

**OBTENCIÓN DE METIL – ÉSTERES A PARTIR DE ACEITES VEGETALES
RECICLADOS**

**MÓNICA PATRICIA ARRIETA MATURANA
SANDRA YALILE FORERO BALLESTEROS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISCOQUÍMICAS
ESCUELA INGENIERÍA QUÍMICA
Bucaramanga
2006**

**OBTENCIÓN DE METIL – ÉSTERES A PARTIR DE ACEITES VEGETALES
RECICLADOS**

**MÓNICA PATRICIA ARRIETA MATURANA
SANDRA YALILE FORERO BALLESTEROS**

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

**Director
MARIO ÁLVAREZ CIFUENTES
Ing. Químico. M.Sc. Ph.D.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISCOQUÍMICAS
ESCUELA INGENIERÍA QUÍMICA
Bucaramanga
2006**

NOTA DE ACEPTACIÓN

Director
Ing. Químico. M.Sc. PhD. MARIO ÁLVAREZ

Jurado

Jurado

Bucaramanga, 24 de Agosto de 2006

DEDICATORIA

A DIOS

Por haberme permitido llegar hasta este punto y haberme dado salud para lograr los objetivos, además de su infinita bondad y amor.

A MI PADRE JOSE HERIBERTO

Me sentí protegida en mi infancia y Dios me lo arrebató, he tenido que vivir bajo su ausencia durante mi vida y no lo he podido enterrar porque él está a mi lado guiándome y dándome amor.

A MI MADRE MARIA EDILIA

Por haberme apoyado en todo momento, por sus consejos, valores, por la motivación constante que me ha permitido ser una persona de bien, pero más que nada por su amor.

¡GRACIAS POR DARMELA LA VIDA!

¡TE AMO MUCHO!

A MI HIJA MARIA CAMILA

El nacimiento de ella representa el principio de todo - es el milagro del presente y la esperanza del futuro, por eso le dedico mi trabajo de grado por ser mi fuente de inspiración y motivación para superarme cada día más y así poder luchar para que la vida nos depara un futuro mejor.

A MI AMADO ESPOSO FREDY

Mi ayuda idónea, por su amor, paciencia, comprensión y motivación, sin ello no hubiese sido posible culminar esta carrera.

A MIS HERMANOS

Porque siempre he contado con ellos para todo, gracias a la confianza que nos hemos tenido; por el apoyo y la amistad.

YALILE FORERO

A DIOS

Por darme la vida, porque me dio la fortuna de pertenecer a una familia maravillosa que siempre estuvo a mi lado, por ponerme en el camino siempre a los mejores amigos y porque me dio la fuerza y el valor de llegar hasta donde he llegado.

A MI MAMI

Por quererme tanto, por su apoyo, comprensión, buenos consejos y por su paciencia. Porque es una mujer maravillosa que no se limita a la hora de dar amor y cariño. Porque no pude haber tenido mejor fortuna que tenerla a ella como mamá. TE QUIERO MUCHO MAMI.

A MI PAPI

Porque nunca he escuchado una palabra negativa de sus labios, porque Dios lo creó y nunca volvió a crear uno igual. Por ser el papá más bondadoso, comprensivo y amoroso del mundo. Por quererme y apoyarme tanto. TE QUIERO MUCHO PAPI.

A OSQUI

Por su sencillez, apoyo y complicidad. Porque el día que tenga un hijo, quiero que sea como él. TE QUIERO MUCHO HERMANITO.

A MIS ABUIS FRANCIA Y ANA

Porque a lo largo de toda mi vida me he alimentado de sus sabios consejos, de sus historias y de todo su amor. LAS QUIERO MUCHO ABUIS.

MÓNICA ARRIETA MATURANA

AGRADECIMIENTOS

No es posible dar comienzo a este trabajo, sin antes expresar nuestros agradecimientos a las personas que colaboraron para hacer realidad este proyecto. Es muy difícil plasmar en unas pocas líneas los nombres de quienes participaron en la realización de este trabajo, sin embargo, los autores expresan sus agradecimientos a:

MARIO ÁLVAREZ CIFUENTES. Ingeniero Químico. M.Sc. PhD y profesor de la Universidad Industrial de Santander y director del proyecto. Por su colaboración y apoyo en cada etapa del proyecto y por ser más que un maestro, consejero.

