

OBTENCIÓN DE UN BIOLUBRICANTE POR CATÁLISIS HETEROGÉNEA  
MEDIANTE LA TRANSESTERIFICACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA CON  
TRIMETILOLPROPANO

LAURA MAYERLY LAGOS CUÉLLAR

GERALDINE ROJAS ACOSTA

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

2018

OBTENCIÓN DE UN BIOLUBRICANTE POR CATÁLISIS HETEROGÉNEA  
MEDIANTE LA TRANSESTERIFICACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA CON  
TRIMETILOLPROPANO

LAURA MAYERLY LAGOS CUÉLLAR

GERALDINE ROJAS ACOSTA

TRABAJO DE INVESTIGACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO  
QUÍMICO

DIRECTOR

GUSTAVO EMILIO RAMÍREZ CABALLERO

Doctor en Materials, Science and Engineering

CODIRECTOR

LUZ MARINA BALLESTEROS RUEDA

Doctora en Electroquímica, Ciencia y Tecnología

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

BUCARAMANGA

2018

## DEDICATORIA

*En primer lugar, a Dios por su infinito amor, por haberme dado las armas necesarias, la capacidad, la fortaleza, el conocimiento y la sabiduría para culminar esta etapa de mi vida.*

*A mis padres Mireya y Antonio, por todos los esfuerzos y sacrificios, especialmente a mi madre por su apoyo, motivación y amor incondicional a lo largo de mi formación académica, eres una mujer super guerrera.*

*A mi hermana Angie mi compañera de vida y a mi Sobrina Valentina por su amor, cariño y comprensión.*

*A mis amados animales Ruffo y Princesa desde el cielo y a Mono, Brisa y Nata por su gran amor y compañía.*

*A mi familia por sus palabras de apoyo y sus consejos para guiarme.*

*A mis compañeros Aleja, Camila, Ingrid, Marcela, Oscar y Jc por su amistad, apoyo y todos los bonitos momentos que pasamos, esto no hubiera sido igual sin ustedes.*

*A mi compañera de tesis Geral por su compañía y gran trabajo durante este proceso.*

*Laura Mayerly*

## DEDICATORIA

*Quiero que mis primeras palabras sean para Dios, por estar a mi lado siempre, por iluminar mi camino y no dejar de ver por mí.*

*A mi madre Lilitiana Acosta que la amo y la adoro, gracias infinitas por amarme, escucharme, aconsejarme y llevarme de su mano en las diferentes etapas que viví para llegar a ser la mujer de hoy.*

*A mi abuelita Martha Suarez que es la luz de mis ojos le debo mi vida, por amarme y hacerme sentir amada desde antes de nacer.*

*A mi padre Ricardo Rojas por hacerme reír siempre, cuidarme y acompañarme desde que tengo uso de razón. A mi abuelito por su sabiduría y palabras en todo momento. A Santi simplemente gracias por ser mi hermanito y quererme como soy.*

*A mis amigos Aleja, Ingrid, Camila y Jc por compartir conmigo risas, parciales y comida durante toda la carrera. A mi compañera de tesis Laura Lagos por su infinita paciencia, apoyo y trabajo en equipo.*

*A mi mejor amiga Karen por escucharme, entenderme y nunca dejarme sola. A Hernán que siempre me escuchó cuando la vida podía conmigo.*

*Y a tí Jordan por enseñarme a ver la vida con nuevos colores, a escucharla en diferentes melodías y a sentirla de formas inexplicables.*

*Con amor. Geraldine Rojas*

## AGRADECIMIENTOS

*A la universidad industrial de Santander y especialmente a la escuela de Ingeniería Química por formarnos como persona, estudiante y profesional para afrontar los retos que nos depara la vida.*

*Al doctor Gustavo Emilio Ramírez Caballero, por su confianza, orientación, ánimo y dedicación durante la realización de este trabajo de grado.*

*A nuestra codirectora Luz Marina Ballesteros por darnos una oportunidad y confiar en nosotras para iniciar y culminar este proyecto.*

*A los integrantes del grupo de investigación polímeros Karen, Belkys y especialmente a Carolina Ardila por tendernos su mano gentilmente y orientarnos en el momento que más lo necesitamos.*

*A Diego por ayudarnos, guiarnos y apoyarnos con sus conocimientos desde el principio hasta el fin de este proyecto.*

*Al centro de investigación Catálisis y especialmente a Ivan Mora por compartir sus conocimientos, su tiempo y su guía en este camino.*

*Al laboratorio de procesos de ingeniería química por los servicios prestados que permitieron la culminación de este proyecto, especialmente a Joaquín, Don Guillermo y Don Eduardo por su disposición y colaboración.*

*Al parque tecnológico Guatiguara y a su personal que amablemente ofrecieron un buen ambiente de trabajo.*

# CONTENIDO

Pág.

<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>17</b>
<b>1. METODOLOGIA</b> .....	<b>25</b>
1.1 OBTENCIÓN DEL BIODIÉSEL.....	26
1.1.1 Pruebas preliminares:.....	26
1.1.2 Análisis de viscosidad y densidad .....	28
1.1.3 Síntesis del biodiésel con las mejores condiciones .....	28
1.2 OBTENCIÓN DEL BIOLUBRICANTE.....	28
1.2.1 pruebas preliminares .....	29
1.2.2 Análisis de IR y TGA .....	29
1.2.3 Diseño de experimentos.....	30
1.3 ANÁLISIS DE PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS .....	31
1.3.1 Análisis de densidad.....	31
1.3.2 Análisis de viscosidad .....	31
1.3.3 Análisis de índice de viscosidad.....	32
1.3.4 Análisis de estabilidad Térmica .....	32
<b>2. RESULTADOS</b> .....	<b>33</b>
2.1 RESULTADOS PRELIMINARES BIODIÉSEL.....	33
2.2 RESULTADOS BIOLUBRICANTE.....	35
2.2.1 Resultados preliminares .....	35
2.2.2 Resultados diseño de experimentos:.....	39
2.3 ANÁLISIS DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS .....	45
2.3.1 Análisis de densidad.....	45

2.3.2 Análisis de viscosidad .....	46
2.3.3 Análisis de IV.....	46
<b>3. CONCLUSIONES .....</b>	<b>48</b>
<b>4. RECOMENDACIONES.....</b>	<b>49</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS .....</b>	<b>50</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>57</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>64</b>

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Variables de los experimentos preliminares.....	27
Tabla 2. Factores y niveles del diseño de experimentos .....	30
Tabla 3. Propiedades fisicoquímicas del biodiésel.....	33
Tabla 4. Pérdida de peso para cada catalizador.....	36
Tabla 5. Propiedades fisicoquímicas analizadas .....	45

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Estructura química del ácido ricinoleico.....	18
Figura 2. Reacción de esterificación entre TMP y ácidos grasos libres .....	20
Figura 3. Reacción de transterificación entre TMP y FAMEs.....	21
Figura 4. Diagrama de etapas de la investigación .....	25
Figura 5. Diagrama de etapas para la obtención de biodiésel .....	28
Figura 6. Termograma del biodiésel de higuera.....	34
Figura 7. Termograma de experimentos preliminares para cada catalizador y el blanco, comparado con el biodiésel.....	36
Figura 8. Análisis de IR de los experimentos preliminares de los POEs.....	38
Figura 9. Termogramas de los experimentos realizados con el catalizador MOR ..	39
Figura 10. Termogramas de los experimentos realizados con el catalizador AMB	40
Figura 11. Conversión para las reacciones con el catalizador MOR.....	41
Figura 12. Conversión para las reacciones con el catalizador AMB .....	42
Figura 13. Termograma de los mejores resultados para catalizadores AMB y MOR .....	44

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
Anexo A. Montaje de la reacción para la obtención de los POEs .....	64
Anexo B. Grupos funcionales característicos de los POEs.....	65
Anexo C. Termogramas del diseño de experimentos para el catalizador AMB .....	66
Anexo D. Termogramas del diseño de experimentos para el catalizador MOR.....	67
Anexo E. Porcentajes de pérdida de masa para experimentos preliminares y biolubricantes.....	68
Anexo F. Análisis de IR para el catalizador AMB:.....	71
Anexo G. Análisis de IR para el catalizador MOR:.....	72
Anexo H. Resultados análisis estadístico ANOVA para el diseño experimental: ...	73
Anexo i. Normas de métodos de pruebas:.....	74
Anexo J. Norma ASTM E14214: 2008:.....	75
Anexo K. Clasificación de viscosidad ISO: .....	76

## LISTA DE ABREVIATURAS

<b>AH</b>	Aceite de Higuera
<b>AMB</b>	Amberlyst 35 Dry
<b>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>ONa</b>	Etóxido de sodio
<b>CH<sub>3</sub>NaO</b>	Metóxido de sodio
<b>DSC</b>	Calorimetría de Barrido Diferencial
<b>FAMEs</b>	Ésteres Metílicos de Ácidos Grasos
<b>IR</b>	Espectroscopia Infrarrojos Por Transformada Fourier
<b>IV</b>	Índice de Viscosidad
<b>KOH</b>	Hidróxido de Potasio
<b>MOR</b>	Zeolita Mordenita
<b>NaOH</b>	Hidróxido de Sodio
<b>POEs</b>	Poliolésteres
<b>POMEs</b>	Ésteres metílicos de Palma
<b>TGA</b>	Análisis Termogravimétrico
<b>TMP</b>	Trimetilolpropano
<b>ZY</b>	Zeolita Y

## RESUMEN

**TÍTULO:** OBTENCIÓN DE UN BIOLUBRICANTE POR CATÁLISIS HETEROGÉNEA MEDIANTE LA TRANSESTERIFICACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA CON TRIMETILOLPROPANO<sup>1</sup>

**AUTORES:** LAURA MAYERLY LAGOS CUÉLLAR,  
GERALDINE ROJAS ACOSTA.<sup>2</sup>

**PALABRAS CLAVE:** BIOLUBRICANTE, ACEITE DE HIGUERILLA, TRIMETILOLPROPANO, TRANSESTERIFICACIÓN, CATÁLISIS HETEROGÉNEA, VISCOSIDAD, ÍNDICE DE VISCOSIDAD.

**DESCRIPCIÓN:** En los últimos años, se ha presentado un gran interés en reemplazar los aceites minerales por aceites vegetales, para la producción de lubricantes. La producción de estos biolubricantes se puede realizar por catálisis homogénea o heterogénea, donde esta última, despierta un interés por reducir tiempo y costos, a la hora de separar y purificar el producto. Lo anterior, lleva a la síntesis de un biolubricante a partir de aceite de higuera y trimetilolpropano por medio de dos reacciones de transesterificación: en la primera reacción se obtuvo biodiesel, y en la segunda reacción, biolubricante.

Como catalizadores para la segunda reacción de transesterificación, se utilizaron tres zeolitas: la mordenita (MOR), zeolita Y (ZY), zeolita ZSM-5 (ZMS-5) y una resina catiónica Amberlyst 35 Dry (AMB). A partir de estos catalizadores, se escogieron los que obtuvieron mejor conversión con el fin de plantear un diseño de experimento factorial 2<sup>3</sup> en el que se evaluó tres factores: temperatura, cantidad de catalizador y tipo de catalizador.

Los catalizadores que presentaron mayor conversión fueron MOR y AMB con una conversión de 32.87% y 38.02% respectivamente. Por medio de un análisis estadístico ANOVA, se encontró que los factores más significativos fueron la temperatura y el tipo de catalizador. En el diseño de experimentos, se encontró que las condiciones que obtuvieron la mayor conversión fueron 170°C y 0.6% p/p de catalizador respecto a la masa de reacción, tipo de catalizador Amberlyst 35 Dry obteniendo un bio-lubricante con un IV de 149.16, viscosidad de 35 mm<sup>2</sup>/s, densidad de 0.960 g/mL y estabilidad térmica de 196.63 °C.

---

<sup>1</sup> Trabajo de grado.

<sup>2</sup> Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph.D Gustavo Emilio Ramírez Caballero.

## ABSTRACT

**TITLE:** OBTAINING A BIOLUBRICANT BY HETEOGENEOUS CATALYSIS THROUGH THE TRANSESTERIFICATION OF CASTOR OIL WITH TRIMETHYLOLPROPANE.<sup>3</sup>

**AUTHORS:** LAURA MAYERLY LAGOS CUÉLLAR,  
GERALDINE ROJAS ACOSTA.<sup>4</sup>

**KEYWORDS:** BIOLUBRICANT, CASTOR OIL, TRIMETHYLOLPROPANE, TRANSESTERIFICATION, HETEROGENEOUS CATALYSIS, VISCOSITY, VISCOSITY INDEX.

**DESCRIPTION:** In recent years, there has been a great interest in replacing mineral oils for vegetable oils, in the production of lubricants. The production of these bio-lubricants can be made by homogeneous or heterogeneous catalysis, which the previous one generates an interest in reducing time and cost, in the moment of separating and purifying the product. In the view of the above, leads to the synthesis of a bio-lubricant from castor oil and trimethylolpropane by means of two transesterification reactions: in the first reaction biodiesel was obtained, and in the second reaction, bio-lubricant.

As catalysts for the second transesterification reaction, three zeolites were used: mordenite (MOR), zeolite Y (ZY), zeolite ASM-5 (ZSM-5) and cationic resin Amberlyst 35 Dry (AMB). Out of these catalysts, it was chosen the ones which gotten the best conversion, in order to propose a factorial experiment design 2<sup>3</sup>, in which three factors were evaluated: temperature, amount of catalyst and catalyst.

The catalysts that presented the highest conversion were MOR and AMB with a conversion of 32.87% and 38.02% respectively. By means of a ANOVA statistical analysis, it was found that the most significant factors were the temperature and the type of catalyst. In the design of experiments, it was found that the conditions that presented the highest conversion were 170°C and 0.6% w/w of catalyst with respect to the reaction mass, type of catalyst Amberlyst 35 Dry obtaining a bio-lubricant with an VI of 149.16, viscosity of 35 mm<sup>2</sup>/s, density of 0.960 g/mL and thermal stability of 196.63 °C.

---

<sup>3</sup> Bachelor Thesis

<sup>4</sup> Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph.D Gustavo Emilio Ramírez Caballero

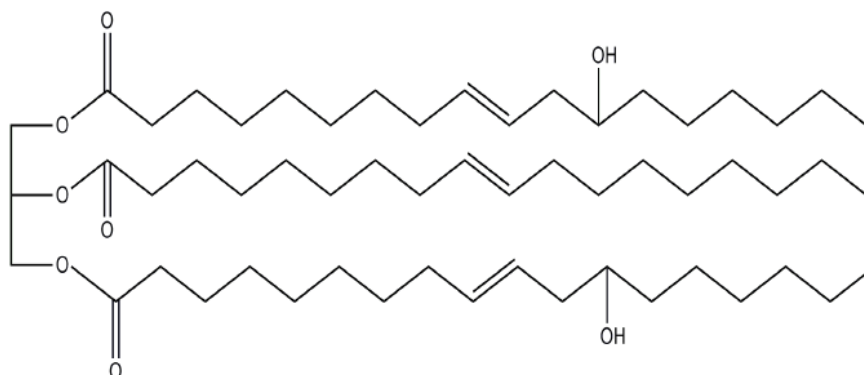
## INTRODUCCIÓN

En los últimos años se ha presentado un gran interés en reemplazar el uso de aceites minerales para la producción de diésel y bases lubricantes, ya que se están presentando diferentes problemáticas como la extracción de petróleo, el aumento de los costos de producción, los precios de venta y la alta emisión de contaminantes [1]. Por esto, los estudios se han centrado en aceites vegetales para la producción de biodiésel y biolubricantes ya que brindan algunas ventajas como una reducción de CO y partículas contaminantes al aire, ser una fuente de energía renovable, económica y biodegradable, mayor punto de inflamación, una estructura similar al diésel convencional y un aumento en la calidad de ignición [2,3].

Aceites vegetales como palma [4], jatropha [2], higuera [5], oliva [6], girasol [7], colza [8], etc., son los más reportados por tener propiedades como la alta compatibilidad con los aditivos, bajo costo de producción, baja toxicidad, altos puntos de inflamación, altos índices de viscosidad y amplias posibilidades de producción [9]. El AH está compuesto por ácido ricinoleico con 89,5% de los ácidos grasos, el porcentaje restante se reparte entre ácido linoleico (4,2%), ácido oleico (3,0%), ácido esteárico (1%), ácido palmítico (1%), ácido dihidroxiesteárico (0,7%), ácido linolénico (0,3%) y ácido eicosanoico (0,3 %). El AH, al tener un alto contenido de ácido ricinoleico tiene una mayor viscosidad y humectación respecto a otros aceites. Esto se debe al grupo hidroxilo presente en la estructura del ácido ricinoleico (figura 1), que proporciona una mejor humectación que permite la fácil extensión del aceite en la superficie, y la viscosidad hace que el lubricante a partir del AH presente pocos cambios en un amplio rango de temperaturas [10, 11].

