 288,48   | 22,79      |
|                   |               | C=O                 | 286,14   | 8,05       |
|                   | O1s           | C-O                 | 530,48   | 67,06      |
|                   |               | C=O                 | 532,01   | 32,94      |
|                   | Ni2p          | 2p <sub>3/2</sub>   | 855,57   | 40,10      |
| 2p <sub>1/2</sub> |               | 873,30              | 19,61    |            |
| Co@rGO            | C1s           | C-C                 | 284,74   | 76,40      |
|                   |               | C-O                 | 286,31   | 14,94      |
|                   |               | C=O                 | 288,61   | 8,66       |
|                   | O1s           | Co-O                | 529,37   | 29,66      |
|                   |               | Co(OH) <sub>2</sub> | 530,94   | 50,67      |
|                   |               | O-H                 | 532,51   | 19,68      |
|                   | Co 2p         | 2p <sub>3/2</sub>   | 780,06   | 39,45      |
| 2p <sub>1/2</sub> |               | 795,65              | 19,32    |            |

La relación entre las intensidades de los picos correspondientes a los elementos carbono y oxígeno (C/O) se presenta en la Tabla 6. La relación C/O indica la relación de átomos de carbono y oxígeno en la superficie del material grafénico. De acuerdo con los datos presentados en la Tabla 6, el catalizador Co@rGO exhibe un mayor grado de oxidación en comparación con el catalizador Ni@rGO.

**Tabla 6:** Relación de intensidades de C/O del GO, Co@rGO, Ni@rGO

| <b>Muestra</b> | <b>C/O</b> |
|----------------|------------|
| GO             | 2,19       |
| Co@rGO         | 1,95       |
| Ni@rGO         | 1,43       |

La relación de C/O superficial de la Tabla 6 se pueden relacionar con las deconvoluciones de la Figura 8 de C 1s y O 1s. Al incorporar Ni y Co se observa un incremento relativo de la banda grafítica (C-C/C=C) y, simultáneamente, una disminución de las contribuciones ligadas a C-O y C=O en C 1s; no obstante, la señal total de O aumenta en las muestras metálicas por la aparición de componentes en O 1s asignable a especies metal-oxígeno. el Co@rGO presenta componentes compatibles con Co-O/Co(OH)<sub>2</sub> y pico O-H/Co-O-C, lo que puede considerar un material en estado mixto (Co<sup>0</sup>/CoOx), lo que puede favorecer la HDO, ya que los sitios metálicos reducidos pueden activar H<sub>2</sub>, mientras que las fracciones oxidadas/ácidas (CoOx, grupos O del soporte) favorecen la adsorción y activación del grupo carboxílico, facilitando tanto HDO como descarboxilación. En el caso del Ni@rGO (C/O más bajo) es probable que coexistan sitios de Ni oxidado que podrían limitar la actividad de HDO vía H<sub>2</sub>; sin embargo, estos mismos sitios oxidados y los grupos oxigenados del soporte pueden mejorar la adsorción del ácido y favorecer rutas de desoxigenación sin hidrógeno.

### 3.1.4. Espectroscopía electrónica de barrido (SEM)

Se analizó la morfología de los catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO utilizando la técnica SEM. En la Figura 10 se presentan las micrografías SEM del material grafénico de Co@rGO, las imágenes a bajo aumento (3000x y 4000x, posición superior izquierda e inferior izquierda) muestran una alta dispersión de agregados globulares, correspondientes principalmente a partículas de Co depositadas sobre superficies laminares, atribuidas al soporte de rGO. Se aprecia que las láminas de rGO se encuentran parcialmente cubiertas por las partículas de cobalto, manteniendo la estructura ondulada y flexible característica del grafeno reducido (R. Krishna y cols., 2016).

Las micrografías SEM del material grafénico de Ni@rGO están representadas en la Figura 11. Las imágenes en la fila superior muestran el material a aumentos intermedios (8000x,) donde se aprecia una estructura heterogénea, con partículas de tamaño variable, típicamente en el orden de 5-10  $\mu\text{m}$ , distribuidas sobre una matriz con apariencia laminar, típica del óxido de grafeno reducido. En la imagen superior derecha y la inferior izquierda (8000x y 15000x), se observa que las partículas de níquel (Ni) presentan una morfología irregular, con superficie rugosa y bordes no definidos, lo que sugiere una deposición no uniforme sobre el soporte rGO (Yao y cols., 2020). El tamaño de las partículas varía, pero se mantienen agregados de menos de 10  $\mu\text{m}$  y subunidades menores dentro de cada agregado, lo que facilita una alta área superficial específica y potencialmente una buena exposición catalítica del material activo. La imagen inferior derecha (30000x) revela la textura superficial del soporte rGO tras la inserción de Ni, mostrando una superficie altamente rugosa y con abundantes microfracturas y pliegues. Esto indica una buena interacción entre el metal y el óxido de grafeno reducido, ofreciendo sitios activos para la catálisis.

Figura 10: Micrografía SEM de Co@rGO.

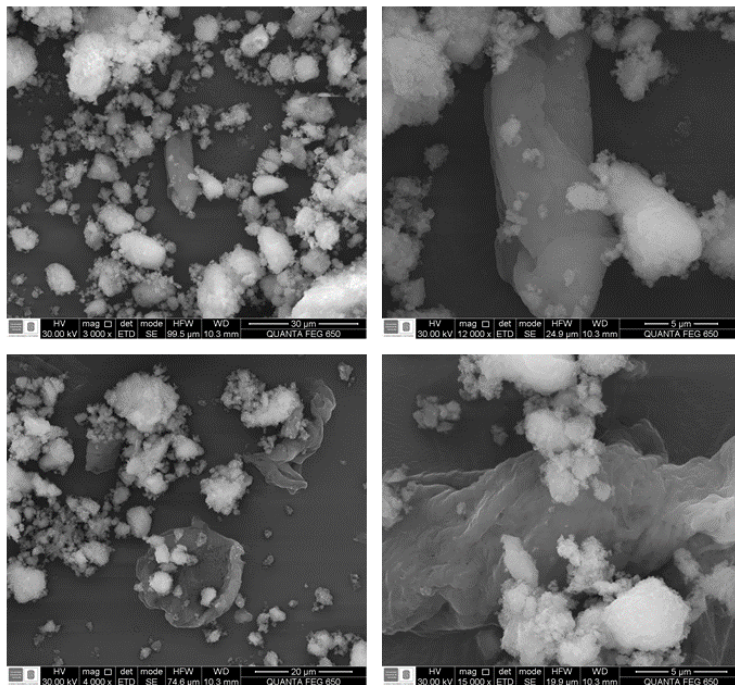


Figura 11: Micrografía SEM de Ni@rGO.

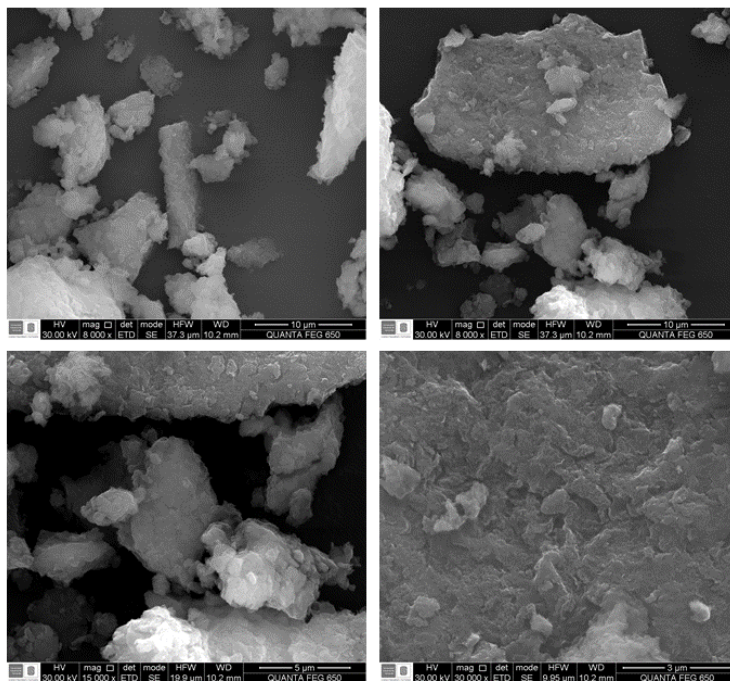
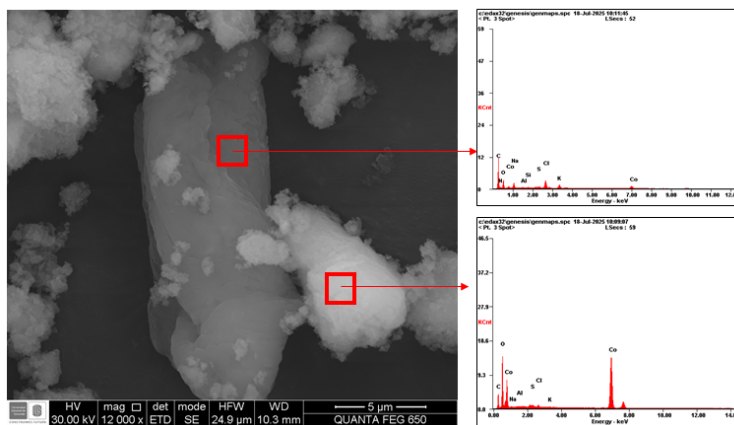
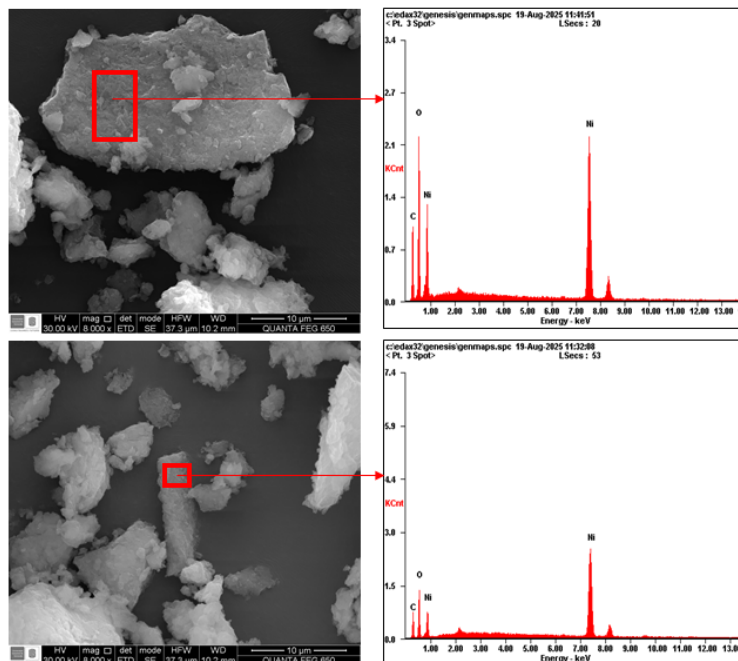