LEONEL ABREU. Ingeniero Químico de INTERFASE. Por su invaluable colaboración, paciencia y dedicación.

EDUARDO CARREÑO, WILSON CARREÑO Y GUILLERMO ACERO. Laboratorio de Operaciones Unitarias, y a todo el personal de los laboratorios de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander.

MANUEL VALERO Y LUIS ENRIQUE FUENTES. Ingenieros Químicos encargados del Laboratorio de Polímeros. Por su disposición y colaboración.

Nuestros compañeros del grupo de Oleoquímica en especial a Óscar Julián Durán, Luis Fernando Castro y John Carlos Rodríguez. Siempre dispuestos a colaborar.

La Universidad Industrial de Santander. Por ser nuestro segundo hogar, porque además de formarnos como profesionales, nos forma como seres humanos. No existen palabras para agradecer a una institución que nos dio tanto.

RESUMEN

TITULO: OBTENCIÓN DE METIL – ÉSTERES A PARTIR DE ACEITES VEGETALES RECICLADOS*

AUTORES:** MÓNICA PATRICIA ARRIETA MATURANA
SANDRA YALILE FORERO BALLESTEROS**

PALABRAS CLAVES: Aceite vegetal usado, metanol, transesterificación, metil éster.

DESCRIPCIÓN:

El presente trabajo se orientó a la producción de un metil éster a partir de aceite vegetal usado, el cual se está convirtiendo en una excelente opción para la utilización de estos aceites. Para tal fin se realizó una transesterificación en la cual se evaluaron dos catalizadores (Hidróxido de Sodio e Hidróxido de Potasio). Además, se estudió el efecto y las interacciones de otras variables que afectan el avance de la reacción como tipo de aceite, relación molar alcohol:aceite y la cantidad de catalizador. Para caracterizar el metil éster obtenido se utilizó el método de espectroscopia infrarroja y se comparó con metil ésteres comerciales con base en las especificaciones técnicas más importantes para dichos productos, como humedad, acidez, índice de refracción y apariencia.

Finalmente, se obtuvo un metil éster con características similares a las de los productos comerciales, con un rendimiento máximo del 82,35% y se determinaron las condiciones más adecuadas para obtener una buena productividad con la menor cantidad de recursos, así:

Tipo de aceite: Aceite Vegetal Usado

Relación molar: 6:1

Catalizador: KOH

Cantidad de catalizador: 0.5%

Adicionalmente, se encontró que cuando el aceite usado se transesterifica inmediatamente después de su recolección, no es necesario realizar pretratamiento, por tanto puede concluirse que el tiempo de almacenamiento y uso del aceite, influye directamente en las etapas de tratamiento a las que debe ser sometido el aceite.

* Trabajo de grado para optar al título de ingeniero químico

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas – Escuela de Ingeniería Química

ABSTRACT

TITLE: METHYL ESTER OBTAINING FROM VEGETABLE RECYCLED OILS*.

AUTHORS:** MÓNICA PATRICIA ARRIETA MATURANA
SANDRA YALILE FORERO BALLESTEROS**

KEY WORDS: Vegetable used oil, methanol, transesterification, methyl ester.

DESCRIPTION:

The present work was guided to the production of methyl ester from vegetable used oil, which is becoming an excellent option for the use of these oils. For this, a transesterification was carried out in which two catalysts were evaluated (Sodium Hydroxide and Potassium Hydroxide). Also, it was studied the effect and the interactions of other variables that affect the advance of the reaction like type of oil, alcohol:oil molar ratio and the catalyst quantity. To characterize the methyl ester obtained, the infrared spectroscopy method was used and it was compared with commercial methyl esters with base in the most important technical specifications for these products, as humidity, acidity, refraction index and appearance.

Finally, a methyl ester was obtained with similar characteristics as the commercial products, with a maximum yield of 82,35% and the most appropriate conditions were determined to obtain a good productivity with the smallest quantity in resources, this way:

Type of oil: Used Vegetable Oil
Molar Ratio: 6:1
Catalyst: KOH
Catalyst Quantity: 0.5%

Additionally, it was found that when the used oil is transesterificated immediately after their gathering, it is not necessary to carry out a pre treatment, therefore it can be concluded that the time of storage and use of the oil, influence directly in the oil treatment stages.