El ácido ricinoleico consta de una cadena con 18 carbonos, un grupo carboxílico en el primer carbono que puede proveer esterificaciones o transesterificaciones, un doble enlace cis entre los carbonos nueve-diez que puede ser alterado por hidrogenación, epoxidación o vulcanización y un grupo hidroxilo en el carbono 12 que puede ser acetilado o deshidratado [9,12,13]. Este aceite se obtiene de la planta de higuera (*Ricinus communis*) perteneciente a la familia *Euphorbiaceae* por la extracción o expresión de su semilla; su apariencia es viscosa, con color amarillo claro, de baja volatilidad, sabor insípido, no secante y tóxico para las personas en grandes cantidades [9].

**Figura 1. Estructura química del ácido ricinoleico**



Fuente: DA SILVA, José André Cavalcanti; HABERT, Alberto Cláudio; FREIRE, Denise Maria Guimarães. A potential biodegradable lubricant from castor biodiesel esters. *Lubrication Science*, 2013. vol. 25, no 1, p. 53-61.

El AH es utilizado para la síntesis de diversos productos con aplicaciones industriales, que van desde elastómeros de poliuretano [14], recubrimientos [15] y adhesivos [16] hasta la síntesis de combustibles [17]. Se puede decir que una de las aplicaciones más importantes es la síntesis de biodiésel, por razones como la problemática ambiental que se enfrenta actualmente. A pesar de que la mayor

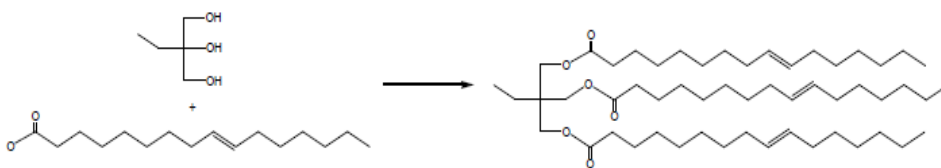
producción de biodiésel proviene del aceite de palma, se ha estudiado el AH como una materia prima alternativa [18]; por motivos como la buena producción de litros por hectárea, su resistencia a la sequía que permite su crecimiento en suelos medianamente fértiles [19,20], sus características estructurales y la no competencia con los alimentos. Sin embargo, el AH presenta algunos inconvenientes como limitaciones en el suministro de materia prima, pues el cultivo no abastece el total de la demanda de producción, implicando que el costo del aceite sea del 70 al 95% del costo del biodiésel [21].

La síntesis de biodiésel se obtiene por una reacción de transesterificación entre los triglicéridos del aceite de higuera y un alcohol de bajo peso molecular como metanol, etanol, isopropanol, etc [22]. Su costo y facilidad en la etapa de separación hacen que el metanol sea el más utilizado para esta reacción, pues genera una emulsión que desaparece con el tiempo mientras que, con otros alcoholes como el etanol, permanece [23]. Para romper los enlaces del triglicérido y el alcohol se requiere la presencia de un catalizador que puede ser ácido o básico. Los catalizadores básicos como NaOH y KOH son los más utilizados por su precio comercial, velocidad de reacción más alta respecto a la catálisis ácida, relación molar alcohol:aceite más baja y tiempos de reacción más cortos, pero son más propensos a la saponificación, mientras que los catalizadores ácidos como el HCL y el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> no presentan esta dificultad [24].

En la reacción de transesterificación del AH con metanol se obtiene como productos principales glicerina y ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME). Este último es el compuesto principal del biodiésel que, en mezclas con diésel, se utiliza como combustible [25]. También se puede utilizar como lubricante o como reactivo principal para producir biolubricantes mejorados [26].

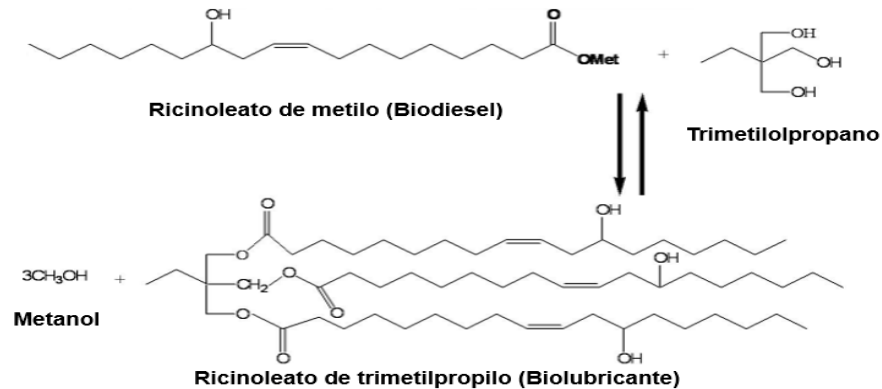
Los biolubricantes se pueden obtener por diferentes rutas, entre las que están la esterificación, la transesterificación y la condensación. La esterificación es la reacción entre ácidos grasos libres provenientes del aceite vegetal y un alcohol superior (figura 2), dando como producto poliolesteres (POEs) y agua. Por otro lado, la transesterificación tiene como reactivos FAMES y un alcohol superior, dando como productos metanol/etanol según corresponda y POEs (figura 3) [27] y la condensación tiene como reactivos dos ácidos grasos libres diferentes y un alcohol graso ramificado dando como productos estóldos y agua, donde el estólido sería el biolubricante [28]. Al seleccionar un lubricante se deben tener en cuenta las propiedades más importantes según su aplicación industrial como lo son la viscosidad, IV, estabilidad oxidativa y punto de fluidez e inflamabilidad, pues estas propiedades caracterizan el comportamiento del lubricante a la hora de ser utilizado [26].

**Figura 2. Reacción de esterificación entre TMP y ácidos grasos libres.**



Fuente: ÅKERMAN, Cecilia Orellana, et al. Clean synthesis of biolubricants for low temperature applications using heterogeneous catalysts. Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic, 2011. vol. 72, no 3-4, p. 263-269.

**Figura 3. Reacción de transesterificación entre TMP y FAMES.**



Fuente: DA SILVA, José André Cavalcanti, et al. Enzymatic production and characterization of potential biolubricants from castor bean biodiesel. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 2015. vol. 122, p. 323-329.

Para la esterificación se utilizan ácidos grasos libres como el ácido ricinoleico [30], ácido valérico [27], ácido caprílico [27], y ácido oleico [31], mientras que para la transesterificación se utilizan aceites vegetales como el aceite de jatropha [2], aceite de palma [4], AH [5], aceite de oliva [6] y aceite de girasol [7]. La selección del aceite para la esterificación o transesterificación depende de las propiedades que se deseen en el lubricante, ya que varían de acuerdo con el nivel de saturación y la presencia de ramificaciones; en general, cuanto mayor sea el grado de ramificación de éste, mejor será su punto de fluidez y su estabilidad hidrolítica, pero menor será su IV. Mientras que, cuanto mayor sea la saturación del aceite, mejor será su estabilidad a la oxidación y peor será su punto de fluidez (5), lo que lleva a la importancia de la estructura química principal del POE pues, antes de considerar una aplicación de lubricación particular, se debe hacer una evaluación de estos parámetros [32].

Los poliolésteres (POEs) son biolubricantes que se obtienen de la sustitución del glicerol presente en los ácidos grasos del aceite vegetal, por la estructura de un alcohol superior [32], ya que éste por tener un carácter radical se descompone lentamente comparado con el glicerol [33]; el cual contiene átomos de hidrógeno que permiten la fragmentación parcial de la molécula y la formación de compuestos insaturados a altas temperaturas, dando como resultado polimerizaciones, aumento de viscosidad, precipitación de la molécula, sensibilidad a la hidrólisis, baja estabilidad oxidativa y comportamiento insatisfactorio a bajas temperaturas [33,34]; razones por las que no es viable utilizar el AH directamente como lubricante.

Los alcoholes superiores más utilizados para este tipo de reacciones son el trimetilolpropano (TMP), pentaeritritol (PE) y neopentilglicol (NPG) [35]; donde el TMP genera una capa unimolecular en la superficie del metal que lo protege de desgastes, esto se debe a los átomos de oxígeno presentes en el éster. Padmaja *et al* [34] realizaron esterificaciones con un derivado del AH y los tres polioles ya nombrados. Se evaluó cuál ofrecía mejores propiedades como viscosidad, IV, punto de fluidez, punto de inflamación y estabilidad térmica, dando como resultado que los ésteres de TMP fueron los mejores comparados con los ésteres de PE y NPG, especialmente en el punto de fluidez, estabilidad oxidativa y estabilidad térmica, características importantes para un potencial lubricante industrial.

La transesterificación se puede llevar a cabo por catálisis homogénea, heterogénea o enzimática. En la catálisis enzimática se han reportado estudios con lipasas, triacil éster hidrolasas [32] y algunos microorganismos como la *Candida rugosa* [12], *chromabacterium viscosum* [27] y las *pseudomonas fluorescens* [36]. Entre los catalizadores homogéneos pueden encontrarse los de carácter ácido como el ácido fosfórico, ácido sulfúrico y el P-toluenosulfónico o de carácter básico como NaOH, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>ONa y CH<sub>3</sub>NaO [12]. Para la catálisis heterogénea Nagendramma *et al* [32]

reporta como catalizadores sólidos ácidos resinas de intercambio iónico y/o catiónico y aluminosilicatos como la zeolita mordenita.

Da Silva *et al.* [5] utilizó diferentes catalizadores entre los que se encuentra un catalizador heterogéneo de carácter ácido (Ambelita 15), y un catalizador homogéneo de carácter básico ( $\text{CH}_3\text{NaO}$ ), con los que sintetizó biolubricantes a partir de FAMEs de higuera y TMP. La temperatura de trabajo estuvo entre 120 y 170°C, la relación molar FAMEs/TMP entre 3:1 y 3.2:1, el tiempo de reacción entre 1-7 h y una presión de 0,01 bar. El catalizador que mejor resultados arrojó fue el  $\text{CH}_3\text{NaO}$ , ya que el biolubricante obtenido presentó un mayor IV respecto al AH con un valor de 141, estabilidad oxidativa con un valor de 150 min y un rendimiento molar del 70%. Por otro lado, Masood *et al.* [37] utilizó metóxido de calcio como catalizador heterogéneo para medir el rendimiento de éste en la reacción de transesterificación entre los ésteres metílicos del aceite de palma (POMEs) y el TMP, con una temperatura de reacción de 180°C, 50 mbar de vacío, relación molar TMP:POME de 1:6, metóxido de calcio con 0,3% p/p de la mezcla de reacción y tiempo de reacción de 8 h, con esto se encontraron resultados favorables para la síntesis de POEs con un rendimiento del 92,38%. Producir un biolubricante utilizando catálisis heterogénea tiene ventajas sobre la catálisis homogénea como necesitar menos etapas de separación y purificación para obtener el producto final y comparada con la catálisis ácida homogénea da como resultado aceites base con una menor acidez [13, 38].

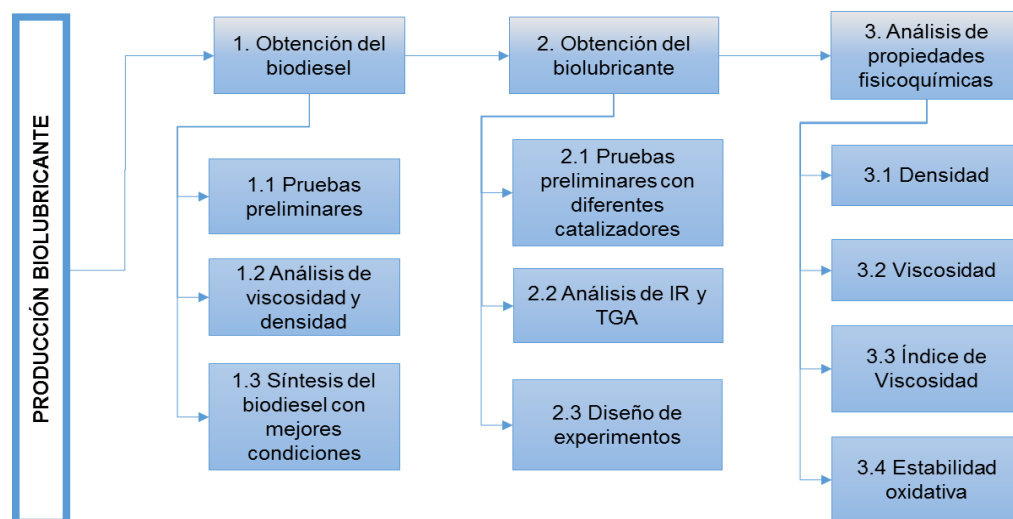
De acuerdo a lo anterior, en el presente trabajo se estudiaron diferentes catalizadores ácidos heterogéneos para el estudio de la reacción de transesterificación: tres tipos de zeolitas microporosas: zeolita mordenita (MOR), zeolita ZSM-5 y zeolita Y (ZY), además de una resina catiónica. La zeolita mordenita (MOR), es un aluminosilicato con alto contenido de sílice con una relación

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=20$  y área superficial de  $500 \text{ m}^2/\text{g}$  [39], la zeolita ZSM-5 tiene una relación  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=23$  y un área superficial de  $425 \text{ m}^2/\text{g}$  [40], la zeolita Y (ZY) una relación  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=12$  y área superficial de  $730 \text{ m}^2/\text{g}$  [41] y finalmente la amberlita (AMB) que es una resina de intercambio catiónico mesoporosa con un área superficial de  $50 \text{ m}^2/\text{g}$  [42]. Todos los catalizadores nombrados anteriormente tienen una acidez tipo Brönsted.

El objetivo de este proyecto es obtener un biolubricante por catálisis heterogénea mediante la transesterificación del aceite de higuera con trimetilolpropano. De igual forma, seleccionar los catalizadores que ofrezcan buenos resultados para la reacción de transesterificación en términos de la conversión y determinar propiedades del biolubricante como densidad, viscosidad, índice de viscosidad y estabilidad térmica, con el fin de comparar los resultados con los ya reportados para catálisis homogénea y abrir un camino al uso de catalizadores heterogéneos ácidos para la síntesis de biolubricantes a partir del aceite de higuera.

## 1. METODOLOGIA

Figura 4. Diagrama de etapas de la investigación.



El siguiente trabajo consistió en la síntesis de un biolubricante a partir de AH utilizando catálisis heterogénea ácida. El proceso se llevó a cabo por dos reacciones de transesterificación: en la primera reacción se obtuvo biodiésel; con éste se realizaron pruebas preliminares para escoger las condiciones que cumplan con la norma ASTM E14214 respecto a la viscosidad cinemática y densidad. En la segunda reacción se obtuvo el biolubricante a partir de biodiésel utilizando cuatro catalizadores (MOR, ZSM-5, ZY, AMB) con los que se realizaron pruebas preliminares. Los resultados de cada catalizador se analizaron por espectrometría de infrarrojo (IR) y análisis termo gravimétrico, (TGA) para escoger los que presentaron mayor conversión. A continuación, se realizó un diseño de experimentos variando la cantidad de catalizador, la temperatura y el catalizador; con el fin de encontrar las condiciones de síntesis que presentaron mayor conversión. Finalmente se seleccionó los mejores resultados para cada catalizador

y se determinaron propiedades fisicoquímicas. El diagrama de la figura 4 muestra un resumen de los pasos que se llevaron a cabo para la síntesis del biolubricante.

## 1.1 OBTENCIÓN DEL BIODIÉSEL

En la obtención del biodiésel se tuvieron en cuenta las condiciones de operación reportadas previamente en la literatura. Marchetti *et al.* [43] recomiendan agregar un exceso de alcohol o retirar algún producto para que la reacción se vea favorecida hacia los productos, donde lo más común es agregar alcohol del que estequiométricamente se requieren tres moles por mol de aceite. Según Rojas *et al.* [23] la relación recomendada alcohol:aceite con un catalizador básico como NaOH o KOH es 6:1, ya que proporciona una alta conversión; además, para estos catalizadores se recomienda usar de 0,2 a 1,6% p/p del aceite. Al iniciar la reacción se encuentran dos fases, una de aceite y otra de alcohol/catalizador, por lo que se debe implementar una agitación magnética entre 360 y 600 rpm para que se presente el contacto entre éstas [23].

La temperatura de reacción debe estar por debajo del punto de ebullición del alcohol, que en este caso es metanol, para evitar que se evapore y produzca burbujas que interfieran con la velocidad de reacción; un rango de operación entre 60 y 65°C favorece la cinética de la transesterificación [23,44]. A partir de los parámetros reportados, se llevó a cabo la transesterificación del AH empleando un balón de 250 mL, una plancha de calentamiento, un agitador mecánico Heidolph RZR 2041, un baño de aceite y una termocupla para controlar la temperatura.