Figura 12: Análisis puntual EDS de material grafénico Co@rGO



**Figura 13:** Análisis puntual EDS de material grafénico Ni@rGO



El análisis puntual EDS de la micrografía de Co@rGO (Figura 12) muestra la distribución heterogénea del Co, se evidencian regiones con alto contenido de metal y otras donde predomina el soporte carbonoso. La presencia de picos altos de C y O con bajo Co corresponde al rGO, reflejando que el soporte se mantiene estructuralmente, mientras que las zonas de alto Co evidencian acumulación superficial del metal. Los elementos menores (Cl, K, S) pueden deberse a reactivos usados en la síntesis y preparación del material, pero en bajas concentraciones.

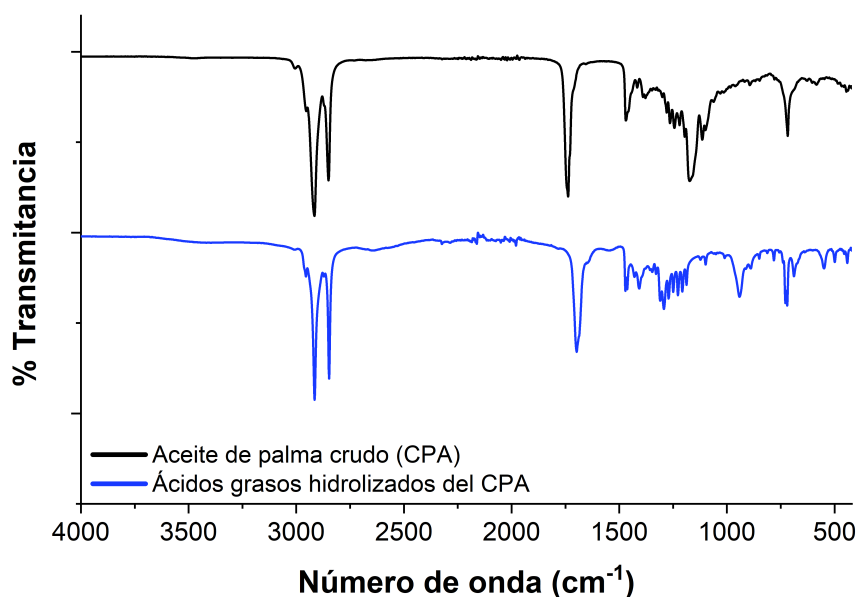
Asimismo, en el análisis puntual EDS de la micrografía de Ni@rGO (Figura 13) demostró la distribución del Ni es heterogénea, con zonas de alto contenido (agregados) y otras donde está más disperso sobre el rGO. La presencia simultánea de Ni, C y O valida que el proceso de síntesis permitió la obtención de Ni@rGO con buen acoplamiento y dispersión. El hecho

de encontrar oxígeno en ambos puntos sugiere que puede estar presente tanto en la estructura del rGO como en posibles óxidos superficiales de Ni, lo cual podría influir en la actividad catalítica y en la interacción metal-soporte.

### **3.2. Caracterización de ácidos grasos**

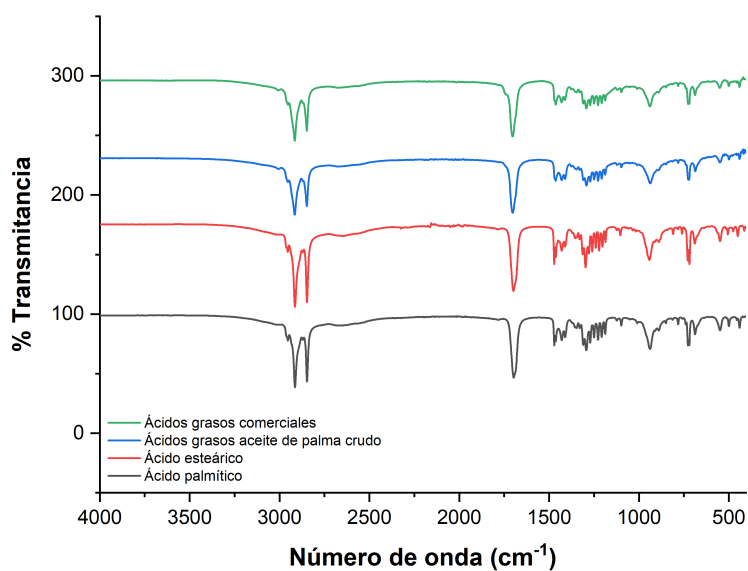
Una vez caracterizados los catalizadores por las diferentes técnicas espectroscópicas ya mencionadas, se realizó la hidrólisis del aceite de palma crudo para obtener una mezcla de ácidos grasos, la cual se utilizó como reactivo de partida en el proceso de obtención de biodiésel verde. Se midió el espectro FT-IR del aceite de palma crudo y los ácidos grasos obtenidos después de la hidrólisis del aceite (Figura 14). En el espectro se observó dos bandas fuertes cerca de  $2916$  y  $2850\text{ cm}^{-1}$  que corresponden a las bandas de estiramiento simétrico y asimétrico  $\text{CH}_2$ , y en la misma región se observó un hombro en  $2953\text{ cm}^{-1}$  que corresponde al estiramiento vibracional asimétrico  $\text{CH}_3$ . La banda en  $1697$  (ácidos grasos) y  $1736$  (CPA)  $\text{cm}^{-1}$  se asignó al estiramiento del carbonilo del ácido carboxílico, como los hombros en  $1644$  y  $1707\text{ cm}^{-1}$  alusivos al enlace  $\text{C}=\text{C}$  (Albuquerque, Guedes, Alcantara, y Moreira, 2003). Las bandas estrechas, llamadas bandas de progresión, se observaron en la región  $1294$  y  $1013\text{ cm}^{-1}$ , las cuales son concurrentes en los espectros de ácidos grasos. La banda ancha a  $1175\text{ cm}^{-1}$  en CPA es sustituida en el espectro de los ácidos grasos por un grupo de bandas débiles a  $1187$  y  $1310\text{ cm}^{-1}$ , este modo corresponde al estiramiento  $\text{C}=\text{C}-\text{C}-\text{O}$ . Asimismo, la banda en  $716\text{ cm}^{-1}$  se observa en ambos espectros y se asigna al modo de balanceo  $\text{CH}_2$  (El-Lateef, 2013). Estos resultados demuestran que se formó una mezcla de ácidos grasos durante la hidrólisis del aceite de palma crudo.

**Figura 14:** Espectro FT-IR comparativo entre el aceite de palma crudo (negro) y aceite de palma hidrolizado (azul).



Además, se analizó los espectros FT-IR de los reactivos de partida (Figura 15): ácido palmítico, ácido esteárico, ácidos grasos de aceite de palma crudo y ácidos grasos comerciales. En el espectro FT-IR se pudo observar las bandas características de estos compuestos (Y. Krishna, Saidur, Aslfattahi, Fauzan, y Ng, 2020), como el estiramiento simétrico  $\text{-CH}_3$  y  $\text{-CH}_2$  en las bandas  $2917$  y  $1847\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente. La vibración de estiramiento  $\text{-C=O}$  en  $1705\text{ cm}^{-1}$ . En la región de  $1470\text{ cm}^{-1}$  se refleja la vibración deformación de  $\text{-CH}_3$  y  $\text{-CH}_2$ . Además, se encuentran las bandas fuera y dentro del plano ( $939$  y  $1295\text{ cm}^{-1}$ ) correspondientes a la vibración del grupo  $\text{-OH}$ . Finalmente, se encontraron las bandas de vibraciones oscilantes del grupo  $\text{-OH}$  en  $728$  y  $689\text{ cm}^{-1}$ .