* Graduate work to obtain chemical engineering title

** Physicochemical Engineering Faculty – Chemical Engineering School

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO	3
1.1 OLEOQUÍMICOS	3
1.2 ACEITES VEGETALES	6
1.3 ACEITES VEGETALES GASTADOS	6
1.3.1 Aspectos Generales.	6
1.3.2 Refinamiento de Aceites Gastados.	7
1.4 METIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS (FAMES)	8
1.4.1 Procesos de producción de metil ésteres de ácidos grasos:	9
1.4.2 Transesterificación de grasas y aceites.	9
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	11
2.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	11
2.1.1 Acidez.	11
2.1.2 Humedad	11
2.1.3 índice de refracción.	12
2.1.4 Índice de saponificación	12
2.1.5 Punto de humo.	12
2.1.6 Índice de peróxidos	12
2.1.7 Índice de yodo	12
2.2 CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA	13
2.3 RESULTADO DEL ANÁLISIS FISICOQUÍMICO	14
2.4. PROGRAMACIÓN DE EXPERIMENTOS	14

2.4.1 Identificación de variables:	14
2.5 INTERACCIÓN DE VARIABLES	17
2.6 MONTAJE EXPERIMENTAL	18
2.7 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	18
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	21
3.1. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS	29
3.1.1. Relación molar alcohol: aceite.	29
3.1.2. Tipo de catalizador.	29
3.1.3. Cantidad de catalizador	29
3.2 CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO FINAL	30
3.2.1 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	31
4. CONCLUSIONES	33
5. RECOMENDACIONES	35
BIBLIOGRAFÍA	36
ANEXOS	38

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Análisis fisicoquímico del aceite vegetal gastado (muestra 1).	14
Tabla 2. Análisis fisicoquímico del aceite vegetales gastado (muestra 2).	14
Tabla 3. Variables Independientes	15
Tabla 4. Rendimiento de los productos obtenidos con la muestra 1 de aceite.	22
Tabla 5. Rendimiento de los productos obtenidos con la muestra 2 de aceite.	26
Tabla 6. Resultados caracterización del producto final de la muestra 1 de aceite.	30
Tabla 7. Resultados caracterización del producto final de la muestra 2 de aceite.	31
Tabla 8. Características de algunos metil ésteres comerciales.	32

LISTA DE GRAFICAS

	Pág.
Gráfica 1. Uso final de aceites y grasas.	3
Gráfica 2. Exportaciones de oleoquímicos Malasia 1993	4
Gráfica 3. Exportaciones de oleoquímicos Malasia 2000.	5
Gráfica 4. Reacción de formación de metil ésteres a partir de grasas y aceites.	8
Gráfica 5. Rutas de producción de metil ésteres ⁽¹³⁾	9
Gráfica 7. Montaje experimental reacción de transesterificación	18
Gráfica 8. Separación de fases al final de la reacción.	20
Gráfica 9. Etapas en el lavado de metil éster con agua destilada caliente.	20
Gráfica 10. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (NaOH) de la muestra 1 de aceite.	23
Gráfica 11. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando NaOH como catalizador de la muestra 1 de aceite.	24
Gráfica 12. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (KOH) de la muestra 1 de aceite.	25
Gráfica 13. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando KOH como catalizador de la muestra 1 de aceite.	26
Gráfica 14. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (NaOH) de la muestra 2 de aceite.	27
Gráfica 15. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando NaOH como catalizador de la muestra 2 de aceite.	27

Gráfica 16. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (KOH) de la muestra 2 de aceite. 28

Gráfica 17. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando KOH como catalizador de la muestra 2 de aceite. 28

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO 1. Metodología	39
ANEXO 2. Tabla de diseño de experimentos.	40
ANEXO 3. Espectros infrarrojos para ensayos finales.	41
ANEXO 4. Pruebas preliminares a la caracterización de la muestra 1.	50
ANEXO 5. Equipos utilizados para caracterizar los productos finales	52
ANEXO 6. Registro fotográfico de materias primas y productos.	53