**1.1.1 Pruebas preliminares:** Se realizaron tres pruebas preliminares variando la cantidad de catalizador (%p/p peso de catalizador/peso aceite), KOH, y el tiempo de reacción, manteniendo constante la temperatura, relación molar alcohol: aceite

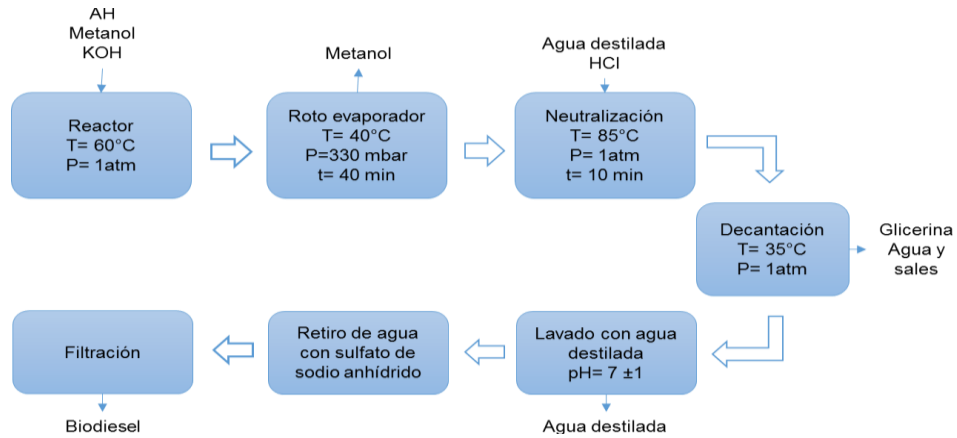
y agitación tal como se muestra en la tabla 1, para determinar las mejores condiciones de operación reportadas en otras investigaciones [22,23].

**Tabla 1. Variables de los experimentos preliminares.**

<b>EXPERIMENTO</b>	<b>Tiempo [h]</b>	<b>Cantidad de catalizador [%p/p]</b>
1	2,5	1,5
2	1	3,0
3	2	1,5

Los experimentos preliminares se llevaron a cabo calentando el AH a una temperatura de 60°C con relación molar 6:1 a presión atmosférica con agitación mecánica de 300 rpm; simultáneamente, se calentó una mezcla de metanol y KOH a 55 °C que posteriormente fue añadida al AH. Al finalizar la reacción, se roto evaporó para eliminar los residuos de metanol, después se neutralizó con HCl en agua destilada a 80°C y luego se adicionó a la reacción con una temperatura de 85°C, donde se dejó agitar por 10 minutos e inmediatamente se decantó hasta que la mezcla llegó a una temperatura de 35 °C, temperatura a la que se separa el biodiésel, el glicerol y el agua con sales formadas. Posteriormente, el biodiésel se lava con agua destilada hasta llegar a un pH neutro, a continuación, se mezcló el biodiésel con sulfato de sodio anhídrido ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) en una relación de 1% p/p respecto al peso del biodiésel para retirar el exceso de agua y finalmente se filtró para retirar el  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . En la figura 5 se observa el diagrama con un resumen de las etapas que se llevaron a cabo para la obtención del biodiésel.

**Figura 5. Diagrama de etapas para la obtención de biodiésel.**



**1.1.2 Análisis de viscosidad y densidad:** para determinar la densidad a 15 y 40°C se utilizó un picnómetro y una balanza analítica con una precisión de 4 cifras decimales, para el análisis a 15°C se refrigeró la muestra hasta alcanzar dicha temperatura y para el análisis a 40°C se utilizó una plancha de calentamiento. Por medio del equipo Brookfield Programmable DV-III + Rheometer se determinó la viscosidad cinemática a 40°C a partir de la viscosidad dinámica ofrecida por el mismo.

**1.1.3 Síntesis del biodiésel con las mejores condiciones:** Se escogieron las condiciones de operación que dieron los parámetros más cercanos con la norma ISO 3104 para viscosidad cinemática y densidad. Finalmente se realizó un análisis de TGA y FTIR para evaluar la conversión de triglicéridos a ésteres.

## 1.2 OBTENCIÓN DEL BIOLUBRICANTE

El biolubricante se sintetizó por una reacción de transesterificación entre los FAMES y el TMP. Se realizaron 4 pruebas preliminares y un blanco con el fin determinar la

mayor conversión; las pruebas preliminares cada una con un catalizador diferente y el blanco sin catalizador.

Para la síntesis de POEs por el método de transesterificación, se debe generar vacío para retirar el metanol que se va formando y así aumentar el rendimiento. Se encontraron condiciones de operación importantes reportadas en artículos, como la temperatura entre 120 y 220°C; relación molar FAMES: TMP entre 3:1 y 3,2:1, tiempo de reacción de 1 a 7 h y presión de 0.01 bar a 10 mbar [ 5,27,45].

**1.2.1 pruebas preliminares:** El montaje para la reacción consistía en un reactor de 100 mL con tres bocas con un volumen de trabajo del 70%, éste se conectó a un condensador de reflujo por el que se hacía circular agua a una temperatura promedio de 12°C, una bomba de vacío que ofrecía una presión de 70 mbar para retirar el metanol que se producía, una plancha de calentamiento con un baño de aceite a 170°C, relación molar de biodiésel y TMP 3:1, relación de catalizador 0,5% p/p (peso catalizador/peso total de la reacción), tiempo de reacción de 7 horas desde que se agregó el catalizador y finalmente para garantizar un buen contacto entre reactivos se utilizó un agitador magnético a 350 rpm.

Los catalizadores utilizados fueron 3 zeolitas calcinadas a 550°C por 5 horas y una resina de intercambio iónico, cuyas referencias se encuentran entre paréntesis, entre las zeolitas está la Mordenita (CBV21A), la ZSM-5 (CBV2314), la zeolita Y (CBV712) y la resina iónica Amberlyst 35 DRY.

**1.2.2 Análisis de IR y TGA:** Se analizaron las muestras de biolubricante con los catalizadores MOR, ZMS-5, ZY, AMB y el BLANCO por medio de IR y TGA para determinar la conversión y observar si se generó actividad catalítica respecto al

blanco. Para el análisis de espectrometría de infrarrojo se empleó un equipo de espectrometría de infrarrojo de transformada de Fourier modelo TENSOR 27 BRUKER y el análisis termogravimétrico se realizó en una Balanza Termogravimétrica TA-Instrument MOD-2050 con un flujo de aire de 50 mL/min, con una temperatura de inicio de 30°C y una rampa de calentamiento de 5°C/min hasta una temperatura final de 600°C. La conversión se calculó tomando los pesos de los reactivos antes y después de iniciar la reacción, con estos pesos, el porcentaje de masa perdido y la fórmula convencional de conversión se determinaron los parámetros equivalentes a cada experimento.

**1.2.3 Diseño de experimentos:** Se planteó un diseño de experimentos factorial  $2^k$  con  $k=3$ , los parámetros se seleccionaron de la siguiente forma: para el tipo de catalizador se tomaron los 2 mejores resultados preliminares, para la cantidad de catalizador se tomó un valor por encima y otro por debajo respecto a los experimentos preliminares en un valor de 0,1 y para la temperatura dos valores pertinentes según lo reportado en la literatura [5]. Los resultados del diseño de experimentos se analizaron estadísticamente por medio de un ANOVA utilizando el software Desing Expert 11. En la tabla 2 se pueden ver los factores y niveles con que se realizaron los experimentos.

**Tabla 2. Factores y niveles del diseño de experimentos.**

Factor	Niveles	
Temperatura	140 °C	170 °C
% p/p de Catalizador	0,4	0,6
Catalizador	Catalizador 1	Catalizador 2

El montaje para el diseño de experimentos fue el mismo que para los preliminares con una variante en el volumen de trabajo reducido al 50%, debido a la disponibilidad de catalizador. Se trabajó la misma relación molar de 3:1 (biodiésel:TMP) con base en la estequiometría y el volumen de trabajo; el catalizador utilizado varió entre 0,4 y 0,6% p/p y la temperatura varió entre 140 y 170°C, el tiempo de reacción y la agitación permanecieron constantes en 7 horas y 350 rpm respectivamente.

### **1.3 ANÁLISIS DE PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS**

Se escogió el biolubricante con la mayor conversión para cada catalizador y se realizaron pruebas de viscosidad cinemática, densidad, índice de viscosidad y estabilidad térmica para evaluar si cumple con los parámetros de acuerdo con la norma ASTM D445 - 17a, ASTM D1217, ASTM D2270 respectivamente y para reemplazar el análisis de comportamiento térmico determinado en la norma ASTM D93 se utilizó un análisis termo gravimétrico tal lo como lo reportan Mahmud *et al.* [46] y Eychenne *et al.* [47].

**1.3.1 Análisis de densidad:** para la densidad se utilizó un picnómetro, una balanza analítica de cuatro cifras decimales y la definición de densidad (masa/volumen) para los cálculos correspondientes a una densidad de 40 y 100 °C.

**1.3.2 Análisis de viscosidad:** Para la viscosidad cinemática se analizaron las muestras de biolubricante a 40 y 100 °C utilizando el equipo Brookfield Programmable DV-III + Rheometer.

**1.3.3 Análisis de índice de viscosidad:** Para calcular el índice de viscosidad se utilizó la expresión empírica de Dean y Davis con la siguiente fórmula:

$$IV = \left[ \frac{L - U}{L - H} \right] * 100$$

Donde L y H son correlaciones que se hallan con la viscosidad cinemática a 100°C, estos parámetros son equivalentes a tener una viscosidad cinemática a 40°C de un aceite con índice de viscosidad cero y U es el valor de la viscosidad cinemática a 40°C.

**1.3.4 Análisis de estabilidad Térmica:** Para la estabilidad térmica se utilizó la herramienta de análisis Onset Point del software TRIOS v4.3.1 que determina la temperatura a la que el compuesto empieza su degradación térmica.

## 2. RESULTADOS

### 2.1 RESULTADOS PRELIMINARES BIODIÉSEL

Se realizaron análisis de viscosidad cinemática a 40°C y de densidad según la norma ASTM E14214 a 15°C para cada experimento, con la viscosidad dinámica que arrojaba el equipo y la densidad a 40°C se calculó la viscosidad cinemática. Los valores para cada experimento se presentan en la tabla 3.

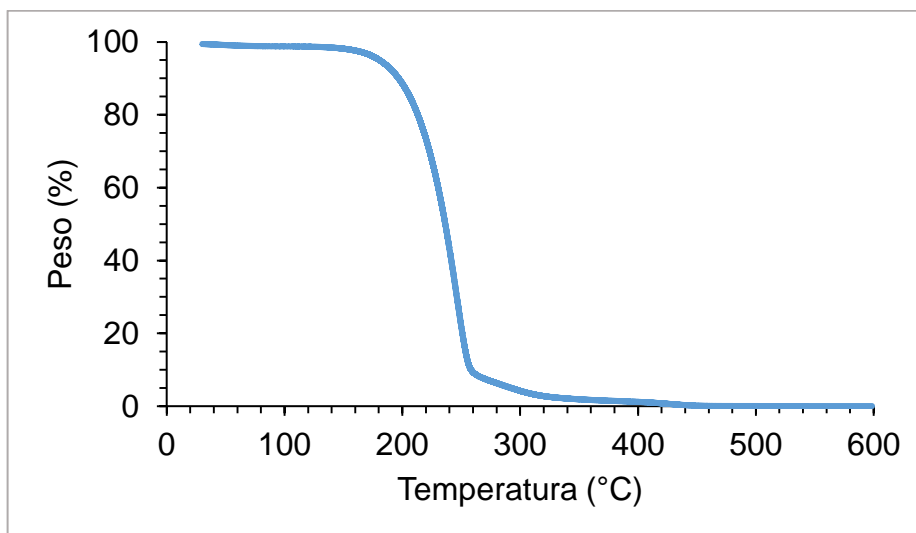
**Tabla 3. Propiedades fisicoquímicas del biodiésel.**

Experimento	Viscosidad dinámica [cps]	Viscosidad cinemática [mm <sup>2</sup> /s]	Densidad 40°C [g/ml]	Densidad 15°C [g/ml]
1	78,933	85,333	0,925	0,945
2	73,067	74,941	0,975	0,965
3	23,467	26,367	0,89	0,91

De acuerdo a la norma ASTM E14214, el valor máximo aceptado para la viscosidad cinemática a 40°C es 6,0 mm<sup>2</sup>/s, por lo que ningún experimento cumplió con el parámetro. Sin embargo, el experimento 3, con una temperatura de 60°C, 1,5% p/p de catalizador, 2 h de reacción, relación molar alcohol:AH 6:1, KOH como catalizador y una agitación de 300 rpm se obtuvo un valor de 26,367 mm<sup>2</sup>/s que es el más cercano y similar a los resultados obtenidos en una investigación previa del grupo de investigación, relacionada con síntesis de biodiésel a partir de AH, Ceballos *et al.* [48] obtuvieron un biolubricante con viscosidad de 24,84 mm<sup>2</sup>/s. Para la densidad a 15°C, el valor máximo permitido es 0,90 g/mL según la norma ASTM E14214. El experimento 3, con un valor de 0,91 g/mL se acerca considerablemente a lo esperado.

Estudios termo gravimétricos realizados para biodiésel de higuera por Farias [49] determinaron que la primera etapa de degradación que se presenta en un rango aproximado de 151-297°C pertenece a los FAMES sintetizados y la segunda etapa de degradación que se presenta en un rango aproximado de 260-395°C pertenece al AH sin reaccionar. Teniendo en cuenta esto, se puede decir que la primera pérdida de peso presentada de 140-292°C está relacionada con la degradación de biodiésel y la segunda pérdida de peso presentada de 292-450°C corresponde a la degradación del AH como se muestra en la figura 6. Se presentó una pérdida de peso de 94,44% para la primera etapa y 4,95% para la segunda etapa, indicando que la mayor cantidad de producto de reacción está relacionado con los FAMES.

**Figura 6. Termograma del biodiésel de higuera.**

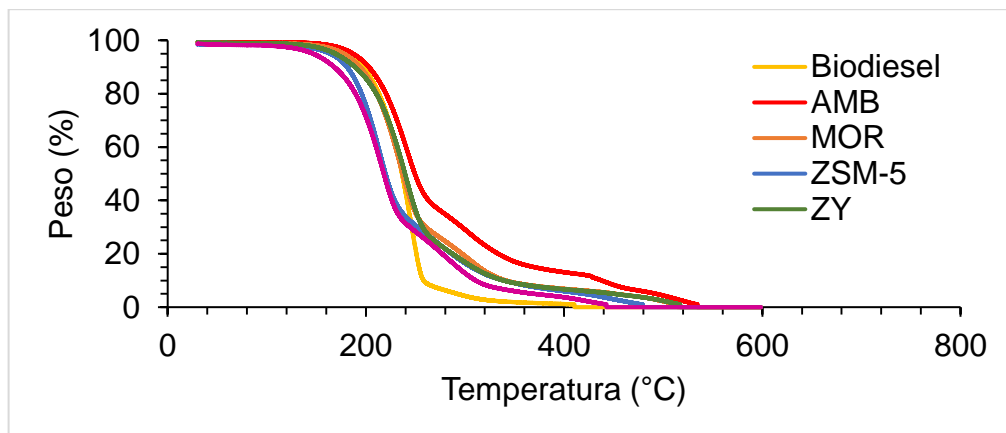


## 2.2 RESULTADOS BIOLUBRICANTE

**2.2.1 Resultados preliminares:** En estudios realizados previamente se pueden encontrar las temperaturas de inicio de descomposición de los diferentes compuestos presentes en el biolubricante, compuestos como biodiésel, TMP, AH, mono, di y tri esterres de TMP. El biodiésel es el primero en empezar su descomposición con una temperatura aproximada de 151°C como se nombró previamente [49], el segundo en aparecer es el AH con una temperatura cercana a 260°C [49], en este punto se presenta un solapamiento con la degradación del TMP que según sus fichas técnicas tiene una temperatura de ebullición alrededor de 304°C. También se pueden encontrar en este mismo punto monoésteres, de los que, según Eychenne *et.al.* [47] y Padmaja *et.al.* [34] aparecen en un rango aproximado de 307 a 336°C. Este último estudio asegura que se presenta una descomposición con valores ascendentes de temperatura para mono, di y tri esterres de TMP con aceite de palma y jatropha.

Los resultados de TGA obtenidos presentaron cuatro etapas de degradación (figura 7), la primera etapa inicia en aproximadamente 141°C y finaliza en un rango de 241-260°C, que puede estar relacionada con el biodiésel sin reaccionar; en este mismo rango inicia la segunda etapa de degradación hasta una temperatura aproximada de 330°C haciendo referencia a una mezcla de TMP, AH, y monoésteres de TMP y en la tercera rampa que inicia en 330°C y llega hasta un estimado de 430°C se presentan los diésteres de TMP. Finalmente encontramos una rampa entre 430 y 540°C donde están presentes los triésteres de TMP correspondientes al biodiésel no reaccionado. La sumatoria de estas tres últimas rampas representa a los POEs sintetizados en la reacción de transesterificación.