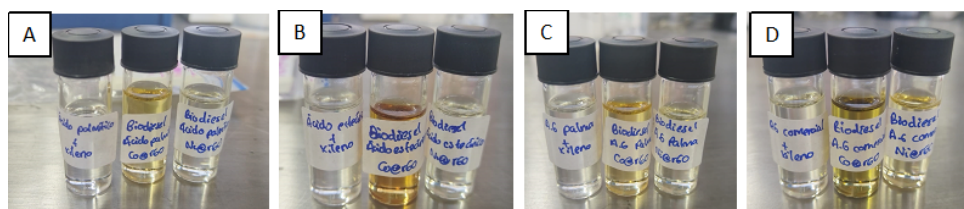
**Figura 15:** Espectro FT-IR comparativo de las diferentes ácidos grasos utilizados: ácido palmítico (negro), ácido esteárico (rojo), ácidos grasos de aceite de palma crudo (azul) y ácidos grasos comerciales (verde).



### 3.3. Caracterización de biodiésel renovable

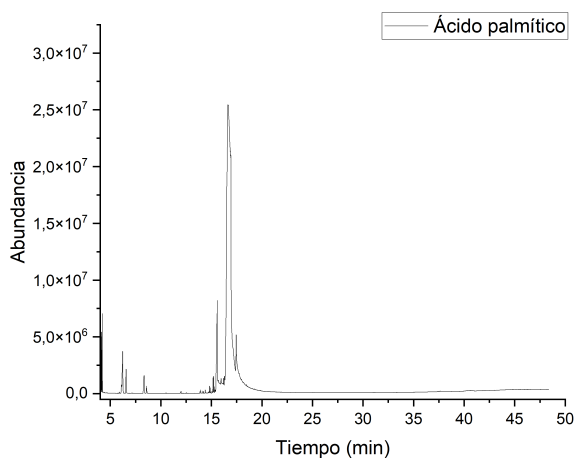
Los productos líquidos obtenidos después de la reacción de desoxigenación de los ácidos grasos se identifican en la Figura 16. De izquierda a derecha está representado cada ácido grasos o mezcla de ácidos grasos en xileno, luego el biodiésel obtenido al utilizar como catalizador el Co@rGO y finalmente el producto obtenido al utilizar como catalizador el Ni@rGO.

**Figura 16:** Producto líquido obtenido después de la desoxigenación de A. Ácido palmítico, B. Ácido esteárico, C. Ácidos grasos de aceite de palma crudo y D. Ácidos grasos comerciales de aceite de palma.

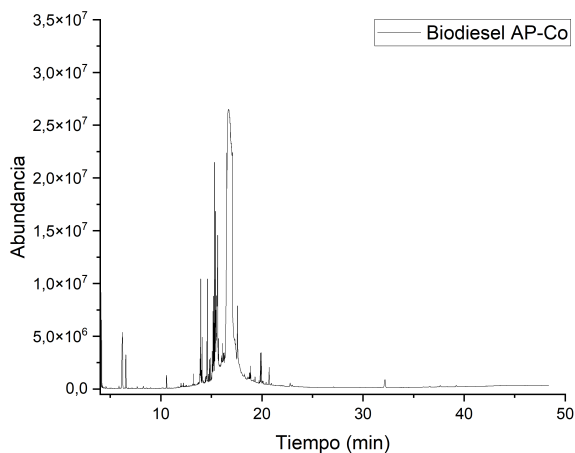


Los productos mencionados anteriormente fueron caracterizados utilizando la técnica cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas (GC-MS). La Figura 17 representa el perfil cromatográfico del ácido palmítico (AP), en donde sobresalen dos picos representativos correspondientes al ácido hexadecanoico ( $t_R=16,766$  min) y ácido octadecanoico ( $t_R=17,510$  min). La Figura 18 muestra el perfil cromatográfico del biodiésel obtenido a partir de ácido palmítico, empleando como catalizador Co@rGO. En el análisis se identificó la formación de dodecano ( $C_{12}H_{26}$ ,  $t_R = 10,557$  min), lo cual indica la generación de un hidrocarburo alifático saturado como producto de la descarboxilación del ácido palmítico, acompañada por la ruptura de enlaces C-C que conduce a la formación de cadenas más cortas. Al comparar estos resultados con los obtenidos para el biodiésel producido a partir de la misma materia prima, utilizando Ni@rGO como catalizador (Figura 19), se identificaron dodecano, tridecano y nonadecano como productos principales. Estos hallazgos sugieren que, además de la descarboxilación del ácido graso, ocurre una ruptura de enlaces C-C seguida de reacciones de acoplamiento con fragmentos de cadena corta, lo que da lugar a la formación de hidrocarburos de mayor longitud, como el nonadecano.

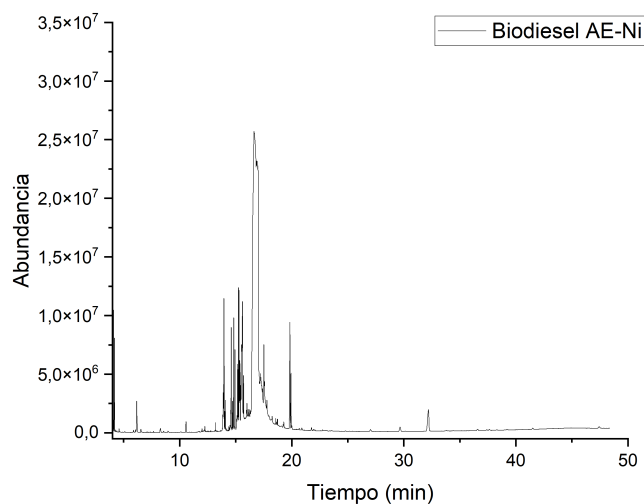
**Figura 17:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del ácido palmítico en xileno. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 7.



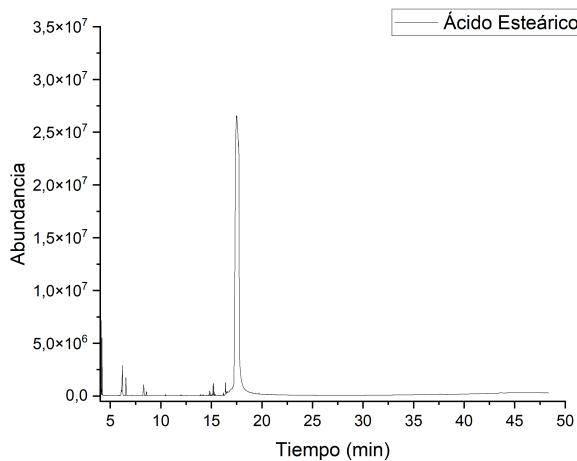
**Figura 18:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido palmítico y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 7.



**Figura 19:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido palmítico y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5 (30 m). Veáse la identificación de los picos en la Tabla 7.



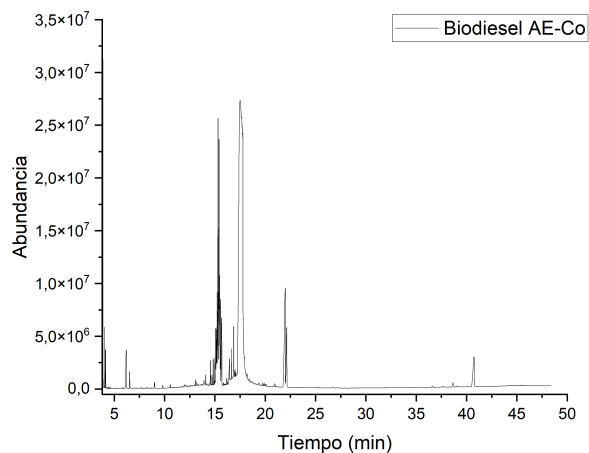
**Figura 20:** Perfil cromatográfico del ácido esteárico en xileno. Columna HP-5 (30 m). Veáse la identificación de los picos en la Tabla 8.



**Tabla 7:** Caracterización por GC/MS del ácido palmítico y biodiésel renovable a partir de ácido palmítico, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO.