INTRODUCCIÓN

Con este trabajo se buscan alternativas para transformar el aceite vegetal gastado con el fin de darle un mayor valor agregado. En la actualidad estos aceites, son reciclados para fabricar jabones de baja calidad, alimento para animales, vertidos de manera ilegal al alcantarillado o algunas veces recuperados para ser reutilizados en puestos de comidas rápidas, lo cual representa un gran riesgo para la salud de los consumidores. El uso inadecuado de los aceites gastados indica que se deben establecer alternativas viables para su aprovechamiento en otras áreas.⁽¹⁾

Las tendencias mundiales apuntan a la elaboración de productos renovables y ambientalmente amigables, de esta manera, los oleoquímicos derivados de grasas y aceites naturales se presentan como una alternativa viable para el aprovechamiento de los aceites gastados a nivel industrial. Entre los oleoquímicos más importantes se encuentran: ácidos grasos, metil ésteres de ácidos grasos (Fatty Acid Metil Esters – FAMES), alcoholes grasos, entre otros.

El objetivo de este estudio es producir metil éster de ácidos grasos a partir de aceites vegetales reciclados, por medio de la reacción de transesterificación con metanol. Se probó la influencia que tiene el tipo de catalizador en el rendimiento de la reacción, se usó: hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Adicionalmente, para encontrar las condiciones más favorables para llevar a cabo la reacción y obtener una alta conversión, se evaluó el efecto de algunas variables que influyen directamente en la reacción: Tipo de aceite, relación molar alcohol:aceite, cantidad de catalizador. Para determinar las condiciones más favorables de exceso de metanol y cantidad de catalizador fueron efectuados 24 experimentos variando la relación molar alcohol – aceite entre 6:1 y 10:1 y la cantidad de catalizador entre

0.5% y 1.5%. Los resultados obtenidos permiten concluir que las condiciones más favorables, respecto al rendimiento en peso de metil éster, son relación molar 6:1 y cantidad de catalizador de 0,5%, para los dos tipos de aceite y los dos tipos de catalizadores.

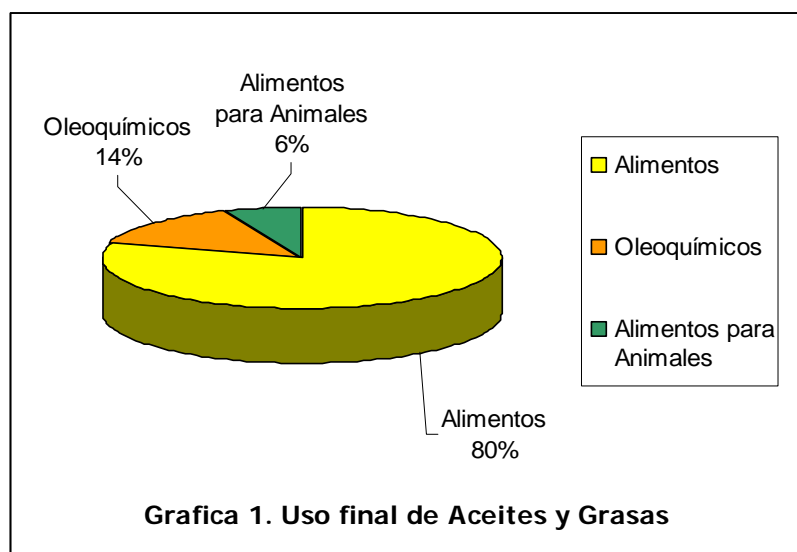
1. MARCO TEÓRICO

1.1 OLEOQUÍMICOS

La situación actual de la industria mundial, apunta hacia la utilización de recursos renovables y hacia el aprovechamiento de los residuos, empleando procedimientos que busquen reducir la afectación al medio ambiente. En los últimos años ha aumentado la tendencia a emplear grasas y aceites naturales en aplicaciones diferentes a la industria de alimentos. Entre las ventajas que estos productos ofrecen se tienen ⁽²⁾:

- Fuentes animales y vegetales, que son recursos renovables
- Precios comerciales con tendencias estables y controlables
- Disponibilidad mundial
- Composición química con un amplio rango de aplicaciones potenciales.

Grafica 1. Uso final de aceites y grasas.