**Figura 7. Termograma de experimentos preliminares para cada catalizador y el blanco, comparado con el biodiésel.**



En la figura 7 se puede observar que el termograma correspondiente al blanco, presenta menor cantidad de POEs respecto a los termogramas de los cuatro (4) catalizadores utilizados. En la tabla 4 se observa la pérdida de peso que tuvo cada catalizador y el blanco, valores equivalentes a la sumatoria de las tres últimas etapas de degradación. Con un valor de 35,50% la AMB fue el catalizador que logró la conversión a la mayor cantidad de POEs, seguido del catalizador MOR con un 29,03%, convirtiéndolos en los mejores catalizadores de la experimentación preliminar. De esta manera los catalizadores seleccionados para el diseño de experimentos fueron la AMB y la MOR.

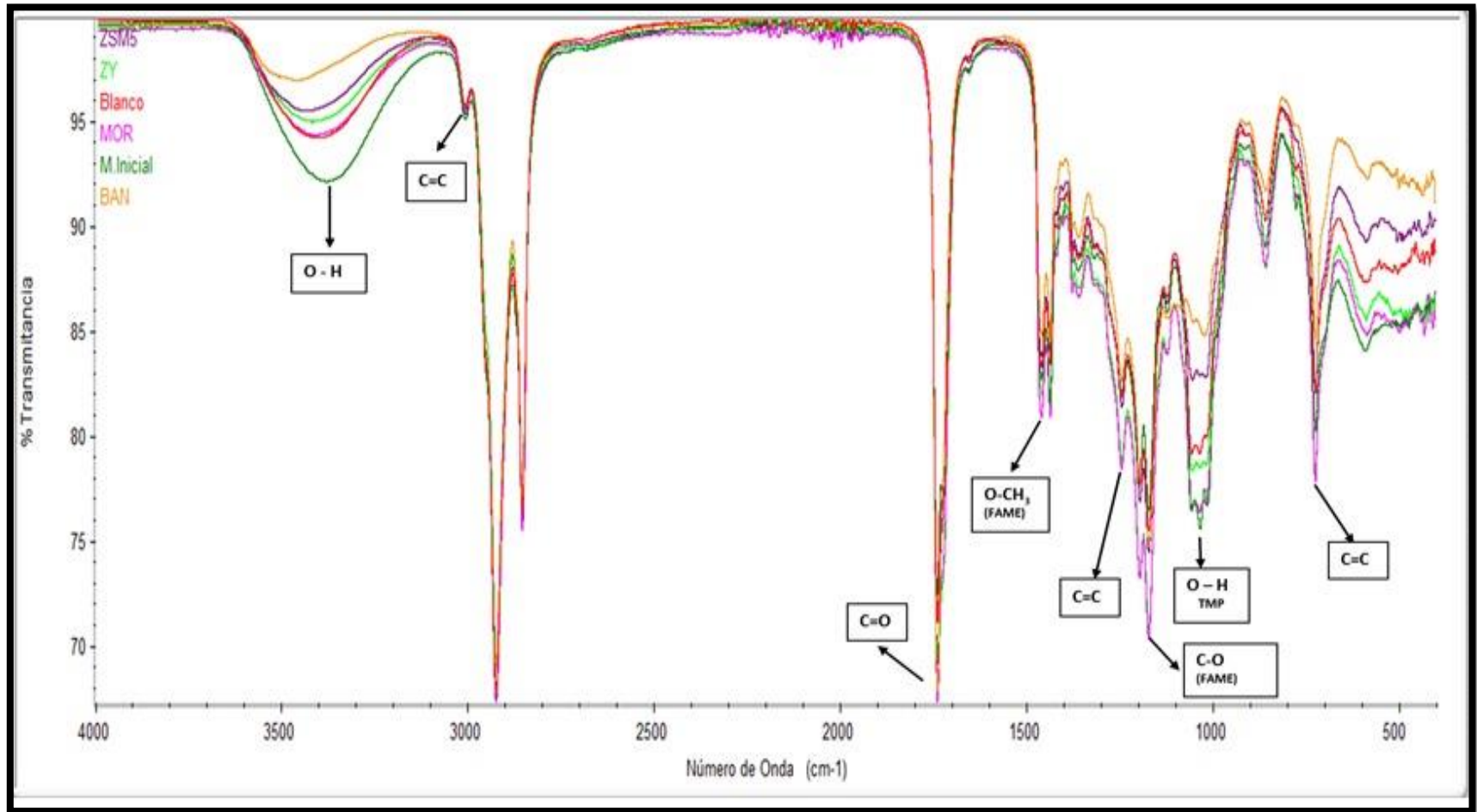
**Tabla 4. Pérdida de peso para cada catalizador.**

<b>Catalizador</b>	<b>Pérdida de peso total para las tres últimas etapas de degradación</b>
<i>AMB</i>	35,50%
<i>MOR</i>	29,03%
<i>ZSM-5</i>	28,20%
<i>ZY</i>	25,21%
<i>Blanco</i>	22,68%

Mientras que el TGA ofrece un análisis cuantitativo de los experimentos, el IR ofrece un análisis cualitativo, donde se pueden identificar los grupos funcionales de los productos de reacción. En este caso, un indicativo de conversión son los grupos -OH del TMP, que se encuentran en la banda de  $3500-3200\text{ cm}^{-1}$  y  $1070-990\text{ cm}^{-1}$  [50]. En las muestras resultantes debe presentarse una disminución de la intensidad respecto a la muestra inicial (compuesta únicamente por biodiésel y TMP). Otro indicativo es el grupo  $-\text{CH}_3$  perteneciente al metil-éster, que se encuentra en un rango cercano a  $1438\text{ cm}^{-1}$  y debe presentar una disminución que correspondiente a la vibración por deformación, al pasar de la estructura del metil-éster a la del metanol [43]. Interacciones como la del grupo  $\text{C}=\text{C}$  que se pueden ver en un rango cercano a  $3006$  y  $723\text{ cm}^{-1}$ , las del grupo  $\text{C}=\text{O}$  que se pueden ver en un rango cercano a  $1742\text{ cm}^{-1}$  y las del grupo  $\text{C}-\text{O}$  que se pueden ver en un rango cercano a  $1176\text{ cm}^{-1}$  deben permanecer constantes pues pertenecen a la estructura del AH que se conserva durante las dos transesterificaciones [50].

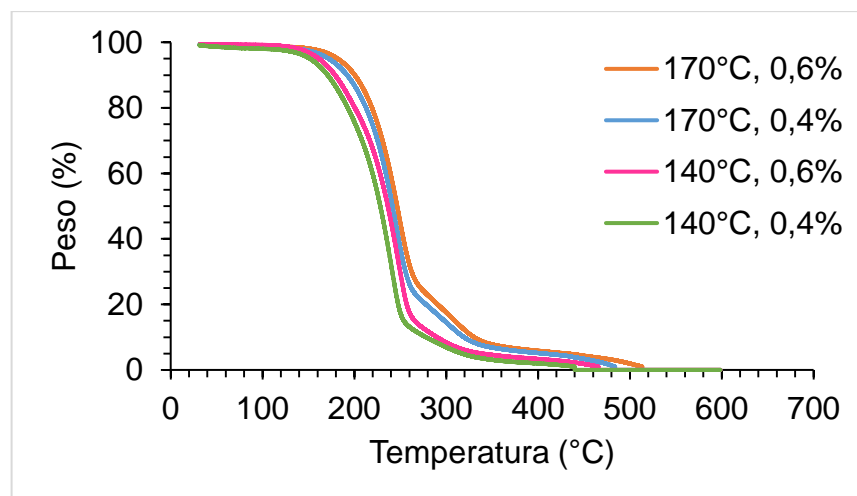
Los resultados obtenidos del IR que se pueden observar en la figura 8 indican una posible conversión de biodiésel a biolubricante, ya que se presenta una disminución en los rangos  $3500-3200\text{ cm}^{-1}$  y  $1070-990\text{ cm}^{-1}$  que pertenecen al grupo característico de los alcoholes y una disminución en el rango cercano a  $1438\text{ cm}^{-1}$  que pertenece al grupo funcional  $\text{CH}_3$  del metil éster. La disminución de la intensidad en los espectros se debe a que el metanol formado es retirado de la reacción. La interacción de los grupos funcionales característicos de los POEs se presentan en el Anexo B.

Figura 8. Análisis de IR de los experimentos preliminares de los POEs.

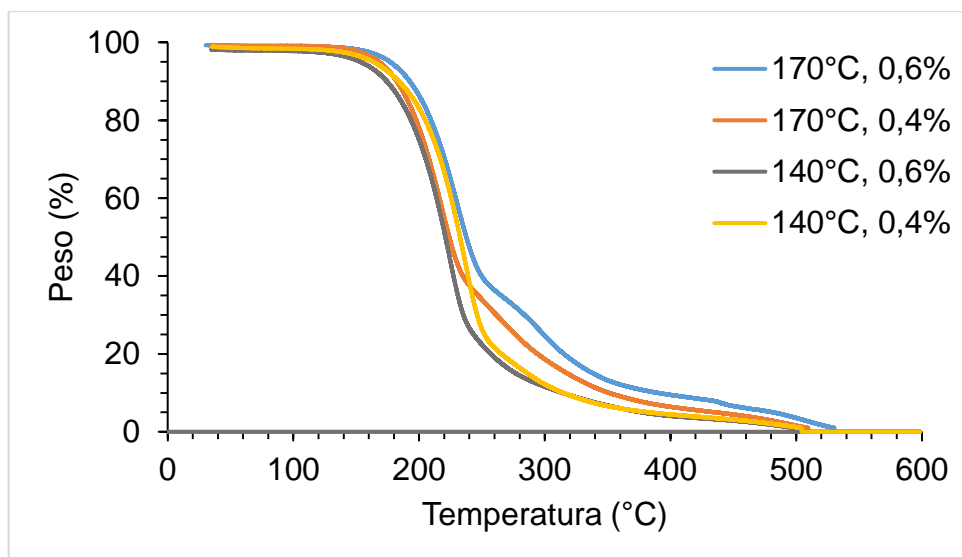


**2.2.2 Resultados diseño de experimentos:** Los resultados del diseño de experimentos  $2^3$  se analizaron por medio de un análisis ANOVA en el software Desing Expert 11 con el que se determinó el efecto de los factores temperatura, cantidad de catalizador y tipo de catalizador sobre la variable de respuesta, conversión. Según esto, se encontró que el modelo es significativo, ya que, el valor de probabilidad  $p$  es menor al nivel de significancia esperado (0,05). De acuerdo a los resultados, los valores de significancia para cada factor y sus respectivas combinaciones se encontró que las variables temperatura y catalizador son las más significativas del diseño. Estos resultados están acordes con lo reportado por otros autores como Åkerman *et al.* [27], Yunus *et al.* [51] y Özgülsün *et al.* [52] que encontraron que la temperatura de síntesis presenta un efecto positivo en la variable de respuesta, conversión. Los resultados encontrados en el ANOVA se pueden ver en anexo J.

**Figura 9. Termogramas de los experimentos realizados con el catalizador MOR.**

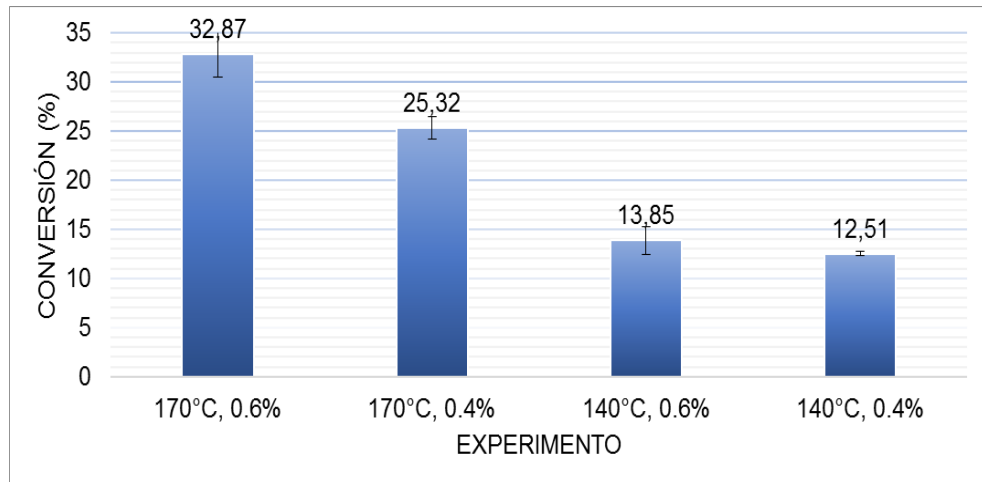


**Figura 10. Termogramas de los experimentos realizados con el catalizador AMB.**



A partir de las figuras 9 y 10 en las que se pueden ver los termogramas para cada catalizador, se obtuvo la pérdida de peso y con los pesos iniciales y finales de las muestras para cada reacción, se calculó la conversión. En la figura 11 se presentan los valores obtenidos para el catalizador MOR de los cuales se puede corroborar que la cantidad de catalizador no fue una variable significativa para las reacciones hechas a 140°C, con una diferencia de conversión de 1,34% entre sí. Mientras que las conversiones obtenidas a una temperatura de 170°C presentan una diferencia en la conversión de 7,55% entre experimentos, dejando ver el efecto positivo de la combinación temperatura-cantidad de catalizador encontrada en el ANOVA.

**Figura 11. Conversión para las reacciones con el catalizador MOR.**

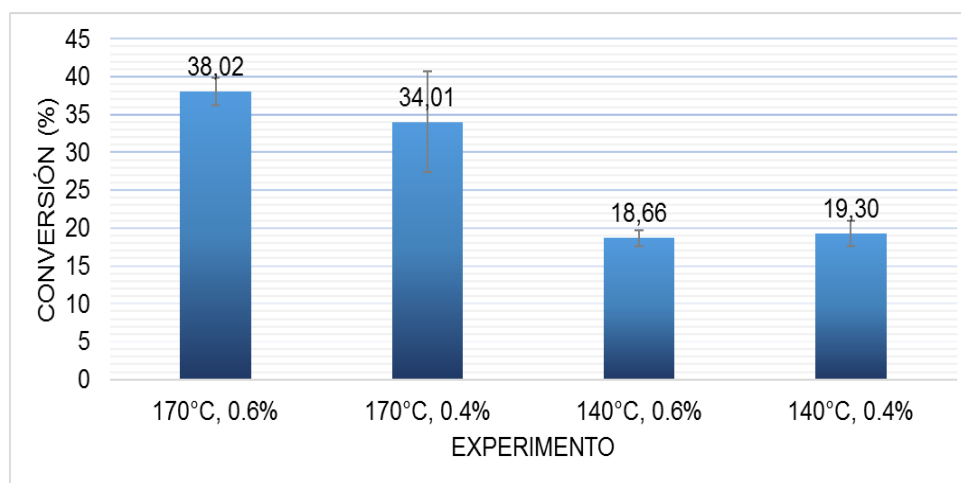


El efecto positivo de la temperatura se presenta para ambos catalizadores, donde los experimentos realizados a una temperatura de 170°C presentaron una mayor degradación térmica respecto a los realizados a la temperatura de 140°C. El efecto del tipo de catalizador se ve reflejado en que uno presenta mayor conversión respecto al otro. En los termogramas obtenidos se presenta una mayor pérdida de peso en el rango de 260 a 600°C para el catalizador AMB respecto al catalizador MOR, evidenciando una mayor actividad catalítica por parte del catalizador AMB pues una mayor pérdida de peso en los termogramas de los POEs es equivalente a una mayor conversión. También se encontraron los efectos que tenía la combinación de las variables, dando como resultado que las combinaciones temperatura-cantidad de catalizador, cantidad de catalizador-tipo de catalizador y la combinación de las tres variables (temperatura, tipo de catalizador y cantidad de catalizador) no son significativas para el modelo, tal como se puede observar en el diagrama de pareto en el anexo H.

Los valores de conversión para el catalizador AMB se calcularon de igual forma que los del catalizador MOR. Estos cálculos se pueden encontrar en el anexo E y se

muestran en la figura 12 de la que se puede ver que, al igual que con el catalizador MOR la cantidad de catalizador no presenta un efecto positivo para las reacciones llevadas a cabo a una temperatura de 140°C con una diferencia en la conversión de 0,64% entre sí, donde la reacción obtenida con 0,4% p/p de catalizador tiene mayor conversión que la obtenida con 0,6% p/p de catalizador. Mientras que, cuando la temperatura de reacción asciende a 170°C este problema se reduce, dando una conversión superior para la reacción de 0,6% p/p de catalizador con una conversión de 38,02% y una conversión de 34,01% para la reacción con 0,4% p/p de catalizador.