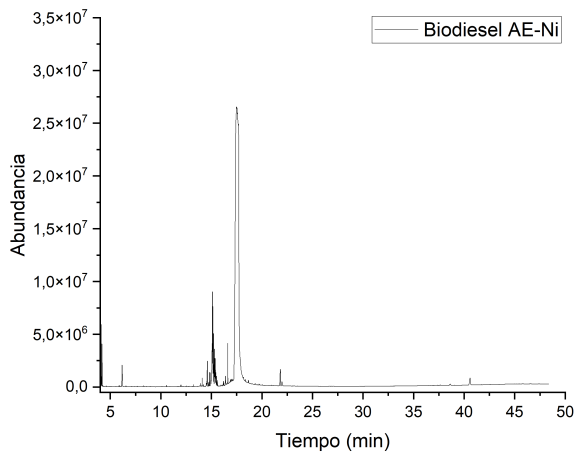
| Compuesto                                      | Fórmula  | t <sub>R</sub> | Área      | % Área relativa | Muestra                |
|--|--|----------------|-----------|-----------------|------------------------|
| 2-metil-benzaldehído                           | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O                | 6,159          | 2585690   | 0,3266          | <b>Ácido palmítico</b> |
| 4-metil-benzaldehído                           | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O                | 6,577          | 5201335   | 0,6571          |                        |
| 3-metilbencilalcohol                           | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O               | 8,327          | 7720197   | 0,9753          |                        |
| Alcohol 2-metilbencílico                       | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O               | 8,637          | 2103621   | 0,2657          |                        |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,543         | 45301769  | 5,723           |                        |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,766         | 696337010 | 87,97           | <b>Biodiesel AP-Co</b> |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,510         | 32245597  | 4,074           |                        |
| <b>Dodecano</b>                                | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>                | 10,557         | 3121115   | 0,3143          |                        |
| 2-metil-hexadecanol                            | C <sub>17</sub> H <sub>36</sub> O              | 13,964         | 24015083  | 2,418           |                        |
| 1,4-dimetil-2-(4-metilbencil)benzeno           | C <sub>16</sub> H <sub>18</sub>                | 15,388         | 28168764  | 2,836           |                        |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,574         | 11253394  | 1,133           |                        |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,766         | 882747393 | 88,90           |                        |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,603         | 33397126  | 3,363           |                        |
| 1-(2,3-dimetilfenil) etanona                   | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O              | 20,715         | 4626009   | 0,4658          |                        |
| Hexadeciléster ácido hexadecanoico             | C <sub>32</sub> H <sub>64</sub> O <sub>2</sub> | 32,159         | 5612766   | 0,5652          |                        |
| <b>Dodecano</b>                                | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>                | 10,557         | 2346645   | 0,3837          | <b>Biodiesel AP-Ni</b> |
| 2,6,10-trimetil tetradecano                    | C <sub>17</sub> H <sub>36</sub>                | 11,997         | 972021    | 0,1589          |                        |
| <b>Tridecano</b>                               | C <sub>13</sub> H <sub>28</sub>                | 12,245         | 1425586   | 0,2331          |                        |
| <b>Nonadecano</b>                              | C <sub>19</sub> H <sub>40</sub>                | 13,933         | 32828177  | 5,368           |                        |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,512         | 56248162  | 9,198           |                        |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,735         | 453806245 | 74,21           |                        |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,572         | 23277062  | 3,806           |                        |
| Isobutil 3,5-dimetilfeniléster ácido carbónico | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> | 19,832         | 25548798  | 4,178           |                        |
| Hexadeciléster ácido hexadecanoico             | C <sub>32</sub> H <sub>64</sub> O <sub>2</sub> | 32,159         | 15011190  | 2,454           |                        |

**Figura 21:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido esteárico y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 8.



La Figura 20 presenta el perfil cromatográfico del ácido esteárico, en el cual se observa un pico característico con un tiempo de retención de  $t_R = 17,603$  min, correspondiente al ácido octadecanoico. No obstante, en los perfiles cromatográficos mostrados en las Figuras 21 y 22, no se evidenció la conversión del ácido graso a hidrocarburos alifáticos. Por el contrario, se identificaron compuestos como aldehídos y ésteres, además de la permanencia de ácidos grasos sin transformar en el producto final.

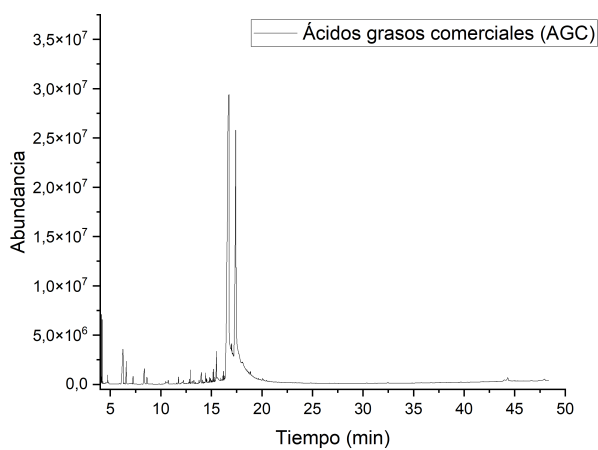
**Figura 22:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácido esteárico y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 8.



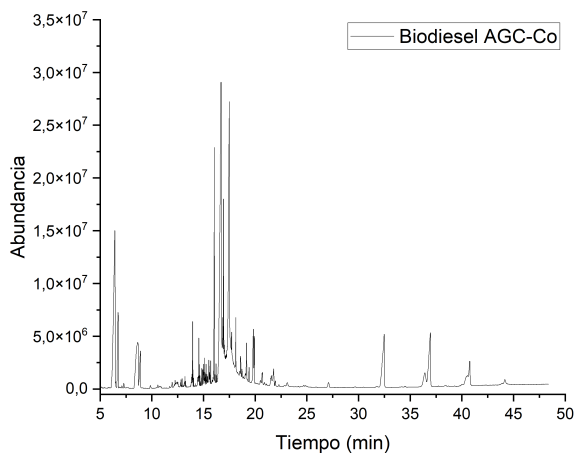
**Tabla 8:** Caracterización por GC/MS del ácido esteárico y biodiésel renovable a partir de ácido esteárico, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO.

| Compuesto                                      | Fórmula  | t <sub>R</sub> | Área      | % Área relativa | Muestra                |
|--|--|----------------|-----------|-----------------|------------------------|
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,603         | 677359920 | 97,50           | Ácido esteárico        |
| 1,4-dimetil-2-(4-metilbencil)benzeno           | C <sub>16</sub> H <sub>18</sub>                | 15,388         | 48541229  | 6,045           |                        |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,441         | 9102449   | 1,133           |                        |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 16,643         | 4550479   | 0,5667          | <b>Biodiesel AE-Co</b> |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,89          | 7441356   | 0,9268          |                        |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,51          | 706375347 | 87,98           |                        |
| Ácido octadecanoico octadecil éster            | C <sub>36</sub> H <sub>72</sub> O <sub>2</sub> | 40,691         | 26857850  | 3,345           |                        |
| 2-metil-E-7-hexadeceno                         | C <sub>17</sub> H <sub>34</sub>                | 15,125         | 31981970  | 4,769           |                        |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,41          | 2782873   | 0,4150          |                        |
| Octadecanal                                    | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O              | 16,643         | 4545122   | 0,6778          |                        |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,572         | 619130411 | 92,33           | <b>Biodiesel AE-Ni</b> |
| Isobutil 3,5-dimetilfeniléster ácido carbónico | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> | 21,815         | 5668141   | 0,8453          |                        |
| 2-metilbencil nonil ester ácido sebácico       | C <sub>27</sub> H <sub>44</sub> O <sub>4</sub> | 21,97          | 1962699   | 0,2927          |                        |
| Ácido octadecanoico octadecil éster            | C <sub>36</sub> H <sub>72</sub> O <sub>2</sub> | 40,598         | 4432409   | 0,6610          |                        |

**Figura 23:** Perfil cromatográfico ácidos grasos comerciales en xileno. Columna HP-5 (30m).  
 Véase la identificación de los picos en la Tabla 9.

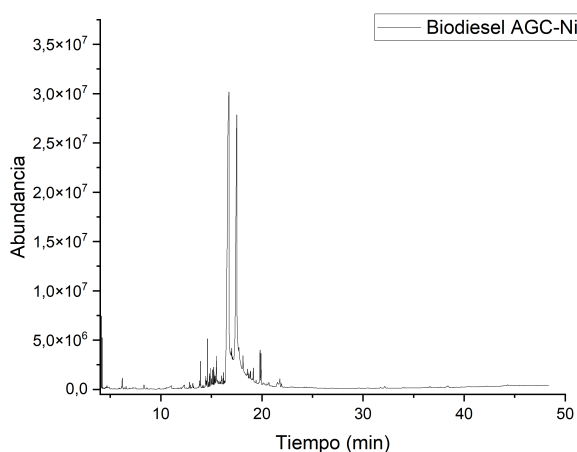


**Figura 24:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácidos grasos comerciales y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5 (30m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9.



La Figura 23 presenta el perfil cromatográfico de la mezcla de ácidos grasos comerciales de aceite de palma, en el cual se identificaron ácidos grasos como ácido dodecanoico, ácido tetradecanoico, ácido hexadecanoico y ácido oleico. Al analizar el perfil cromatográfico del biodiésel obtenido a partir de la mezcla de ácidos grasos comerciales y catalizador por el Co@rGO de la Figura 24, se observó entre sus productos, la presencia de pentadecano y nonadecano. En la Figura 25 está representado el perfil cromatográfico del biodiésel obtenido a partir de la mezcla de los ácidos grasos comerciales y catalizado por el Ni@rGO, en donde se identificó como producto el compuesto pentadecano. En ambos productos se identificaron adicionalmente compuestos formados por enlaces éster con cadenas alifáticas largas (Tabla 9).

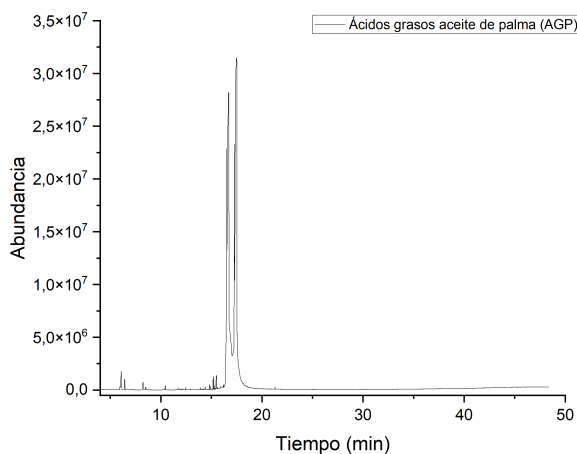
**Figura 25:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácidos grasos comerciales y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5 (30m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9.