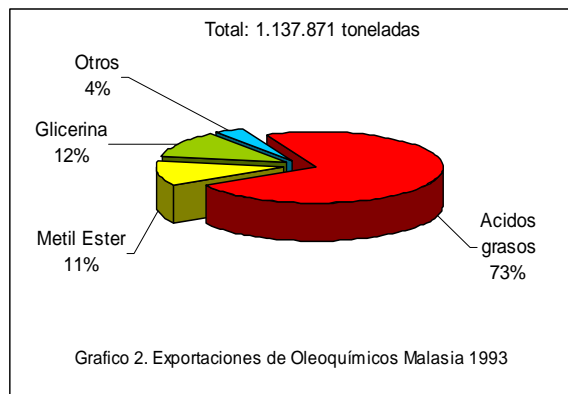
La producción de oleoquímicos también se ha visto influenciada por esta tendencia, por tanto se ha hecho cada vez más notoria la presencia en el mercado de derivados oleoquímicos de origen vegetal, como lo demuestran las exportaciones de estos productos desde Malasia, uno de los mayores productores de oleoquímicos en el mundo, las cuales se quintuplicaron en la última década (Gráfica 2).

En la actualidad los productos oleoquímicos más importantes son: ácidos grasos, metil ésteres de ácidos grasos (FAME), alcoholes grasos, aminas grasas y glicerina.

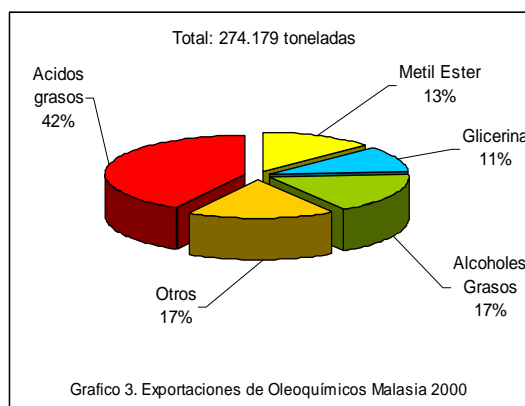
Hace siete años los ácidos grasos representaban el 72% de las exportaciones de Malasia, en el año 2000 esta participación se redujo al 42% dando espacio al crecimiento de otros oleoquímicos como los alcoholes grasos.

Los metil ésteres grasos cuentan con un 13% de participación en las exportaciones de oleoquímicos en Malasia para el año 2000 comparado con un 11% de 1993.

Gráfica 2. Exportaciones de oleoquímicos Malasia 1993



Grafica 3. Exportaciones de oleoquímicos Malasia 2000.



Las investigaciones más recientes en oleoquímicos derivados del aceite de palma incluyen la aplicación de estos compuestos como: polioles y poliuretanos, surfactantes (entre los cuales se encuentran los metil ésteres sulfonados), lubricantes, biocombustibles, tintas y recubrimientos, productos domésticos y para el cuidado personal, químicos orgánicos especiales y agroquímicos ⁽⁵⁾.

Los ésteres metílicos se producen principalmente de aceite de colza, de aceite de soya y de aceite de palma. También, se presenta el uso de grasas recicladas y de origen animal como la de cerdo y pescado, que de acuerdo con algunos estudios presentan características muy similares a sus homólogos obtenidos con aceites vegetales refinados ⁽¹⁸⁾.

El panorama de los oleoquímicos en el mundo se vislumbra prometedor; la capacidad instalada y la producción están en alza y se espera que la producción mundial aumente de 5 millones de toneladas en 1995 a 7.8 millones de toneladas en el 2010 y que la demanda mundial aumente entre el 2 y 3% anual ⁽⁵⁾.

1.2 ACEITES VEGETALES

Los aceites y grasas vegetales son sustancias orgánicas formadas por los ésteres de ácidos grasos y glicerina a los que se denominan glicéridos; la glicerina puede estar mono, di o triesterificada por los ácidos grasos, en cuyo caso se forman los mono, di o triglicéridos. Además de los ésteres de la glicerina, el aceite contiene pequeñas cantidades de vitaminas, fosfátidos (lecitinas), esteroides, colorantes (carotenos, clorofila y xantofilas), agua e hidrocarburos que constituyen el material insaponificable ⁽⁶⁾.