**Figura 12. Conversión para las reacciones con el catalizador AMB.**



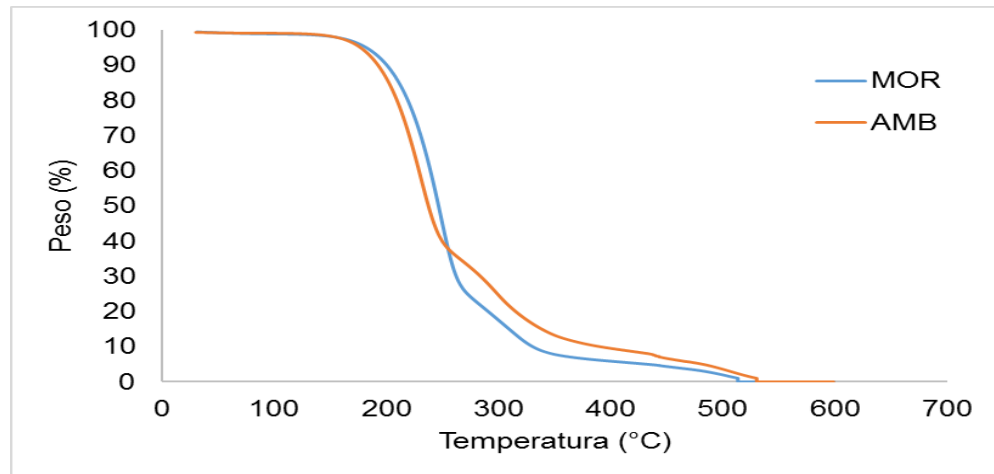
Tomando el peso final de los POEs, las pérdidas de peso obtenidas de los termogramas, la cantidad máxima teórica de producto deseado y la fórmula convencional de rendimiento se calculó el rendimiento que tuvo cada reacción. La mejor reacción con el catalizador MOR tuvo un rendimiento de 25,46% y la mejor reacción para el catalizador AMB un rendimiento de 30,89%, esto deja ver que los resultados obtenidos no fueron los esperados comparados con trabajos anteriores. Masood *et al.* [37], que obtuvo un rendimiento de 91-92%, en tiempos de reacción

de 6 a 8 horas, con metóxido de calcio como catalizador, metilésteres de aceite de palma y TMP como reactivos a 180°C y Silva *et al.* [5] a partir de AH con TMP, temperatura de reacción de 120°C, metóxido de sodio como catalizador y 1 a 7 horas de reacción obtuvo un rendimiento de 70%. Esto se puede deber a la diferencia en tiempos de reacción, reactivos, temperatura de reacción y principalmente el tipo de catalizador.

Aunque los resultados con el AH tanto en otros estudios como en el presente son menores respecto a la cantidad de producto deseado, este aceite presenta la ventaja de no competir con la industria alimentaria, buena producción de litros por hectárea y mejores propiedades por su estructura química al presentar un grupo OH, tal como se nombró anteriormente. De igual forma los catalizadores heterogéneos ácidos no ofrecen conversiones altas, pero tienen ventajas como la no saponificación del producto, separación y purificación del mismo más fácil y menor toxicidad por corrosión en el biolubricante [53,54].

De las figuras anteriores se puede decir que las condiciones de operación que arrojaron los mejores resultados con una mayor pérdida de peso y una mayor conversión para ambos catalizadores fueron 170°C y 0.6% p/p de catalizador. En la figura 13 se hizo una comparación de las curvas de degradación entre los mejores resultados del catalizador MOR y el catalizador AMB, a partir de esto se puede ver que el catalizador AMB presenta una mayor actividad catalítica respecto al catalizador MOR con una diferencia en la conversión de 5,16% a favor del catalizador AMB.

**Figura 13. Termograma de mejores resultados para catalizadores AMB y MOR.**



Al finalizar las reacciones se filtró el biolubricante obtenido para retirar y recuperar el catalizador utilizado. Tanto el catalizador AMB como el catalizador MOR se separaron según sus temperaturas de trabajo y se lavaron con etanol para retirar producto residual en su estructura. Al finalizar el lavado de catalizadores se realizó un análisis de IR para verificar la estructura del catalizador antes y después de la reacción. El catalizador MOR presentó menos cambios en su estructura después de la reacción, esto se debe a que este catalizador tiene una mayor estabilidad térmica con una temperatura de trabajo máxima de 1000°C tal como se reporta en sus fichas técnicas [39]. Mientras que el catalizador AMB presentó más cambios en su estructura debido a que su temperatura máxima de trabajo reportada en sus fichas técnicas es de 150°C [42].

## 2.3 ANÁLISIS DE PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS

Las propiedades fisicoquímicas que se analizaron fueron: Densidad, Viscosidad, IV y estabilidad térmica. Los análisis se realizaron a los biolubricantes obtenidos por los catalizadores MOR y AMB a una temperatura de 170°C y 0,6% p/p de catalizador, estos se compararon con el AH para verificar cambios en sus propiedades. Los resultados obtenidos se encuentran en la tabla número 5.

**Tabla 5. Propiedades fisicoquímicas analizadas.**

Experimento	Densidad [g/ml]	Viscosidad 40°C [mm <sup>2</sup> /s]	IV	Estabilidad térmica [C]
Aceite de Higuera	0,950	257,6	79	307,35
Biodiesel	0,910	22	187,72	214,74
Biolubricante 1 (obtenido con catalizador AMB)	0,960	35	149,16	196,63
Biolubricante 2 (obtenido con catalizador MOR)	0,959	37	118,98	213,43

**2.3.1 Análisis de densidad:** como se puede observar en la tabla 5 la densidad del AH, es muy cercana a la de los biolubricantes 1 y 2 debido a que la estructura del AH es similar a la estructura de los biolubricantes obtenidos. Al hacer la sustitución del glicerol por el polioliol no se presenta un cambio significativo en esta variable [55]. En cambio, al hacer la comparación con el biodiésel se puede evidenciar un aumento en el valor de 0,04 g/mL aproximadamente. El aumento de la densidad al pasar de biodiésel a biolubricante puede ser un indicativo de la conversión al ser el

valor parecido al del AH, pues la estructura del biolubricante es parecida a la del AH y su peso molecular es similar.

**2.3.2 Análisis de viscosidad:** al analizar la viscosidad se tomó el valor obtenido a 40°C de los dos mejores lubricantes y el biodiésel. De la tabla 5 se puede ver que el lubricante 2 tiene una mayor viscosidad, con un valor de 37 mm<sup>2</sup>/s que está por encima en un valor de 2 mm<sup>2</sup>/s respecto al biolubricante 1. Las viscosidades de los lubricantes fueron superiores a las obtenidas para el biodiésel indicando la presencia de POEs, debido a que a través de la segunda transesterificación los esteres pasan a formar un triéster de TMP con mayor viscosidad [26]. Con las viscosidades obtenidas según la norma ASTM D242-97 se clasificaron en el grado de viscosidad ISO VG 32, que permite determinar las posibles aplicaciones industriales.

Al comparar con otros lubricantes industriales que se encuentran en el grado de viscosidad ISO VG 32 como los que fabrica BARDAHL DE MEXICO S.A. [56] serían adecuados para sistemas hidráulicos tales como prensas, máquinas de moldeo de plástico por inyección y soplado, máquinas de control numérico (NC), máquinas herramientas, sistemas con servo válvulas, unidades de potencia, etc., es decir, en equipos que requieran un alto nivel de protección anti desgaste sin características de extrema presión. A pesar de que los biolubricantes 1 y 2 son aptos para estas aplicaciones es importante realizar otros análisis que puedan determinar otras fallas comunes, como la estabilidad oxidativa.

**2.3.3 Análisis de IV:** el índice de viscosidad que se ha reportado en varios artículos, está en un rango de 130-210, Da silva *et al.* [12], encontraron que un biolubricante con un IV mayor a 130 puede encontrar una gran variedad de aplicaciones. Como

se observa en la tabla 5, el IV de los biolubricantes 1 y 2 mejoró considerablemente en comparación con el AH y el biodiésel, siendo el biolubricante 1 con un IV de 149.16 mejor que el biolubricante 2 que tuvo un IV de 118.98.

**2.3.4 Estabilidad térmica:** la estabilidad térmica es un parámetro que permite medir la resistencia a la degradación térmica de un compuesto. Mahmud *et al.* [46] determinaron propiedades fisicoquímicas de un lubricante sintetizado a partir de ácido oleico, TMP y PE, tales como IV, punto de congelación, punto de inflamación y estabilidad térmica, teniendo como resultado una buena estabilidad térmica de 189°C para ésteres de TMP y 177°C para ésteres de PE. A partir del análisis termo gravimétrico se determinó la estabilidad térmica del biolubricante 1 y 2 donde inician su degradación térmica a una temperatura de 213,43°C y 196,63°C respectivamente, que comparados con los resultados de Mahmud *et al.* [46] se considera una buena estabilidad térmica.

### 3. CONCLUSIONES

Se sintetizó un biolubricante a partir de aceite de higuera y trimetilolpropano donde el catalizador Amberlyst 35 Dry presentó la mayor conversión con un valor de 38,02%. Sin embargo, estos resultados de conversión son inferiores a los reportados con catálisis tanto heterogénea como homogénea.

Para la reacción de transesterificación entre metilésteres de higuera y trimetilolpropano por medio de un análisis estadístico ANOVA, se determinó que la variable más significativa fue la temperatura seguida del tipo de catalizador, sobre la variable de respuesta, conversión. Es decir, mayores temperaturas favorecen la formación de poliésteres y al emplear el catalizador Amberlyst 35 Dry se presentan mayores conversiones comparadas con el catalizador zeolita mordenita.

Se encontró que el biolubricante sintetizado utilizando Amberlyst 35 Dry como catalizador es el mejor, ya que presenta densidad de 0,960g/mL, viscosidad cinemática a 40°C de 35 mm<sup>2</sup>/s, índice de viscosidad de 149,16 y estabilidad térmica de 196,63 °C. A pesar de que el biolubricante sintetizado con zeolita mordenita presenta mayor viscosidad cinemática y estabilidad térmica, sus valores no difieren significativamente de los obtenidos con la resina; mientras que, el índice de viscosidad sí presenta una mejora considerable respecto al biodiesel sintetizado a partir de aceite de higuera y el biolubricante sintetizado con el catalizador zeolita mordenita.

#### 4. RECOMENDACIONES

Realizar un diseño de experimentos en el que una de las variables sea la presión de trabajo y otra la relación molar alcohol:aceite para estudiar si hay efectos positivos o negativos en la conversión de metilésteres a poliolésteres de trimetilolpropano.

El mejor biolubricante se obtuvo con un catalizador mesoporoso, por lo que, se recomienda utilizar catalizadores mesoporosos o macroporosos que faciliten el paso de moléculas de alto peso molecular como lo son los poliolésteres de trimetilolpropano a los sitios activos.

Para obtener una mejor identificación de los compuestos presentes en el biolubricante, se recomienda hacer un análisis de cromatografía líquida de alta resolución, ya que es una herramienta más precisa que permite cuantificar la conversión del reactivo principal hacia mono, di y tri ésteres de TMP.

Analizar otras propiedades fisicoquímicas de los biolubricantes obtenidos como estabilidad oxidativa, punto de fluidez, índice de acidez y biodegradabilidad para determinar si se requiere añadir aditivos que mejoren sus propiedades fisicoquímicas.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] BOKADE, Vijay; YADAV, G. D. Synthesis of bio-diesel and bio-lubricant by transesterification of vegetable oil with lower and higher alcohols over heteropolyacids supported by clay [K-10]. *Process Safety and Environmental Protection*, 2007. vol. 85, no 5, p. 372-377.
- [2] ARBAIN, Noor Hafizah; SALIMON, Jumat. Synthesis and characterization of ester trimethylolpropane based jatropha curcas oil as biolubricant base stocks. *Journal of Science and Technology*, 2010. vol. 2, no 2.
- [3] DURRETT, Timothy P.; BENNING, Christoph; OHLROGGE, John. Plant triacylglycerols as feedstocks for the production of biofuels. *The Plant Journal*, 2008. vol. 54, no 4, p. 593-607.
- [4] YUNUS, Robiah, et al. A simple capillary column GC method for analysis of palm oil-based polyol esters. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2002. vol. 79, no 11, p. 1075-1080.
- [5] DA SILVA, José André Cavalcanti; HABERT, Alberto Cláudio; FREIRE, Denise Maria Guimarães. A potential biodegradable lubricant from castor biodiesel esters. *Lubrication Science*, 2013. vol. 25, no 1, p. 53-61.
- [6] GRYGLEWICZ, S.; PIECHOCKI, W.; GRYGLEWICZ, G. Preparation of polyol esters based on vegetable and animal fats. *Bioresource Technology*, 2003. vol. 87, no 1, p. 35-39.
- [7] HILLION, Gérard; PRORIOL, David. Synthesis of a high-grade lubricant from sunflower oil methyl esters. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 2003. vol. 10, no 5-6, p. 370-372.
- [8] GRYGLEWICZ, Stanislaw. Rapeseed oil methyl esters preparation using heterogeneous catalysts. *Bioresource Technology*, 1999. vol. 70, no 3, p. 249-253.

- [9] ESPICHAN JÁUREGUI, Francisco. Evaluación de la deshidratación del aceite de ricino [*Ricinus Communis*] y su potencial aplicación como lubricante. 2011.
- [10] DI-HUA, Tao; BIN, Ye. Modification of the chemical structure of an environmentally-friendly castor oil lubricant. *Journal of Synthetic Lubrication*, 2004. vol. 21, no 1, p. 59-64.
- [11] SCHNEIDER, Manfred P. Plant-oil-based lubricants and hydraulic fluids. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2006. vol. 86, no 12, p. 1769-1780.
- [12] DA SILVA, José André Cavalcanti. Biodegradable lubricants and their production via chemical catalysis. En *Tribology-Lubricants and Lubrication*. InTech, 2011.
- [13] KUZMINSKA, Maryna; BACKOV, Rénal; GAIGNEAUX, Eric M. Behavior of cation-exchange resins employed as heterogeneous catalysts for esterification of oleic acid with trimethylolpropane. *Applied Catalysis A: General*, 2015. vol. 504, p. 11-16.
- [14] YEGANEH, Hamid; MEHDIZADEH, Mohammad Reza. Synthesis and properties of isocyanate curable millable polyurethane elastomers based on castor oil as a renewable resource polyol. *European Polymer Journal*, 2004. vol. 40, no 6, p. 1233-1238.
- [15] SOMANI, Keyur P., et al. Castor oil based polyurethane adhesives for wood-to-wood bonding. *International journal of adhesion and adhesives*, 2003. vol. 23, no 4, p. 269-275.
- [16] DÍAS, Fabrício M.; ROCCO LAHR, F. A. Fabricación de madera contraplacada con adhesivo poliuretano alternativo a base de ricino. *Maderas. Ciencia y tecnología*, 2003. vol. 5, no 2, p. 163-175.
- [17] BENAVIDES, Alirio; BENJUMEA, Pedro; PASHOVA, Veselina. El biodiésel de aceite de higuera como combustible alternativo para motores diesel. *Dyna*, 2007. vol. 74, no 153.

- [18] MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA. Bioenergía es una solución para detener el cambio climático. Bogotá D.C. 2011.
- [19] MACHADO, R.; SUÁREZ, J.; ALFONSO, Marlen. Caracterización morfológica y agroproductiva de procedencias de *Ricinus communis* L. para la producción de aceite. *Pastos y Forrajes*, 2012. vol. 35, no 4, p. 381-392.
- [20] VELÁSQUEZ, Jorge A.; LOZADA, J. Ricardo. Transesterificación alcalí-catalizada del aceite de higuera. *Revista Investigaciones Aplicadas*, 2009. vol. 3, no 2, p. 1.
- [21] ZHANG, Yea, et al. Biodiesel production from waste cooking oil: 2. Economic assessment and sensitivity analysis. *Bioresource technology*, 2003. vol. 90, no 3, p. 229-240.
- [22] BENJUMEA, Pedro N.; AGUDELO, John R.; CANO, Gabriel Jaime. Estudio experimental de las variables que afectan la reacción de transesterificación del aceite crudo de palma para la producción de biodiésel. *Scientia et Technica*, 2004. vol. 10, no 24.
- [23] ROJAS GONZÁLEZ, Andrés Felipe, et al. Variables de operación en el proceso de transesterificación de aceites vegetales: una revisión-catálisis química. *Ingeniería e Investigación*, 2009. vol. 29, núm. 3, p. 17-22.
- [24] CERVERÓ, José María; COCA, José; LUQUE, Susana. Production of biodiésel from vegetable oils. *Grasas y aceites*, 2008. vol. 59, no 1, p. 76-83.
- [25] CONCEIÇÃO, Marta M., et al. Rheological behavior of castor oil biodiésel. *Energy & Fuels*, 2005. vol. 19, no 5, p. 2185-2188.
- [26] RAMÍREZ ROMERO, Alberto de Jesús. Estudio experimental de las propiedades fisicoquímicas y tribológicas de un biolubricante formulado a partir de aceite de higuera. 2014.