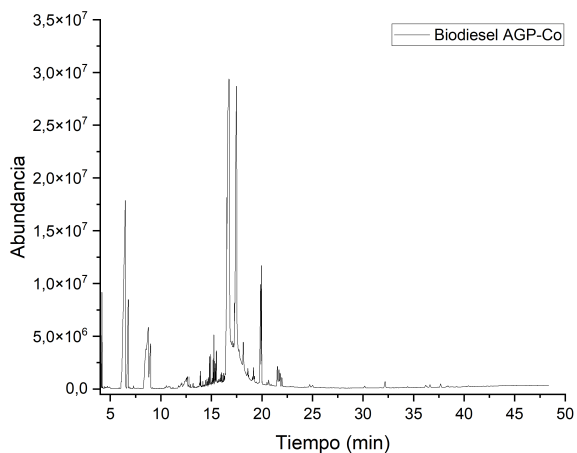
**Tabla 9:** Caracterización por GC/MS de la mezcla de ácidos grasos comerciales y biodiésel renovable a partir de dicha mezcla, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO.

| Compuesto                                      | Fórmula  | t <sub>R</sub> | Área      | % Área relativa | Muestra                 |
|--|--|----------------|-----------|-----------------|-------------------------|
| Ácido dodecanoico                              | C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> | 14,444         | 3000428   | 0,4996          |                         |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,481         | 9690436   | 1,613           |                         |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,643         | 414257249 | 68,98           | AGC                     |
| (E)-Ácido-9-octadecanoico                      | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 17,386         | 170702903 | 28,42           |                         |
| Ácido oleico                                   | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 18,145         | 2835171   | 0,4721          |                         |
| 1,2-Bencenodimetanol                           | C <sub>8</sub> H <sub>19</sub> O <sub>2</sub>  | 6,376          | 157906453 | 15,33           |                         |
| 4-metil-benzaldehído                           | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O                | 6,67           | 36353322  | 3,531           |                         |
| 4-metil-bencenometanol                         | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O               | 8,544          | 72097002  | 7,002           |                         |
| 2-metil-bencenometanol                         | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O               | 8,884          | 23705834  | 2,302           |                         |
| <b>Pentadecano</b>                             | C <sub>15</sub> H <sub>32</sub>                | 13,933         | 10813645  | 1,053           |                         |
| Ácido decanoico                                | C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub> | 13,158         | 2873204   | 0,2790          |                         |
| <b>Nonadecano</b>                              | C <sub>19</sub> H <sub>40</sub>                | 15,094         | 4678846   | 0,4544          |                         |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,512         | 7088303   | 0,6885          |                         |
| Ácido oleico                                   | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 16,07          | 53441807  | 5,190           |                         |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,581         | 272931385 | 26,51           | <b>Biodiesel AGC-Co</b> |
| 1-Hexadecanol                                  | C <sub>16</sub> H <sub>34</sub> O              | 16,952         | 23587382  | 2,291           |                         |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,479         | 157612611 | 15,309          |                         |
| Hexiléster ácido hexadecanoico                 | C <sub>22</sub> H <sub>64</sub> O <sub>2</sub> | 18,114         | 10385488  | 1,008           |                         |
| n-octiléster ácido hexadecanoico               | C <sub>24</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> | 19,151         | 12771973  | 1,240           |                         |
| Octadeciléster ácido hexadecanoico             | C <sub>34</sub> H <sub>68</sub> O <sub>2</sub> | 19,864         | 24349041  | 2,365           |                         |
| i-propil-9-octadecionato                       | C <sub>23</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub> | 21,598         | 7796380   | 0,7572          |                         |
| Hexadeciléster ácido hexadecanoico             | C <sub>32</sub> H <sub>64</sub> O <sub>2</sub> | 32,469         | 67453580  | 6,551           |                         |
| Oleato de oleílo                               | C <sub>36</sub> H <sub>68</sub> O <sub>2</sub> | 36,448         | 199556582 | 1,938           |                         |
| Octadeciléster ácido octadecanoico             | C <sub>36</sub> H <sub>72</sub> O <sub>2</sub> | 36,835         | 63725419  | 6,189           |                         |
| Ácido undecanoico                              | C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub> | 13,84          | 1584948   | 0,2626          |                         |
| <b>Pentadecano</b>                             | C <sub>15</sub> H <sub>32</sub>                | 13,933         | 3724275   | 0,6171          |                         |
| Ácido 2,4,6-Trimetilmandélico                  | C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub> | 14,568         | 6791269   | 1,125           |                         |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> C <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,481         | 8317448   | 1,3783          | <b>Biodiesel AGC-Ni</b> |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,612         | 387178088 | 64,16           |                         |
| Ácido octadecanoico                            | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 17,448         | 184982742 | 30,65           |                         |
| Isobutil 3,5-dimetilfeniléster ácido carbónico | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> | 19,802         | 10861616  | 1,799           |                         |

**Figura 26:** Perfil cromatográfico ácidos grasos de aceite de palma crudo en xileno. Columna HP-5 (30m). Veáse la identificación de los picos en la Tabla 9.

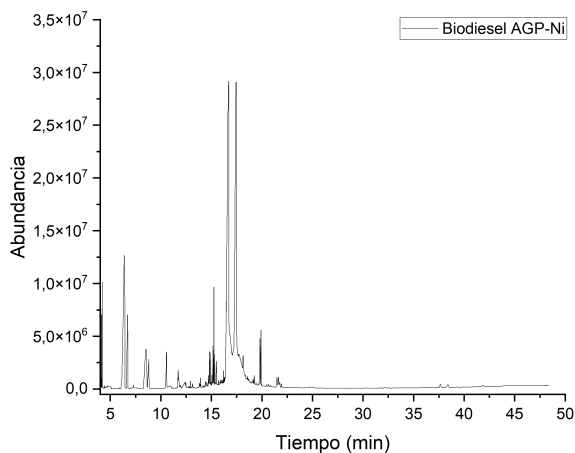


**Figura 27:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo y catalizado por Co@rGO. Columna HP-5 (30 m). Veáse la identificación de los picos en la Tabla 9.



La Figura 26 presenta el perfil cromatográfico de los ácidos grasos obtenidos de la hidrólisis del aceite de palma crudo. En dicho perfil se identificó la presencia de ácidos grasos como ácido dodecanoico, ácido tetradecanoico, ácido hexadecanoico y ácido oleico. La Figura 27 presenta el perfil cromatográfico del biodiesel renovable obtenido a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo al utilizar como catalizador el Co@rGO; en dicho perfil se identificó la presencia de pentadecano. Al comparar dicho resultado con el perfil cromatográfico al utilizar Ni@rGO se pudo observar la presencia dodecano, 2,4-nonadieno y pentadecano (Figura 28).

**Figura 28:** Perfil cromatográfico obtenido por GC/MS del biodiésel renovable obtenido a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo y catalizado por Ni@rGO. Columna HP-5 (30 m). Véase la identificación de los picos en la Tabla 9.



**Tabla 10:** Caracterización por GC/MS de la mezcla de ácidos grasos de aceite de palma crudo y biodiésel renovable a partir de dicha mezcla, empleando catalizadores de Co@rGO y Ni@rGO.

| Compuesto                                      | Fórmula  | t <sub>R</sub> | Área       | % Área relativa | Muestra          |
|--|--|----------------|------------|-----------------|------------------|
| Ácido dodecanoico                              | C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> | 14,382         | 511574     | 0,0786          | AG-AP            |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,481         | 4138548    | 0,6362          |                  |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,643         | 2761224254 | 42,45           |                  |
| Ácido oleico                                   | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 17,386         | 369674101  | 56,83           |                  |
| 1,2 Bencenodimetanol                           | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>  | 6,407          | 229008402  | 25,19           | Biodiesel AGP-Co |
| <b>Pentadecano</b>                             | C <sub>15</sub> H <sub>32</sub>                | 13,933         | 2630293    | 0,2893          |                  |
| Ácido dodecanoico                              | C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> | 14,413         | 2034935    | 0,2238          |                  |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,612         | 380213232  | 41,82           |                  |
| Ácido oleico                                   | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 17,479         | 213346308  | 23,46           |                  |
| Hexiléster ácido hexadecanoico                 | C <sub>22</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub> | 18,145         | 20342145   | 2,237           |                  |
| n-octiléster ácido hexadecanoico               | C <sub>24</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> | 19,151         | 3886713    | 0,4275          |                  |
| Isobutil 3,5-dimetilfeniléster ácido carbónico | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> | 19,864         | 43719835   | 0,4275          |                  |
| i-propil-9-octadecanoato                       | C <sub>21</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub> | 21,521         | 9307234    | 1,023           |                  |
| Hexadeciléster ácido hexadecanoico             | C <sub>32</sub> H <sub>64</sub> O <sub>2</sub> | 32,159         | 4613783    | 0,5075          |                  |
| <b>Dodecano</b>                                | C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>                | 10,557         | 15122121   | 2,158           |                  |
| <b>2,4-nonadieno</b>                           | C <sub>8</sub> H <sub>12</sub>                 | 11,718         | 9454754    | 1,349           |                  |
| Ácido decanoico                                | C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub> | 13,127         | 1536948    | 0,2193          |                  |
| <b>Pentadecano</b>                             | C <sub>15</sub> H <sub>32</sub>                | 13,933         | 2007697    | 0,2865          |                  |
| Ácido decanoico                                | C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> | 14,413         | 2075724    | 0,2962          |                  |
| (1-metilhexadecil)-benceno                     | C <sub>23</sub> H <sub>40</sub>                | 14,877         | 6772752    | 0,9665          |                  |
| 1,1'-(1,2-etanodil)bis[4-metil-benceno]        | C <sub>16</sub> H <sub>18</sub>                | 15,249         | 12243505   | 1,747           |                  |
| Ácido tetradecanoico                           | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 15,512         | 6407449    | 0,9144          |                  |
| Ácido hexadecanoico                            | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 16,642         | 407195957  | 58,11           |                  |
| Ácido oleico                                   | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 17,355         | 220958209  | 31,53           |                  |
| 2-metilbencil nonil éster ácido sebácico       | C <sub>27</sub> H <sub>44</sub> O <sub>4</sub> | 19,925         | 12470569   | 1,779           |                  |
| i-Propil 9-octadecanoato                       | C <sub>21</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub> | 21,489         | 4463868    | 0,6370          |                  |