- [27] ÅKERMAN, Cecilia Orellana, et al. Clean synthesis of biolubricants for low temperature applications using heterogeneous catalysts. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 2011. vol. 72, no 3-4, p. 263-269.
- [28] ISBELL, Terry A., et al. Physical properties of triglyceride estolides from lesquerella and castor oils. *Industrial crops and products*, 2006. vol. 23, no 3, p. 256-263.
- [29] DA SILVA, José André Cavalcanti, et al. Enzymatic production and characterization of potential biolubricants from castor bean biodiesel. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 2015. vol. 122, p. 323-329.
- [30] SALIMON, Jumat; SALIH, Nadia; YOUSIF, Emad. Biolubricant basestocks from chemically modified ricinoleic acid. *Journal of King Saud University-Science*, 2012. vol. 24, no 1, p. 11-17.
- [31] NEMESTÓTHY, Nándor, et al. Biotechnological utilisation of fusel oil, a food industry by-product-A kinetic model on enzymatic esterification of i-amyl alcohol and oleic acid by *Candida antarctica* lipase B. *Food Technology and Biotechnology*, 2008. vol. 46, no 1, p. 44-50.
- [32] NAGENDRAMMA, Ponnekanti; KAUL, Savita. Development of ecofriendly/biodegradable lubricants: An overview. *Renewable and sustainable energy reviews*, 2012. vol. 16, no 1, p. 764-774.
- [33] SCHNEIDER, Manfred P. Plant-oil-based lubricants and hydraulic fluids. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2006. vol. 86, no 12, p. 1769-1780.
- [34] PADMAJA, Korlipara V., et al. 10-Undecenoic acid-based polyol esters as potential lubricant base stocks. *Industrial crops and products*, 2012. vol. 35, no 1, p. 237-240.
- [35] MARCHETTI, J. M.; MIGUEL, V. U.; ERRAZU, A. F. Possible methods for biodiesel production. *Renewable and sustainable energy reviews*, 2007. vol. 11, no 6, p. 1300-1311.

[36] DOSSAT, Valerie; COMBES, Didier; MARTY, Alain. Lipase-catalysed transesterification of high oleic sunflower oil. *Enzyme and Microbial Technology*, 2002. vol. 30, no 1, p. 90-94.

[37] MASOOD, Hassan, et al. Synthesis and characterization of calcium methoxide as heterogeneous catalyst for trimethylolpropane esters conversion reaction. *Applied Catalysis A: General*, 2012. vol. 425, p. 184-190.

[38] NAGENDRAMMA, Ponnekanti; KAUL, Savita. Development of ecofriendly/biodegradable lubricants: An overview. *Renewable and sustainable energy reviews*, 2012. vol. 16, no 1, p. 764-774.

[39] ZEOLYST INTERNATIONAL. Fichas de datos de seguridad de la zeolita CBV 21A. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en [https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/mordenite/\\_jcr\\_content/par/textimage.stream/1505121997912/12502fa96e727e3fd14ff8959533a3d43fe89f45ea43255c958f41fc74184f84/cbv-21-a-sds-2014.pdf](https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/mordenite/_jcr_content/par/textimage.stream/1505121997912/12502fa96e727e3fd14ff8959533a3d43fe89f45ea43255c958f41fc74184f84/cbv-21-a-sds-2014.pdf)

[40] ZEOLYST INTERNATIONAL. Fichas de datos de seguridad de la zeolita CBV 2314. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en [https://www.zeolyst.com/safety-data-sheets/\\_jcr\\_content/par/tabbedcontent/tab\\_364242439/textimage.stream/1505982544904/ad9687157e361aefb525167f5e6888090564d4207bea4ab1ca2d90d874ec22bb/cbv-2314.pdf](https://www.zeolyst.com/safety-data-sheets/_jcr_content/par/tabbedcontent/tab_364242439/textimage.stream/1505982544904/ad9687157e361aefb525167f5e6888090564d4207bea4ab1ca2d90d874ec22bb/cbv-2314.pdf)

[41] ZEOLYST INTERNATIONAL. Fichas de datos de seguridad de la zeolita CBV 712. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en [https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/zeolite-y/\\_jcr\\_content/par/textimage.stream/1505127059044/6ba93e13cc20bd3e69050789136ee75e9cbc2930bc6bef3e97b940306e195450/y-product-cbv-712-sds.pdf](https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/zeolite-y/_jcr_content/par/textimage.stream/1505127059044/6ba93e13cc20bd3e69050789136ee75e9cbc2930bc6bef3e97b940306e195450/y-product-cbv-712-sds.pdf)

[42] DOW CHEMICAL COMPANY. AMBERLYST™ 35DRY Polymeric Catalyst. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en

[http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh\\_09b7/0901b803809b7b1d.pdf?filepath=liquidseps/pdfs/noreg/177-03090.pdf&fromPage=GetDoc](http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh_09b7/0901b803809b7b1d.pdf?filepath=liquidseps/pdfs/noreg/177-03090.pdf&fromPage=GetDoc)

[43] CHANG, Teck-Sin, et al. Palm oil derived trimethylolpropane triesters synthetic lubricants and usage in industrial metalworking fluid. *Journal of oleo science*, 2015. vol. 64, no 2, p. 143-151.

[44] SÁNCHEZ, Nuria Sánchez. Obtención de biodiésel mediante transesterificación de aceite de ricino y grasas animales: Aprovechamiento energético de la glicerina como subproducto del proceso. 2015. Tesis Doctoral. Universidad de Extremadura.

[45] HILLION, Gérard; PRORIOL, David. Synthesis of a high-grade lubricant from sunflower oil methyl esters. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 2003. vol. 10, no 5-6, p. 370-372.

[46] MAHMUD, Hamizah Ammarah; SALIH, Nadia; SALIMON, Jumat. Oleic acid based polyesters of trimethylolpropane and pentaerythritol for biolubricant application. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 2015. vol. 19, no 1, p. 97-105.

[47] EYCHENNE, V.; MOULOUGUI, Z.; GASET, A. Thermal behavior of neopentylpolyol esters: comparison between determination by TGA-DTA and flash point. *Thermochimica acta*, 1998. vol. 320, no 1-2, p. 201-208.

[48] CEBALLOS ROJAS, Marlon y HERNÁNDEZ MOSCOSO, Wilberth. Transesterificación de aceite de Ricino con metanol utilizando como catalizador cascara de huevo modificada. Tesis de pregrado. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 2017. p.18.

[49] FARIAS, Mirna Ferreira de. Avaliação do comportamento termoanalítico e oxidativo do biodiésel de mamona. 2006. Tesis de Maestría. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

[50] MATWIJCZUK, Arkadiusz, et al. Spectroscopic Studies of the Quality of Fatty Acid Methyl Esters Derived from Waste Cooking Oil. *Polish Journal of Environmental Studies*, 2017. vol. 26, no 6.

- [51] YUNUS, Robiah, et al. Preparation and characterization of trimethylolpropane esters from palm kernel oil methyl esters. *Journal of Oil Palm Research*, 2003. vol. 15, no 2, p. 42-49.
- [52] ÖZGÜLSÜN, Aykut; KARAOSMANOĞLU, Filiz; TÜTER, Melek. Esterification reaction of oleic acid with a fusel oil fraction for production of lubricating oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2000. vol. 77, no 1, p. 105-109.
- [53] BONDIOLI, Paolo. The preparation of fatty acid esters by means of catalytic reactions. *Topics in Catalysis*, 2004. vol. 27, no 1-4, p. 77-82.
- [54] KOH, May Ying; GHAZI, Tinia Idayy Mohd. A review of biodiesel production from *Jatropha curcas* L. oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2011. vol. 15, no 5, p. 2240-2251.
- [55] GARCÍA COLOMER, Albert, et al. Diseño, selección y producción de nuevos biolubricantes. 2011. Tesis Doctoral. Universitat Ramon Llull.
- [56] BARDAHL DE MEXICO S.A., Fluido lubricante para sistemas hidráulicos, disponible en: <http://www.tecnar.edu.co/sites/default/files/pdfs/normas-icontec-version-2.pdf>.

## BIBLIOGRAFIA

ÅKERMAN, Cecilia Orellana, et al. Clean synthesis of biolubricants for low temperature applications using heterogeneous catalysts. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 2011. vol. 72, no 3-4, p. 263-269.

ARBAIN, Noor Hafizah; SALIMON, Jumat. Synthesis and characterization of ester trimethylolpropane based jatropha curcas oil as biolubricant base stocks. *Journal of Science and Technology*, 2010. vol. 2, no 2.

BARDAHL DE MEXICO S.A., Fluido lubricante para sistemas hidráulicos, disponible en: <http://www.tecnar.edu.co/sites/default/files/pdfs/normas-icontec-version-2.pdf>.

BENAVIDES, Alirio; BENJUMEA, Pedro; PASHOVA, Veselina. El biodiésel de aceite de higuera como combustible alternativo para motores diesel. *Dyna*, 2007. vol. 74, no 153.

BENJUMEA, Pedro N.; AGUDELO, John R.; CANO, Gabriel Jaime. Estudio experimental de las variables que afectan la reacción de transesterificación del aceite crudo de palma para la producción de biodiésel. *Scientia et Technica*, 2004. vol. 10, no 24.

BOKADE, V. V.; YADAV, G. D. Synthesis of bio-diesel and bio-lubricant by transesterification of vegetable oil with lower and higher alcohols over heteropolyacids supported by clay [K-10]. *Process Safety and Environmental Protection*, 2007. vol. 85, no 5, p. 372-377.

BONDIOLI, Paolo. The preparation of fatty acid esters by means of catalytic reactions. *Topics in Catalysis*, 2004. vol. 27, no 1-4, p. 77-82.

CEBALLOS ROJAS, Marlon y HERNÁNDEZ MOSCOSO, Wilberth. Transesterificación de aceite de Ricino con metanol utilizando como catalizador cascara de huevo modificada. Tesis de pregrado. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 2017. p. 18.

CERVERÓ, José María; COCA, José; LUQUE, Susana. Production of biodiésel from vegetable oils. *Grasas y aceites*, 2008. vol. 59, no 1, p. 76-83.

CHANG, Teck-Sin, et al. Palm oil derived trimethylolpropane triesters synthetic lubricants and usage in industrial metalworking fluid. *Journal of oleo science*, 2015, vol. 64, no 2, p. 143-151.

CONCEIÇÃO, Marta M., et al. Rheological behavior of castor oil biodiésel. *Energy & Fuels*, 2005. vol. 19, no 5, p. 2185-2188.

DA SILVA, José André Cavalcanti, et al. Enzymatic production and characterization of potential biolubricants from castor bean biodiésel. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 2015. vol. 122, p. 323-329.

DA SILVA, José André Cavalcanti. Biodegradable lubricants and their production via chemical catalysis. En *Tribology-Lubricants and Lubrication*. InTech, 2011.

DA SILVA, José André Cavalcanti; HABERT, Alberto Cláudio; FREIRE, Denise Maria Guimarães. A potential biodegradable lubricant from castor biodiésel esters. *Lubrication Science*, 2013. vol. 25, no 1, p. 53-61.

DÍAS, Fabrício M.; ROCCO LAHR, F. A. Fabricación de madera contraplacada con adhesivo poliuretano alternativo a base de ricino. *Maderas. Ciencia y tecnología*, 2003. vol. 5, no 2, p. 163-175.

DI-HUA, Tao; BIN, Ye. Modification of the chemical structure of an environmentally-friendly castor oil lubricant. *Journal of Synthetic Lubrication*, 2004. vol. 21, no 1, p. 59-64.

DOSSAT, Valerie; COMBES, Didier; MARTY, Alain. Lipase-catalysed transesterification of high oleic sunflower oil. *Enzyme and Microbial Technology*, 2002. vol. 30, no 1, p. 90-94.

DOW CHEMICAL COMPANY. AMBERLYST™ 35DRY Polymeric Catalyst. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en

[http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh\\_09b7/0901b803809b7b1d.pdf?filepath=liquidseps/pdfs/noreg/177-03090.pdf&fromPage=GetDoc](http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh_09b7/0901b803809b7b1d.pdf?filepath=liquidseps/pdfs/noreg/177-03090.pdf&fromPage=GetDoc)

DURRETT, Timothy P.; BENNING, Christoph; OHLROGGE, John. Plant triacylglycerols as feedstocks for the production of biofuels. *The Plant Journal*, 2008. vol. 54, no 4, p. 593-607.

ESPICHAN JÁUREGUI, Francisco. Evaluación de la deshidratación del aceite de ricino [*Ricinus Communis*] y su potencial aplicación como lubricante. 2011.

EYCHENNE, V.; MOULOINGUI, Z.; GASET, A. Thermal behavior of neopentylpolyol esters: comparison between determination by TGA-DTA and flash point. *Thermochimica acta*, 1998. vol. 320, no 1-2, p. 201-208.

FARIAS, Mirna Ferreira de. Avaliação do comportamento termoanalítico e oxidativo do biodiesel de mamona. 2006. Tesis de Maestría. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

GARCÍA COLOMER, Albert, et al. Diseño, selección y producción de nuevos biolubricantes. 2011. Tesis Doctoral. Universitat Ramon Llull.

GRYGLEWICZ, S.; PIECHOCKI, W.; GRYGLEWICZ, G. Preparation of polyol esters based on vegetable and animal fats. *Bioresource Technology*, 2003. vol. 87, no 1, p. 35-39.

GRYGLEWICZ, Stanislaw. Rapeseed oil methyl esters preparation using heterogeneous catalysts. *Bioresource Technology*, 1999. vol. 70, no 3, p. 249-253.

HILLION, Gérard; PRORIOL, David. Synthesis of a high-grade lubricant from sunflower oil methyl esters. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 2003. vol. 10, no 5-6, p. 370-372.

HILLION, Gérard; PRORIOL, David. Synthesis of a high-grade lubricant from sunflower oil methyl esters. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 2003. vol. 10, no 5-6, p. 370-372.

ISBELL, Terry A., et al. Physical properties of triglyceride estolides from lesquerella and castor oils. *Industrial crops and products*, 2006. vol. 23, no 3, p. 256-263.

KOH, May Ying; GHAZI, Tinia Iday Mohd. A review of biodiésel production from *Jatropha curcas* L. oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2011. vol. 15, no 5, p. 2240-2251.

KUZMINSKA, Maryna; BACKOV, Rénal; GAIGNEAUX, Eric M. Behavior of cation-exchange resins employed as heterogeneous catalysts for esterification of oleic acid with trimethylolpropane. *Applied Catalysis A: General*, 2015. vol. 504, p. 11-16.

MACHADO, R.; SUÁREZ, J.; ALFONSO, Marlen. Caracterización morfológica y agroproductiva de procedencias de *Ricinus communis* L. para la producción de aceite. *Pastos y Forrajes*, 2012. vol. 35, no 4, p. 381-392.

MAHMUD, Hamizah Ammarah; SALIH, Nadia; SALIMON, Jumat. Oleic acid based polyesters of trimethylolpropane and pentaerythritol for biolubricant application. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 2015. vol. 19, no 1, p. 97-105.

MARCHETTI, J. M.; MIGUEL, V. U.; ERRAZU, A. F. Possible methods for biodiésel production. *Renewable and sustainable energy reviews*, 2007. vol. 11, no 6, p. 1300-1311.

MASOOD, Hassan, et al. Synthesis and characterization of calcium methoxide as heterogeneous catalyst for trimethylolpropane esters conversion reaction. *Applied Catalysis A: General*, 2012. vol. 425, p. 184-190.

MATWIJCZUK, Arkadiusz, et al. Spectroscopic Studies of the Quality of Fatty Acid Methyl Esters Derived from Waste Cooking Oil. *Polish Journal of Environmental Studies*, 2017. vol. 26, no 6.

MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA. Bioenergía es una solución para detener el cambio climático. Bogotá D.C. 2011.

NAGENDRAMMA, Ponnekanti; KAUL, Savita. Development of ecofriendly/biodegradable lubricants: An overview. *Renewable and sustainable energy reviews*, 2012. vol. 16, no 1, p. 764-774.

NAGENDRAMMA, Ponnekanti; KAUL, Savita. Development of ecofriendly/biodegradable lubricants: An overview. *Renewable and sustainable energy reviews*, 2012. vol. 16, no 1, p. 764-774.

NEMESTÓTHY, Nándor, et al. Biotechnological utilisation of fusel oil, a food industry by-product-A kinetic model on enzymatic esterification of i-amyl alcohol and oleic acid by *Candida antarctica* lipase B. *Food Technology and Biotechnology*, 2008. vol. 46, no 1, p. 44-50.

ÖZGÜLSÜN, Aykut; KARAOSMANOGLU, Filiz; TÜTER, Melek. Esterification reaction of oleic acid with a fusel oil fraction for production of lubricating oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2000. vol. 77, no 1, p. 105-109.