Los perfiles GC-MS de los biocombustibles obtenidos por hidrotratamiento mostraron comportamiento dependiente tanto de la materia prima como del catalizador empleado. Para ácido palmítico (C16) se observó que Co@rGO generó principalmente dodecano (C12), mientras que Ni@rGO produjo una mezcla más amplia de hidrocarburos (dodecano, tridecano y nonadecano), lo que sugiere que Ni@rGO favorece, además de la descarboxilación, procesos de ruptura C-C y acoplamiento de fragmentos que conducen a hidrocarburos de distinta longitud. En contraste, el ácido esteárico (C18) mostró escasa conversión a alcanos: los productos detectados fueron principalmente aldehídos y ésteres, indicando rutas parciales de reducción/hidrodesoxigenación pero sin descarboxilación/cracking eficiente bajo las condiciones empleadas. Para las mezclas de ácidos grasos comerciales y los ácidos grasos provenientes del aceite de palma crudo, Co@rGO presentó mayor selectividad hacia penta-decano y nonadecano en la mezcla comercial, mientras que Ni@rGO favoreció la formación de una mayor diversidad de hidrocarburos y compuestos deshidrogenados. En conjunto, los resultados indican que Ni@rGO promueve una química más activa (cracking, acoplamiento, deshidrogenación) y Co@rGO tiende a mayor selectividad en ciertas mezclas; además, la estructura y composición de la materia prima (longitud de cadena e insaturaciones) controla fuertemente la eficiencia de conversión y la distribución de productos.

#### 4. Conclusiones

Los catalizadores Ni@rGO y Co@rGO mostraron diferencias significativas en estructura y actividad catalítica. El análisis espectroscópico reveló que Ni@rGO presenta una reducción más efectiva hacia la fase metálica Ni<sup>0</sup>, lo que favoreció rutas de desoxigenación más activas y la generación de una mayor diversidad de hidrocarburos, mientras que Co@rGO retuvo especies oxidadas (Co–O, Co(OH)<sub>2</sub>) que aportaron selectividad hacia ciertos productos. En las pruebas de conversión, el ácido palmítico mostró la mayor formación de hidrocarburos, especialmente con Ni@rGO, mientras que el ácido esteárico resultó menos reactivo bajo las condiciones empleadas. En las mezclas de ácidos grasos (comerciales y de aceite crudo), Ni@rGO promovió reacciones de cracking, acoplamiento y deshidrogenación, mientras que Co@rGO tendió a favorecer productos más selectivos como pentadecano y nonadecano. En conjunto, estos hallazgos confirman que la naturaleza del metal y la composición de la materia prima determinan la ruta catalítica y la eficiencia en la obtención de biodiésel renovable.

Los resultados obtenidos permiten concluir que el material Ni@rGO presenta un comportamiento catalítico más favorable en el proceso de desoxigenación de ácidos grasos, en comparación con otros sistemas evaluados. Este hallazgo evidencia su potencial para mejorar la eficiencia en la producción de hidrocarburos renovables, al favorecer reacciones selectivas que contribuyen a incrementar el rendimiento del biocombustible. Asimismo, el presente estudio constituye una base preliminar de gran relevancia para investigaciones posteriores a nivel doctoral, en las que se plantea aprovechar como materia prima los lodos generados durante el proceso de refinación del aceite de palma. La valorización de este subproducto no solo representa una alternativa sostenible para la obtención de biodiésel renovable, sino que también contribuye a la reducción del impacto ambiental asociado a la gestión de re-

siduos agroindustriales. En este sentido, los resultados aquí expuestos abren la posibilidad de avanzar hacia procesos más limpios, circulares y con mayor valor agregado en la cadena productiva del aceite de palma.

## **5. Recomendaciones**

A partir de los resultados obtenidos en esta investigación, se recomienda optimizar los parámetros de reacción (temperatura, presión de hidrógeno, tiempo de reacción y relación catalizador/sustrato), con el fin de incrementar la conversión de ácidos grasos de mayor longitud de cadena y mejorar el rendimiento hacia hidrocarburos deseados. Además sería pertinente evaluar la vida útil de los materiales a través de ciclos consecutivos de reacción, identificando la pérdida de actividad y los cambios estructurales tras el uso, proyectando su aplicación en procesos de mayor escala. Se recomienda extender el estudio a corrientes residuales de mayor complejidad, tales como lodos de refinación de aceite de palma, aceites usados o grasas animales, para validar el desempeño de los catalizadores en condiciones más próximas a la realidad industrial. Finalmente, se recomienda explorar alternativas como el dopaje del rGO con heteroátomos o la combinación con óxidos metálicos podría contribuir a equilibrar las fases metálicas y de óxido, optimizando rutas de desoxigenación y minimizando reacciones secundarias no deseadas.

### Referencias Bibliográficas

- Aboelazm, E. A. A., Ali, G. A. M., y Chong, K. F. (2018). Cobalt Oxide Supercapacitor Electrode Recovered from Spent Lithium-Ion Battery.
- Albuquerque, M., Guedes, I., Alcantara, P., y Moreira, S. (2003, diciembre). Infrared absorption spectra of Buriti (*Mauritia flexuosa* L.) oil. *Vibrational Spectroscopy*, 33(1-2), 127–131. Descargado 2024-10-30, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924203103000985> doi: 10.1016/S0924-2031(03)00098-5
- Al-Gaashani, R., Najjar, A., Zakaria, Y., Mansour, S., y Atieh, M. (2019, agosto). XPS and structural studies of high quality graphene oxide and reduced graphene oxide prepared by different chemical oxidation methods. *Ceramics International*, 45(11), 14439–14448. Descargado 2024-10-31, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884219309903> doi: 10.1016/j.ceramint.2019.04.165
- Aliana-Nasharuddin, N., Asikin-Mijan, N., Abdulkareem-Alsultan, G., Saiman, M. I., Alharthi, F. A., Alghamdi, A. A., y Taufiq-Yap, Y. H. (2020). Production of green diesel from catalytic deoxygenation of chicken fat oil over a series binary metal oxide-supported MWCNTs. *RSC Advances*, 10(2), 626–642. Descargado 2024-10-31, de <https://xlink.rsc.org/?DOI=C9RA08409F> doi: 10.1039/C9RA08409F
- Amin, A. (2019, diciembre). Review of diesel production from renewable resources: Catalysis, process kinetics and technologies. *Ain Shams Engineering Journal*, 10(4), 821–839. Descargado 2024-05-09, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2090447919300905> doi: 10.1016/j.asej.2019.08.001
- Asikin-Mijan, N., Lee, H., Abdulkareem-Alsultan, G., Afandi, A., y Taufiq-Yap, Y. (2017, noviembre). Production of green diesel via cleaner catalytic deoxygenation of *Jatropha*

- curcas oil. *Journal of Cleaner Production*, 167, 1048–1059. Descargado 2024-09-12, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0959652616316213> doi: 10.1016/j.jclepro.2016.10.023
- Cheah, K. W., Taylor, M. J., Osatiashtiani, A., Beaumont, S. K., Nowakowski, D. J., Yusup, S., ... Kyriakou, G. (2020). Monometallic and bimetallic catalysts based on pd, cu and ni for hydrogen transfer deoxygenation of a prototypical fatty acid to diesel range hydrocarbons. *Catalysis Today*, 355, 882-892. Descargado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0920586119301154> (SI: Energy and the Environment) doi: <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2019.03.017>
- Cheah, K. W., Yusup, S., Loy, A. C. M., How, B. S., Skoulou, V., y Taylor, M. J. (2022, mayo). Recent advances in the catalytic deoxygenation of plant oils and prototypical fatty acid models compounds: Catalysis, process, and kinetics. *Molecular Catalysis*, 523, 111469. Descargado 2024-10-30, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2468823121000869> doi: 10.1016/j.mcat.2021.111469
- Choo, M.-Y., Oi, L. E., Ling, T. C., Ng, E.-P., Lin, Y.-C., Centi, G., y Juan, J. C. (2020, mayo). Deoxygenation of triolein to green diesel in the H<sub>2</sub>-free condition: Effect of transition metal oxide supported on zeolite Y. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 147, 104797. Descargado 2024-09-12, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0165237019308915> doi: 10.1016/j.jaap.2020.104797
- Colom, X., Cañavate, J., Lis, M., Sanjuan, G., y Gil, I. (2020). Análisis estructural de óxidos de grafeno (go) y óxidos de grafeno reducidos (rgo). *Afinidad. Journal of Chemical Engineering Theoretical and Applied Chemistry*, 77(591).
- Das, P., Ibrahim, S., Chakraborty, K., Ghosh, S., y Pal, T. (2024, enero). Stepwise reduction of graphene oxide and studies on defect-controlled physical properties. *Scientific Re-*

- ports*, 14(1), 294. Descargado de <https://doi.org/10.1038/s41598-023-51040-0>  
doi: 10.1038/s41598-023-51040-0
- Ding, Z., Zhao, T., Zhu, Q., Liao, S., Liangmin, N., Bi, Y., y Chen, H. (2020, 12). Facile synthesis cobalt catalysts for regulating the deoxygenation pathways in producing diesel-like hydrocarbon fuels. *Biomass and Bioenergy*, 143, 105879. doi: 10.1016/j.biombioe.2020.105879
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., y Ruoff, R. S. (2010). The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*, 39(1), 228–240. doi: 10.1039/B917103G
- El-Lateef, H. (2013, agosto). Evaluation of New Complex Surfactants Based on Vegetable Oils as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in CO<sub>2</sub>-Saturated 1.0% NaCl Solutions. *Journal of Materials Physics and Chemistry*, 1, 19–26. doi: 10.12691/jmp
- Han, J., Duan, J., Chen, P., Lou, H., y Zheng, X. (2011, octubre). Molybdenum Carbide-Catalyzed Conversion of Renewable Oils into Diesel-like Hydrocarbons. *Advanced Synthesis & Catalysis*, 353(14-15), 2577–2583. Descargado 2024-09-12, de <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adsc.201100217> doi: 10.1002/adsc.201100217
- He, H., Li, Z., Li, K., Lei, G., Guan, X., Zhang, G., . . . Li, Y. (2019, septiembre). Bifunctional Graphene-Based Metal-Free Catalysts for Oxidative Coupling of Amines. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 11(35), 31844–31850. Descargado 2024-05-09, de <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsami.9b08741> doi: 10.1021/acsami.9b08741
- Ioni, Y., Popova, A., Maksimov, S., y Kozerozhets, I. (2023, noviembre). Ni Nanoparticles on the Reduced Graphene Oxide Surface Synthesized in Supercritical Isopropanol. *Nanomaterials*, 13(22), 2923. Descargado 2025-09-19, de <https://www.mdpi.com/2079-4991/13/22/2923> doi: 10.3390/nano13222923

- Kandasamy, S. K. (2022). Chapter 8 - Graphene oxide. En Y. Al-Douri (Ed.), *Graphene, Nanotubes and Quantum Dots-Based Nanotechnology* (pp. 155–172). Woodhead Publishing. Descargado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780323854573000244> doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-85457-3.00024-4>
- Kiatkittipong, W., Phimsen, S., Kiatkittipong, K., Wongsakulphasatch, S., Laosiripojana, N., y Assabumrungrat, S. (2013, diciembre). Diesel-like hydrocarbon production from hydroprocessing of relevant refining palm oil. *Fuel Processing Technology*, 116, 16–26. Descargado 2024-09-11, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0378382013001859> doi: 10.1016/j.fuproc.2013.04.018
- Kim, S. K., Han, J. Y., Lee, H.-s., Yum, T., Kim, Y., y Kim, J. (2014, marzo). Production of renewable diesel via catalytic deoxygenation of natural triglycerides: Comprehensive understanding of reaction intermediates and hydrocarbons. *Applied Energy*, 116, 199–205. Descargado 2024-05-09, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0306261913009690> doi: 10.1016/j.apenergy.2013.11.062
- Krishna, R., Fernandes, D. M., Dias, C., Freire, C., Ventura, J., y Titus, E. (2016). Facile synthesis of Co/RGO nanocomposite for methylene blue dye removal. *Materials Today: Proceedings*, 3(8), 2814–2821. Descargado 2024-10-23, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214785316302528> doi: 10.1016/j.matpr.2016.06.031
- Krishna, Y., Saidur, R., Aslfattahi, N., Fauzan, I. T. D. M. F., y Ng, K. (2020, 05). Enhancing the thermal properties of organic phase change material (palmitic acid) by doping mxene nanoflakes. En (Vol. 2233). doi: 10.1063/5.0001366
- Li, Y., Cao, Y., y Jia, D. (2018, enero). Enhanced catalytic hydrogenation activity of Ni/reduced graphene oxide nanocomposite prepared by a solid-state method. *Journal*

- of *Nanoparticle Research*, 20(1), 8. Descargado 2024-10-30, de <http://link.springer.com/10.1007/s11051-017-4069-2> doi: 10.1007/s11051-017-4069-2
- Lücking, F., Köser, H., Jank, M., y Ritter, A. (1998, septiembre). Iron powder, graphite and activated carbon as catalysts for the oxidation of 4-chlorophenol with hydrogen peroxide in aqueous solution. *Water Research*, 32(9), 2607–2614. Descargado 2024-05-09, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0043135498000165> doi: 10.1016/S0043-1354(98)00016-5
- Ma, B., y Zhao, C. (2015). High-grade diesel production by hydrodeoxygenation of palm oil over a hierarchically structured Ni/HBEA catalyst. *Green Chemistry*, 17(3), 1692–1701. Descargado 2024-09-12, de <https://xlink.rsc.org/?DOI=C4GC02339K> doi: 10.1039/C4GC02339K
- Malinga, N. N., y Jarvis, A. L. L. (2020, noviembre). Removal of Cr(VI) from aqueous media using magnetic Co-reduced graphene oxide. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 37(11), 1915–1925. Descargado 2024-10-31, de <http://link.springer.com/10.1007/s11814-020-0615-1> doi: 10.1007/s11814-020-0615-1
- Narasimhan, M., Chandrasekaran, M., Govindasamy, S., y Aravamudhan, A. (2021, febrero). Heterogeneous nanocatalysts for sustainable biodiesel production: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(1), 104876. Descargado 2024-05-09, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2213343720312252> doi: 10.1016/j.jece.2020.104876
- Nie, R., Miao, M., Du, W., Shi, J., Liu, Y., y Hou, Z. (2016, enero). Selective hydrogenation of C C bond over N-doped reduced graphene oxides supported Pd catalyst. *Applied Catalysis B: Environmental*, 180, 607–613. Descargado 2024-05-09, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0926337315300357> doi:

10.1016/j.apcatb.2015.07.015

Pei, S., y Cheng, H.-M. (2012, agosto). The reduction of graphene oxide. *Carbon*, 50(9), 3210–3228. Descargado 2024-10-31, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0008622311008967> doi: 10.1016/j.carbon.2011.11.010

Prangklang, D., Tumnantong, D., Yoosuk, B., Ngamcharussrivichai, C., y Prasassarakich, P. (2023, octubre). Selective Deoxygenation of Waste Cooking Oil to Diesel-Like Hydrocarbons Using Supported and Unsupported NiMoS<sub>2</sub> Catalysts. *ACS Omega*, 8(43), 40921–40933. Descargado de <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c06188> (Publisher: American Chemical Society) doi: 10.1021/acsomega.3c06188

Rahmawati, Z., Santoso, L., McCue, A., Azua Jamari, N. L., Ninglasari, S. Y., Gunawan, T., y Fansuri, H. (2023). Selectivity of reaction pathways for green diesel production towards biojet fuel applications. *RSC Advances*, 13(20), 13698–13714. Descargado 2024-10-31, de <https://xlink.rsc.org/?DOI=D3RA02281A> doi: 10.1039/D3RA02281A

Silva, L. N., Fortes, I. C., De Sousa, F. P., y Pasa, V. M. (2016, enero). Biokerosene and green diesel from macauba oils via catalytic deoxygenation over Pd/C. *Fuel*, 164, 329–338. Descargado 2024-10-31, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0016236115009783> doi: 10.1016/j.fuel.2015.09.081

Su, C., y Loh, K. P. (2013, octubre). Carbocatalysts: Graphene Oxide and Its Derivatives. *Accounts of Chemical Research*, 46(10), 2275–2285. Descargado 2024-05-09, de <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ar300118v> doi: 10.1021/ar300118v

Tamang, S., Rai, S., Bhujel, R., Bhattacharyya, N. K., Swain, B. P., y Biswas, J. (2023, junio). A concise review on GO, rGO and metal oxide/rGO composites: Fabrication and their supercapacitor and catalytic applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 947, 169588. Descargado 2024-06-07, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/>