PADMAJA, Korlipara V., et al. 10-Undecenoic acid-based polyol esters as potential lubricant base stocks. *Industrial crops and products*, 2012. vol. 35, no 1, p. 237-240.

RAMÍREZ ROMERO, Alberto de Jesús. Estudio experimental de las propiedades fisicoquímicas y tribológicas de un biolubricante formulado a partir de aceite de higuera. 2014.

ROJAS GONZÁLEZ, Andrés Felipe, et al. Variables de operación en el proceso de transesterificación de aceites vegetales: una revisión-catálisis química. *Ingeniería e Investigación*, 2009. vol. 29, núm. 3, p. 17-22.

SALIMON, Jumat; SALIH, Nadia; YOUSIF, Emad. Biolubricant basestocks from chemically modified ricinoleic acid. *Journal of King Saud University-Science*, 2012. vol. 24, no 1, p. 11-17.

SÁNCHEZ, Nuria Sánchez. Obtención de biodiésel mediante transesterificación de aceite de ricino y grasas animales: Aprovechamiento energético de la glicerina como subproducto del proceso. 2015. Tesis Doctoral. Universidad de Extremadura.

SCHNEIDER, Manfred P. Plant-oil-based lubricants and hydraulic fluids. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2006. vol. 86, no 12, p. 1769-1780.

SCHNEIDER, Manfred P. Plant-oil-based lubricants and hydraulic fluids. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2006. vol. 86, no 12, p. 1769-1780.

SOMANI, Keyur P., et al. Castor oil based polyurethane adhesives for wood-to-wood bonding. International journal of adhesion and adhesives, 2003. vol. 23, no 4, p. 269-275.

VELÁSQUEZ, Jorge A.; LOZADA, J. Ricardo. Transesterificación alcalí-catalizada del aceite de higuera. Revista Investigaciones Aplicadas, 2009. vol. 3, no 2, p. 1.

YEGANEH, Hamid; MEHDIZADEH, Mohammad Reza. Synthesis and properties of isocyanate curable millable polyurethane elastomers based on castor oil as a renewable resource polyol. European Polymer Journal, 2004. vol. 40, no 6, p. 1233-1238.

YUNUS, Robiah, et al. A simple capillary column GC method for analysis of palm oil-based polyol esters. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2002, vol. 79. no 11, p. 1075-1080.

YUNUS, Robiah, et al. Preparation and characterization of trimethylolpropane esters from palm kernel oil methyl esters. Journal of Oil Palm Research, 2003, vol. 15. no 2, p. 42-49.

ZEOLYST INTERNATIONAL. Fichas de datos de seguridad de la zeolita CBV 21A. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en [https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/mordenite/\\_jcr\\_content/par/textimage.stream/1505121997912/12502fa96e727e3fd14ff8959533a3d43fe89f45ea43255c958f41fc74184f84/cbv-21-a-sds-2014.pdf](https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/mordenite/_jcr_content/par/textimage.stream/1505121997912/12502fa96e727e3fd14ff8959533a3d43fe89f45ea43255c958f41fc74184f84/cbv-21-a-sds-2014.pdf)

ZEOLYST INTERNATIONAL. Fichas de datos de seguridad de la zeolita CBV 2314. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en

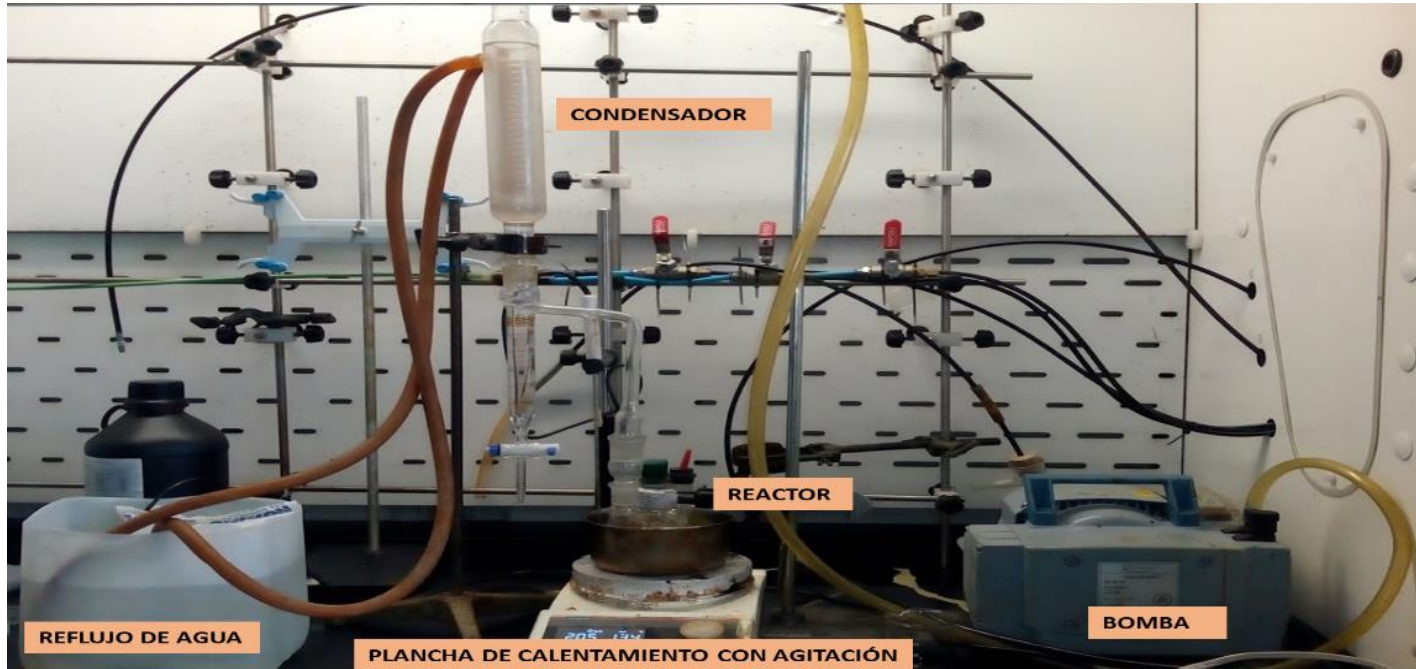
[https://www.zeolyst.com/safety-data-sheets/\\_jcr\\_content/par/tabbedcontent/tab\\_364242439/textimage.stream/1505982544904/ad9687157e361aefb525167f5e6888090564d4207bea4ab1ca2d90d874ec22bb/cbv-2314.pdf](https://www.zeolyst.com/safety-data-sheets/_jcr_content/par/tabbedcontent/tab_364242439/textimage.stream/1505982544904/ad9687157e361aefb525167f5e6888090564d4207bea4ab1ca2d90d874ec22bb/cbv-2314.pdf)

ZEOLYST INTERNATIONAL. Fichas de datos de seguridad de la zeolita CBV 712. [En línea]. (Recuperado en 23 julio 2018). Disponible en [https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/zeolite-y/\\_jcr\\_content/par/textimage.stream/1505127059044/6ba93e13cc20bd3e69050789136ee75e9cbc2930bc6bef3e97b940306e195450/y-product-cbv-712-sds.pdf](https://www.zeolyst.com/our-products/standard-zeolite-powders/zeolite-y/_jcr_content/par/textimage.stream/1505127059044/6ba93e13cc20bd3e69050789136ee75e9cbc2930bc6bef3e97b940306e195450/y-product-cbv-712-sds.pdf)

ZHANG, Yea, et al. Biodiesel production from waste cooking oil: 2. Economic assessment and sensitivity analysis. *Bioresource technology*, 2003. vol. 90, no 3, p. 229-240.

## ANEXOS

### Anexo A. Montaje de la reacción para la obtención de los POEs



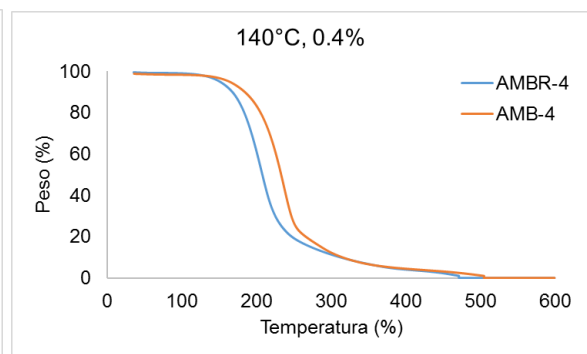
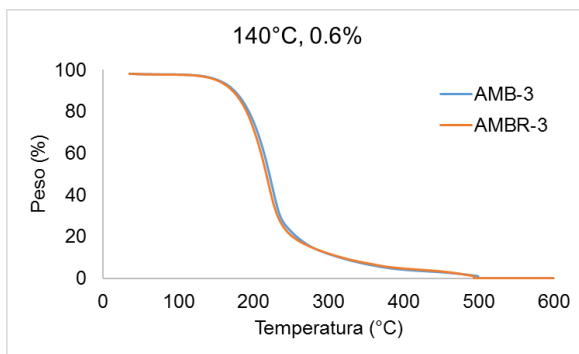
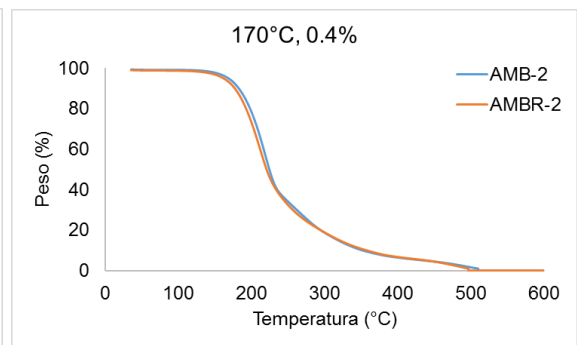
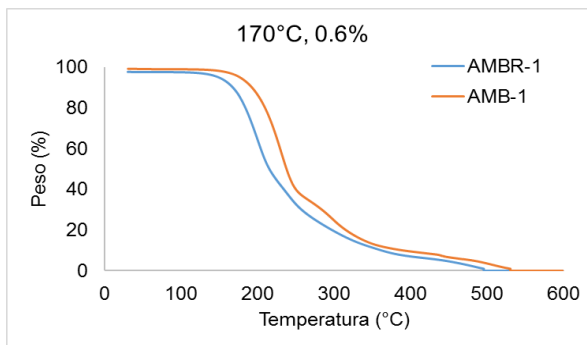
El montaje para la segunda etapa de transesterificación consistió en un reactor de 100 mL con tres bocas, un condensador de reflujo, una bomba de vacío, una plancha de calentamiento con un baño de aceite y un agitador magnético.

## Anexo B. Grupos funcionales característicos de los POEs

<b>TENSIÓN</b>	<b>VIBRACIÓN DE LA ONDA [cm<sup>-1</sup>]</b>	<b>DESCRIPCIÓN</b>
<i>O-H</i>	3500-3200 1070-990	Pertenece a la molécula del TMP y a la de biodiesel, ya que la estructura tiene grupos OH en el carbono 12.
<i>C=C</i>	3006 1241 723	Corresponde a la estructura del AH, son las vibraciones de alargamiento, balanceo y deformación del grupo funcional en posición cis en el carbono.
<i>C=O</i>	1742	Corresponde a la estructura del AH, es la vibración de alargamiento.
<i>C-O</i>	1176	Pertenece a la vibración del alargamiento del metil-éster.
<i>O-CH<sub>3</sub></i>	1438	Pertenece a la vibración de alargamiento del metil-éster.

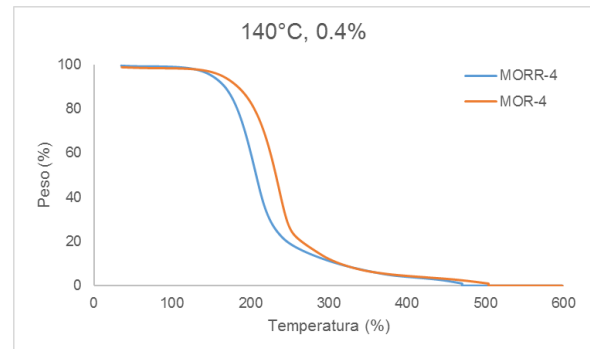
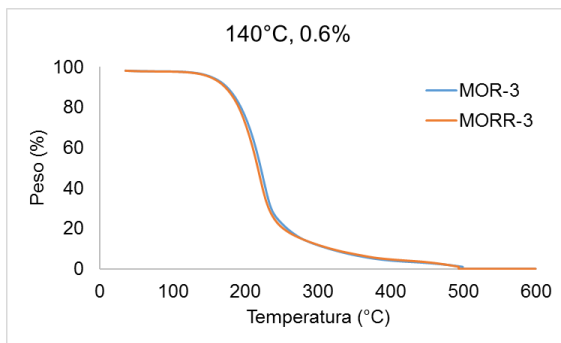
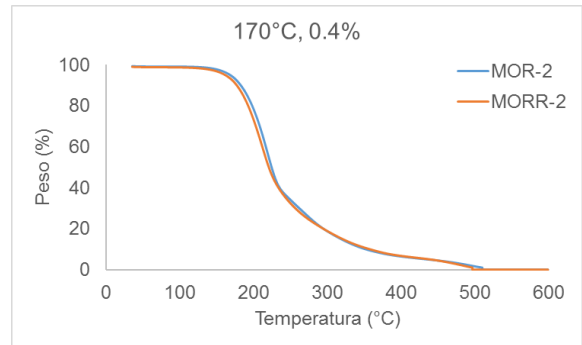
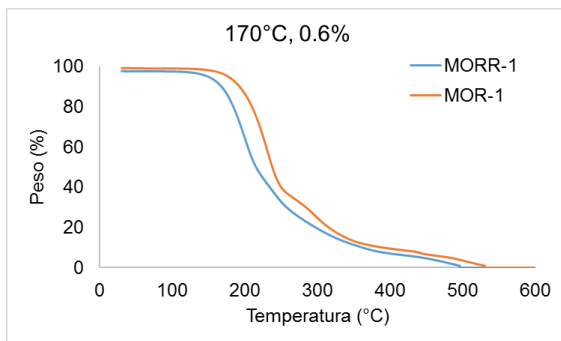
## Anexo C. Termogramas del diseño de experimentos para el catalizador AMB

Las gráficas mostradas pertenecen a los resultados de TGA para el diseño de experimentos con el catalizador AMB y su respectivas replicas.



## Anexo D. Termogramas del diseño de experimentos para el catalizador MOR

Gráficas de los resultados obtenidos por TGA para el diseño de experimento del catalizador MOR y su respectivas replicas.