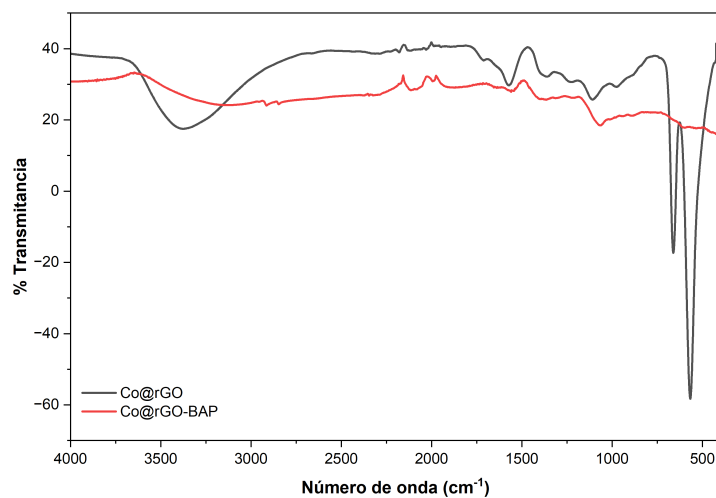
- [pii/S0925838823008915](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169588) doi: 10.1016/j.jallcom.2023.169588
- Xu, Y., Liu, Z., Chen, D., Song, Y., y Wang, R. (2017, abril). Synthesis and Electrochemical Properties of Porous  $\alpha$ -Co(OH)<sub>2</sub> and Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Microspheres. *Progress in Natural Science: Materials International*, 27(2), 197–202. Descargado 2024-10-31, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S100200711630140X> doi: 10.1016/j.pnsc.2017.03.001
- Yao, P., Jiang, Y., Liu, Y., Wu, C., Chou, K.-C., Lyu, T., y Li, Q. (2020, junio). Catalytic effect of Ni@rGO on the hydrogen storage properties of MgH<sub>2</sub>. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8(2), 461–471. Descargado 2025-09-10, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2213956720300293> doi: 10.1016/j.jma.2019.06.006
- Yu, X., Huo, Y., Yang, J., Chang, S., Ma, Y., y Huang, W. (2013, septiembre). Reduced graphene oxide supported Au nanoparticles as an efficient catalyst for aerobic oxidation of benzyl alcohol. *Applied Surface Science*, 280, 450–455. Descargado 2024-05-09, de <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433213008970> doi: 10.1016/j.apsusc.2013.05.008
- Zhao, X., Wei, L., Cheng, S., y Julson, J. (2017). Review of heterogeneous catalysts for catalytically upgrading vegetable oils into hydrocarbon biofuels. *Catalysts*, 7(3). Descargado de <https://www.mdpi.com/2073-4344/7/3/83> doi: 10.3390/catal7030083

Apéndice

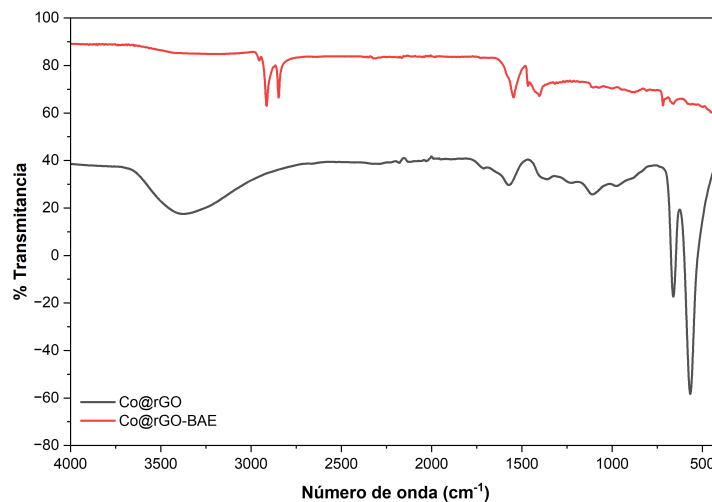
Apéndice A. Espectros infrarrojos de los catalizadores recuperados después de obtener el biocombustible

A.1. Espectros IR del Co@rGO recuperado

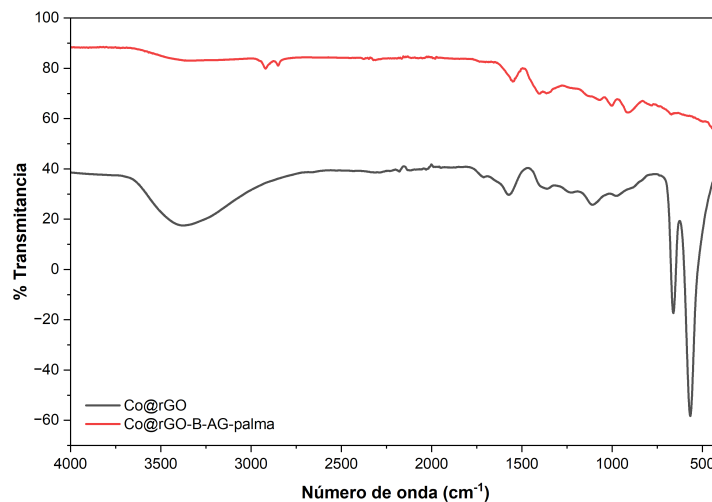
Figura 29: Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácido palmítico (BAP).



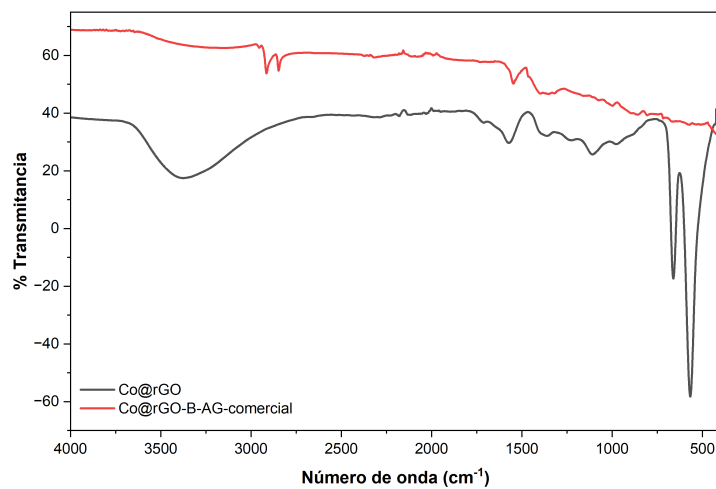
**Figura 30:** Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácido esteárico (BAE).



**Figura 31:** Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo (B-AG-palma).

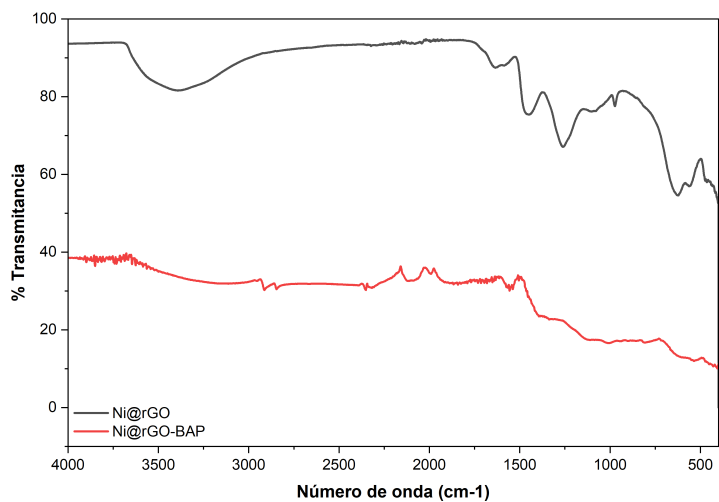


**Figura 32:** Espectro FT-IR del Co@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácidos grasos mezcla comercial (B-AG-comercial).

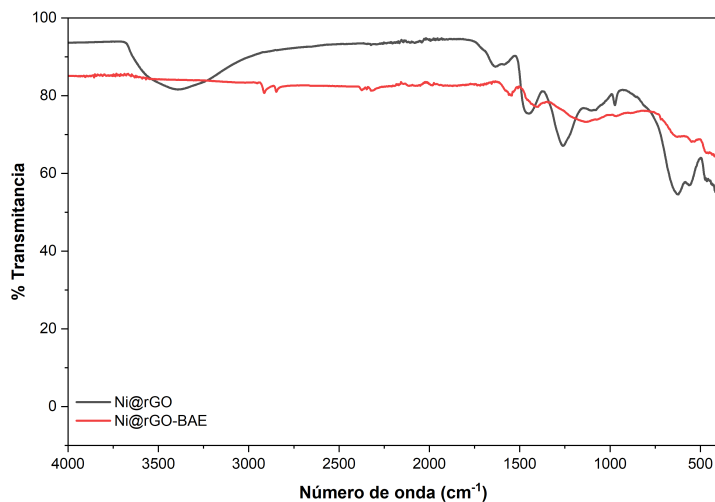


A.2. Espectros IR del Ni@rGO recuperado

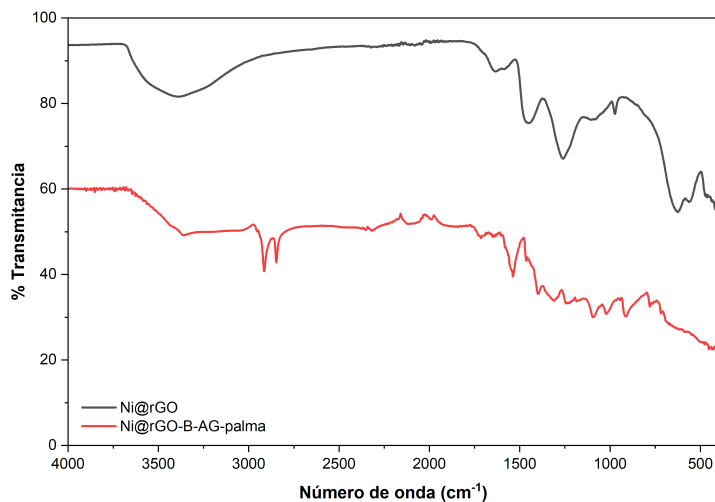
**Figura 33:** Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácido palmítico (BAP).



**Figura 34:** Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácido esteárico (BAE).



**Figura 35:** Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácidos grasos de aceite de palma crudo (B-AG-palma).



**Figura 36:** Espectro FT-IR del Ni@rGO recuperado después de la obtención de biodiésel renovable a partir de ácidos grasos de mezcla comercial (B-AG-comercial).