**Anexo E. Porcentajes de pérdida de masa para experimentos preliminares y biolubricantes**

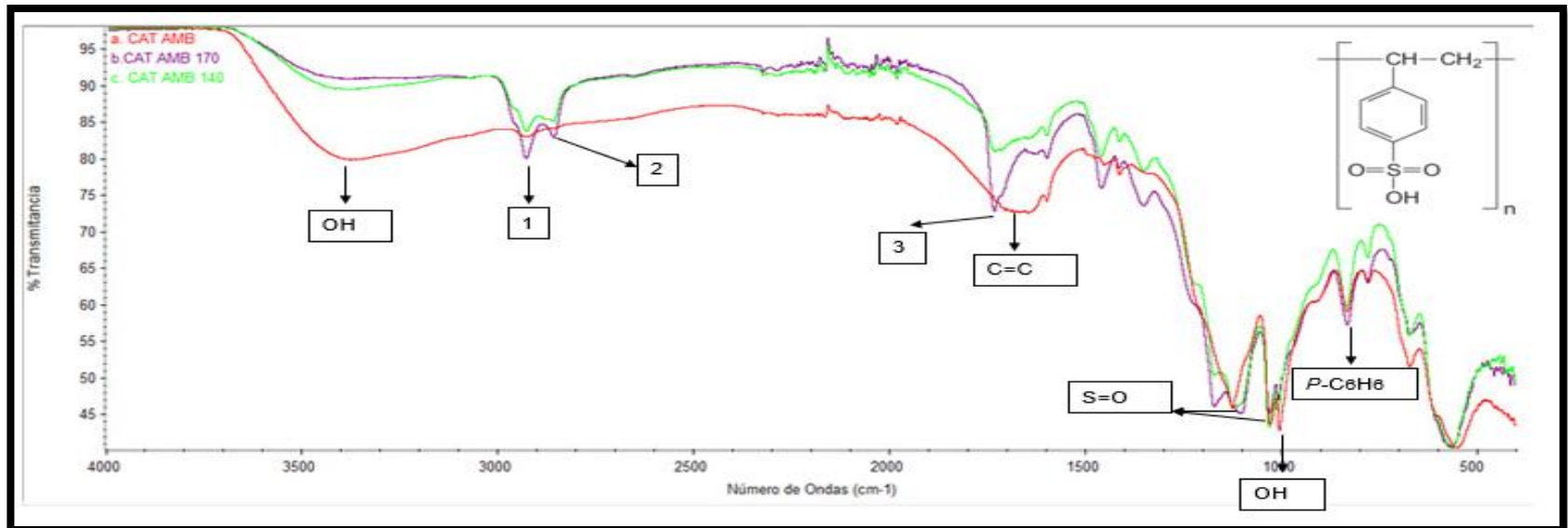
<b>Preliminares</b>				
<b>Muestra</b>	<b>Condiciones</b>	<b>Composición</b>	<b>Porcentaje</b>	<b>Sumatoria</b>
MOR	170°C	Biodiésel	70,97%	70,97%
		Mono-TMP	20,08%	29,03%
	0,50%	Di-TMP	3,07%	
		Tri-TMP	5,88%	
ZSM-5	170°C	Biodiésel	71,80%	71,80%
		Mono-TMP	18,03%	28,20%
	0,50%	Di-TMP	4,35%	
		Tri-TMP	5,82%	
ZY	170°C	Biodiésel	77,32%	77,32%
		Mono-TMP	13,63%	22,68%
	0,50%	Di-TMP	3,76%	
		Tri-TMP	5,29%	
AMB	170°C	Biodiésel	64,50%	64,50%
		Mono-TMP	22,76%	35,50%
	0,50%	Di-TMP	6,81%	
		Tri-TMP	5,93%	
Blanco	140°C	Biodiésel	74,79%	74,79%
		Mono-TMP	18,81%	25,21%
	0,50%	Di-TMP	2,70%	
		Tri-TMP	3,70%	

<b>Biolubricante Amberlita Dry</b>				
Muestra	Condiciones	Composición	Porcentaje	Sumatoria
BAN-1	170°C	Biodiésel	67,02%	67,02%
		Mono-TMP	23,63%	32,98%
	0,60%	Di-TMP	0,00%	
		Tri-TMP	9,35%	
BANR-1	170°C	Biodiésel	68,75%	68,75%
		Mono-TMP	16,78%	31,25%
	0,60%	Di-TMP	6,63%	
		Tri-TMP	7,84%	
BAN-2	170°C	Biodiésel	65,20%	65,20%
		Mono-TMP	20,06%	34,80%
	0,40%	Di-TMP	8,50%	
		Tri-TMP	6,24%	
BANR-2	170°C	Biodiésel	76,03%	76,03%
		Mono-TMP	13,55%	23,97%
	0,40%	Di-TMP	4,11%	
		Tri-TMP	6,31%	
BAN-3	140°C	Biodiésel	80,80%	80,80%
		Mono-TMP	11,66%	19,20%
	0,60%	Di-TMP	3,86%	
		Tri-TMP	3,68%	
BANR-3	140°C	Biodiésel	80,34%	80,34%
		Mono-TMP	11,79%	19,66%
	0,60%	Di-TMP	3,96%	
		Tri-TMP	3,91%	
BAN-4	140°C	Biodiésel	79,45%	79,45%
		Mono-TMP	11,46%	18,55%
	0,40%	Di-TMP	3,09%	
		Tri-TMP	4,00%	
BANR-4	140°C	Biodiésel	82,40%	82,40%
		Mono-TMP	9,89%	17,60%
	0,40%	Di-TMP	3,95%	
		Tri-TMP	3,76%	

<b>Biolubricante Zeolita Mordenita</b>				
Muestra	Condiciones	Composición	Porcentaje	Sumatoria
BZ-1	170°C	Biodiésel	72,31%	72,31%
		Mono-TMP	13,91%	27,69%
	0,60%	Di-TMP	8,49%	
		Tri-TMP	5,29%	
BZR-1	170°C	Biodiésel	74,75%	74,75%
		Mono-TMP	17,21%	25,25%
	0,60%	Di-TMP	2,69%	
		Tri-TMP	5,35%	
BZ-2	170°C	Biodiésel	78,63%	78,63%
		Mono-TMP	14,43%	21,37%
	0,40%	Di-TMP	2,26%	
		Tri-TMP	4,68%	
BZR-2	170°C	Biodiésel	81,14%	81,14%
		Mono-TMP	14,05%	18,86%
	0,40%	Di-TMP	2,03%	
		Tri-TMP	2,79%	
BZ-3	140°C	Biodiésel	85,81%	85,81%
		Mono-TMP	8,63%	14,19%
	0,60%	Di-TMP	2,56%	
		Tri-TMP	3,00%	
BZR-3	140°C	Biodiésel	84,85%	84,85%
		Mono-TMP	10,58%	15,15%
	0,60%	Di-TMP	2,64%	
		Tri-TMP	1,93%	
BZ-4	140°C	Biodiésel	87,57%	87,57%
		Mono-TMP	7,97%	12,43%
	0,40%	Di-TMP	2,00%	
		Tri-TMP	2,46%	
BZR-4	140°C	Biodiésel	87,88%	87,88%
		Mono-TMP	7,94%	12,12%
	0,40%	Di-TMP	2,49%	
		Tri-TMP	1,69%	

## Anexo F. Análisis de IR para el catalizador AMB:

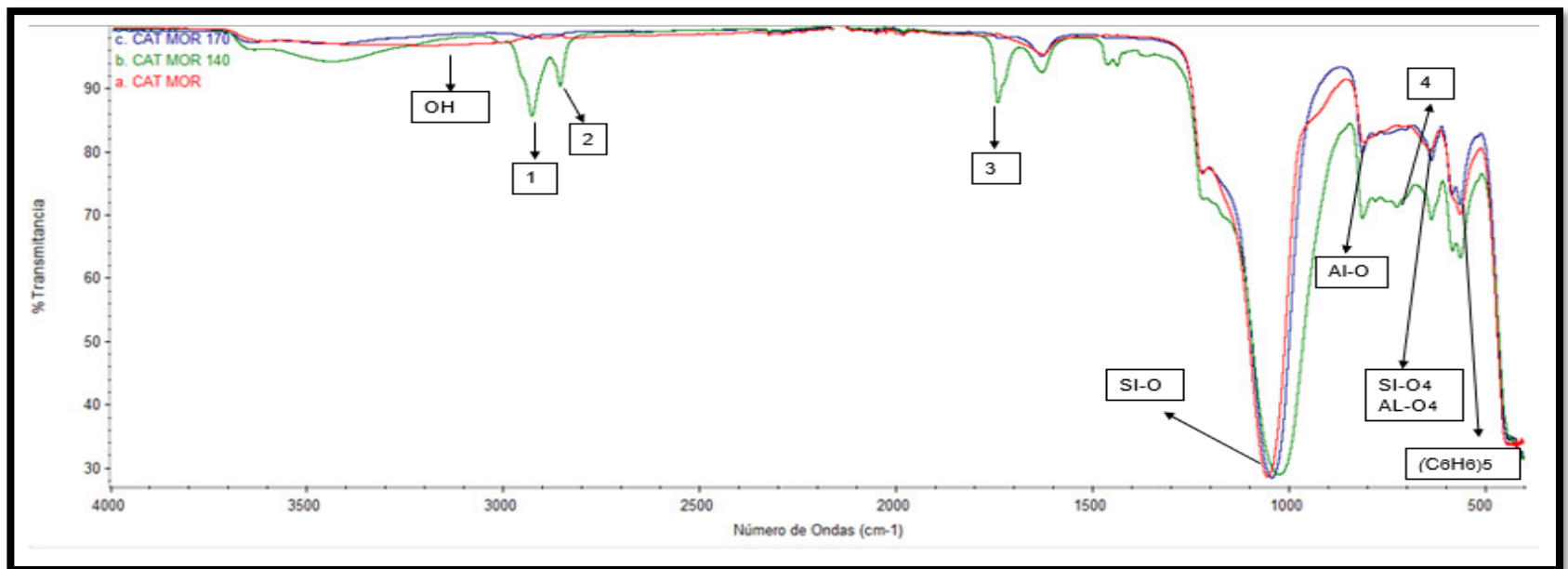
En la siguiente grafica se puede encontrar: a) Catalizador antes de la reacción, b) Catalizador después de la reacción a 170 °C, c) Catalizador después de la reacción a 140 °C



Se realizaron análisis de IR de la AMB antes y después de la reacción de los POEs a 140 y 170 °C para observar posibles cambios en la estructura del catalizador. Para recuperar la MOR se pasó la muestra de biolubricante por papel filtro, en presencia de vacío para ayudar al paso del biolubricante por el papel, después se lavó con etanol para retirar biolubricante residual en la estructura del catalizador y se dejó secar por 24 h en el horno para eliminar los residuos de etanol. Los picos resaltados como 1, 2 y 3 son característicos de los POEs, es decir, que hay residuos de este en el catalizador después del proceso de lavado.

## Anexo G. Análisis de IR para el catalizador MOR:

En la siguiente grafica se puede encontrar: a) Catalizador antes de la reacción, b) Catalizador después de la reacción después de 170 °C, c) Catalizador después de la reacción después de 140 °C



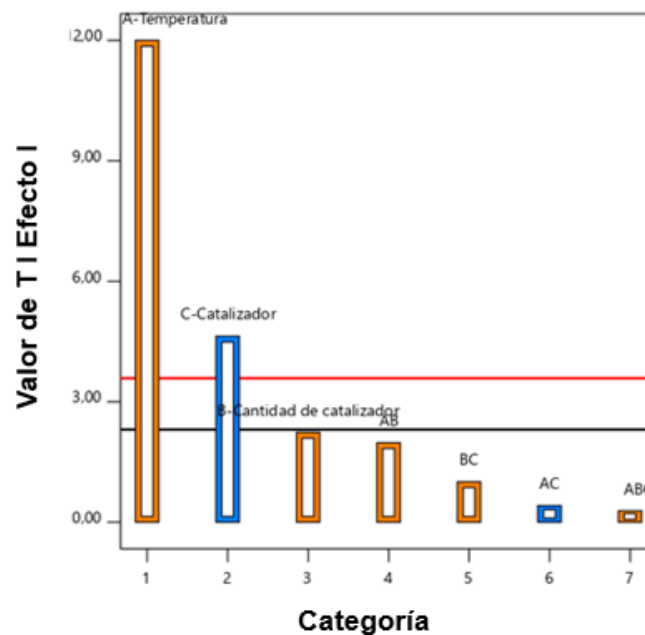
Se realizaron análisis de IR de la MOR antes y después de la reacción de los POEs a 140 y 170 °C para observar posibles cambios en la estructura del catalizador. Para recuperar la MOR se realizó el proceso de lavado de igual forma que con la AMB. Los picos resaltados como 1, 2, 3 y 4 son característicos de los POEs, es decir, que hay residuos de éste en el catalizador después del proceso de lavado.

## Anexo H. Resultados análisis estadístico ANOVA para el diseño experimental.

**Tabla H1. Análisis estadístico ANOVA para la respuesta de conversión**

Fuente	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de cuadrados	Valor F	Valor P
<b>Modelo</b>	1323,96	7	189,14	25,07	< 0,0001
A-Temperatura	1085,70	1	1085,70	143,92	< 0,0001
B-Cantidad de catalizador	37,64	1	37,64	4,99	0,0560
C-Catalizador	161,67	1	161,67	21,43	0,0017
AB	29,48	1	29,48	3,91	0,0834
AC	1,28	1	1,28	0,1693	0,6916
BC	7,59	1	7,59	1,01	0,3452
ABC	0,5929	1	0,5929	0,0786	0,7863
<b>Error</b>	60,35	8	7,54		
<b>Total</b>	1384,31	15			

**Figura H1. Diagrama de Pareto**



## Anexo I. Normas de métodos de pruebas

Norma	Nombre	Descripción
ISO 3104 1994	Productos derivados del petróleo, líquidos transparentes y opacos, determinación de la viscosidad cinemática y cálculo de la viscosidad dinámica.	Especifica el procedimiento para determinar la viscosidad cinemática, al medir el tiempo que un volumen de líquido fluye bajo gravedad a través de un viscosímetro capilar de vidrio calibrado. La viscosidad dinámica se puede obtener multiplicando la viscosidad cinemática medida por la densidad del líquido.
ISO 3675 1998	Petróleo crudo y productos petrolíferos líquidos, determinación de densidad en el laboratorio, método del hidrómetro	Especifica el procedimiento que se debe realizar para medir la densidad a 15 °C a productos derivados del petróleo o líquidos opacos.
ASTM E14214 2008	Norma Europea para biodiésel	Especifica los requisitos que debe cumplir el biodiésel para ser un producto aceptado comercialmente y los métodos de prueba que se deben aplicar.
ASTM D445-17 a	Método de prueba estándar para determinación de la viscosidad cinemática de líquidos transparentes y opacos (y cálculo de la viscosidad dinámica)	Especifica el método para medir la viscosidad cinemática de productos derivados del petróleo, y algunos materiales no relacionados con el petróleo que se usan como lubricantes. Se utiliza para estimar las condiciones óptimas de almacenamiento, manipulación y funcionamiento.
ASTM D1217-15	Método de prueba estándar para densidad y densidad relativa (gravedad específica) de líquidos por Bingham Picnométo.	Especifica el método para medir la densidad de hidrocarburos puros o destilados de petróleo con temperaturas de pruebas de 20 y 25°C, que se puede usar con otras propiedades para caracterizar el producto.
ASTM D2270	Práctica estándar para calcular el índice de viscosidad a partir de la viscosidad cinemática a 40 ° C y 100 ° C	Especifica el método para calcular el índice de viscosidad de los productos derivados del petróleo, como los aceites lubricantes, y los materiales relacionados a partir de sus viscosidades cinemáticas a 40 °C y 100 °C y correlaciones.
ISO 3448 1992	Clasificación de viscosidad ISO	Establece un sistema de clasificación de viscosidad para lubricantes líquidos industriales y fluidos. relacionados, incluidos aceites minerales utilizados como lubricantes, fluidos hidráulicos, aceites eléctricos y para otras aplicaciones

## Anexo J. Norma ASTM E14214: 2008. Especificaciones del biodiésel.

Tabla 2. Norma Europea para Biodiésel en 14214 – 2008				
Propiedad	Límite		Unidad	Método de prueba
	Min	Max		
Contenido de éster	96.5			en 14103
Punto de inflamación	101		°C	en ISO 2719 en ISO 3679
Contenido de metanol		0.20	% (m/m)	en 14110
Contenido de agua		500	mg/kg	en ISO 12937
Valor ácido		0.50	mg KOH / g	en 14104
Ceniza sulfatada		0.02	% (m/m)	ISO 3987
Corrosión lámina de cobre	No. 1			en ISO 2160
Residuo de carbono (10% residuo dist.)		0.30	% (m/m)	en ISO 10370
Contaminación total		24	mg/kg	en 12662
Densidad a 15°C	860	900	kg/m <sup>3</sup>	en ISO 3675 en ISO 12185
Viscosidad cinemática	3.5	5.0	mm <sup>2</sup> /s	en ISO 3104
Número de cetano	51			en ISO 5165
Estabilidad de oxidación, 110°C	6		horas	en 14112
Glicerina libre		0.020	% (m/m)	en 14105 en 14106
Glicerina total		0.240	% (m/m)	en 14105
Contenido de monoglicéridos		0.80	% (m/m)	en 14105
Contenido de diglicéridos		0.20	% (m/m)	en 14105
Contenido de triglicéridos		0.20	% (m/m)	en 14105
Índice de yodo		120	g yodo / 100 g	en 14111
Contenido de ácido linoléico		12	% (m/m)	en 14103
Contenido de fame con ≥ 4 enlaces dobles		1	% (m/m)	
Metales Grupo I (Na + K)		5	mg/g	en 14108 en 14109 en 14538
Metales Grupo II (Ca + Mg)		5	mg/g	en 14538
Azufre		10	mg/kg	en ISO 20846 en ISO 20884
Contenido de fósforo		4	mg/kg	en 14107

**Fuente:** KNOTHE, Gerhard. Calidad del combustible biodiésel y la norma astm. Revista Palmas, 2010, vol. 31, no especial, p. 162-171.

## Anexo K. Clasificación de Viscosidad ISO

Grado de viscosidad	Viscosidad cinemática a 40 °C		
	media	mín	Máx
	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s
ISO VG 2	2,2	1,98	2,42
ISO VG 3	3,2	2,88	3,52
ISO VG 5	4,6	4,14	5,06
ISO VG 7	6,8	6,12	7,48
ISO VG 10	10	9	11
ISO VG 15	15	13,5	16,5
ISO VG 22	22	19,8	24,2
ISO VG 32	32	28,8	35,2
ISO VG 46	46	41,4	50,6
ISO VG 68	68	61,2	74,8
ISO VG 100	100	90	110
ISO VG 150	150	135	165
ISO VG 220	220	198	242
ISO VG 320	320	288	352
ISO VG 460	460	414	506
ISO VG 680	680	612	748
ISO VG 1.000	1 000	900	1 100
ISO VG 1.500	1 500	1 350	1 650

**Fuente:** MONTERO, Br Andreína Margarita Felix. Diseño, Desarrollo e implementación de un catálogo de aplicaciones industriales SKF.