Los triglicéridos están compuestos por una cantidad de ácidos grasos sintetizados por las plantas y están constituidos por un número de carbonos que va desde 12 hasta 18, siendo los más frecuentes el palmítico (C16), el esteárico (C18), el oleico (C18:1) y el linoleico (C18:2). La naturaleza de estos ácidos grasos y su distribución en el éster de la glicerina, son los responsables de las propiedades del material graso. Los triglicéridos con alto contenido de ácidos grasos saturados son comúnmente sólidos a temperatura ambiente y se denominan grasas; mientras que triglicéridos con alto contenido de insaturaciones son líquidos y se denominan aceites ⁽⁷⁾.

1.3 ACEITES VEGETALES GASTADOS

1.3.1 Aspectos Generales. Los aceites vegetales gastados son aceites provenientes principalmente de la industria de preparación de alimentos, que por sus condiciones fisicoquímicas y uso intensivo, no son aptos para seguir siendo usados en el procesamiento de comestibles. Se originan en los procesos que involucran fritura profunda de los alimentos, los cuales utilizan cantidades elevadas de aceite, ya que requieren la inmersión completa del alimento a altas

temperaturas (mayores a 180°C), y durante este proceso, debido a las altas temperaturas, el aceite sufre alteraciones físicas como son: oscurecimiento, aumento de la viscosidad y formación de espuma; y alteraciones químicas que incluyen reacciones de oxidación térmica, hidrólisis y polimerización,^(8,9) las cuales producen diversos compuestos de degradación como ácidos grasos libres, hidroperóxidos compuestos polares, dioxinas y sustancias asociadas, así como monómeros, dímeros y trímeros que se generan por la degradación y polimerización de ácidos grasos polinsaturados.

1.3.2 Refinamiento de Aceites Gastados. Los productos de descomposición, deterioran la calidad del aceite y también reducen el rendimiento en la reacción de transesterificación,⁽¹⁰⁾ cuando se emplea aceites vegetales gastados para tal fin. Además, durante el proceso de transesterificación, debido a los contaminantes del aceite, pueden generarse subproductos indeseables que perjudican el producto final, por esta razón es importante considerar el efecto del grado de refinación de los aceites vegetales gastados durante el proceso de producción de metil éster. Generalmente, el refinamiento no es adecuado cuando los aceites vegetales gastados van a ser reutilizados en la preparación de alimentos, pero si se les destina para producir metil ésteres este tipo de refinamiento tiene un efecto favorable sobre el rendimiento de la reacción, pues se ha demostrado que el rendimiento pasa del 67% al 83% después del blanqueado.⁽¹¹⁾

Los métodos de refinamiento aplicados a los aceites vegetales vírgenes pueden tomarse como guías si se desea mejorar la calidad de los aceites vegetales gastados⁽¹²⁾. Los procesos usuales son: filtración, desgomado, desacidificación, decoloración o blanqueamiento y desodorización.

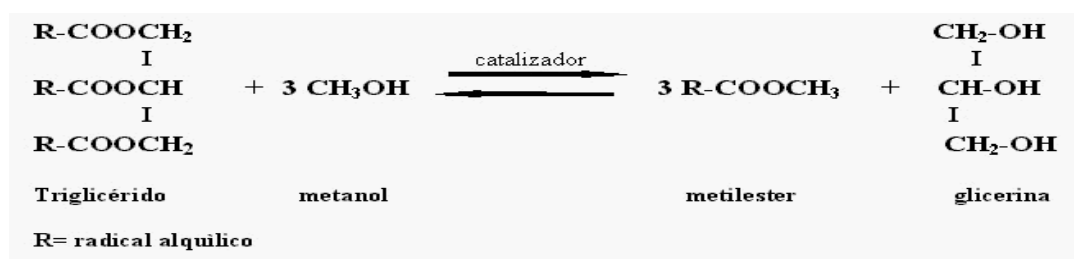
En la adecuación de los aceites vegetales gastados los procesos de desgomado y desodorización no son necesarios, ya que los aceites son previamente tratados antes de su uso, y aunque durante la degradación se producen olores, su remoción no es indispensable para el proceso al que se destinan. Los procesos que suele ser usados son: filtración, desacidificación o neutralización y blanqueamiento.

Los aceites gastados constituyen uno de los residuos de mayor impacto ambiental en el sector de alimentos, ya que si se descargan directamente en los sistemas de alcantarillado elevan la carga orgánica por encima de los niveles normales que se manejan en aguas domésticas afectando los tratamientos posteriores.

1.4 METIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS (FAMES)

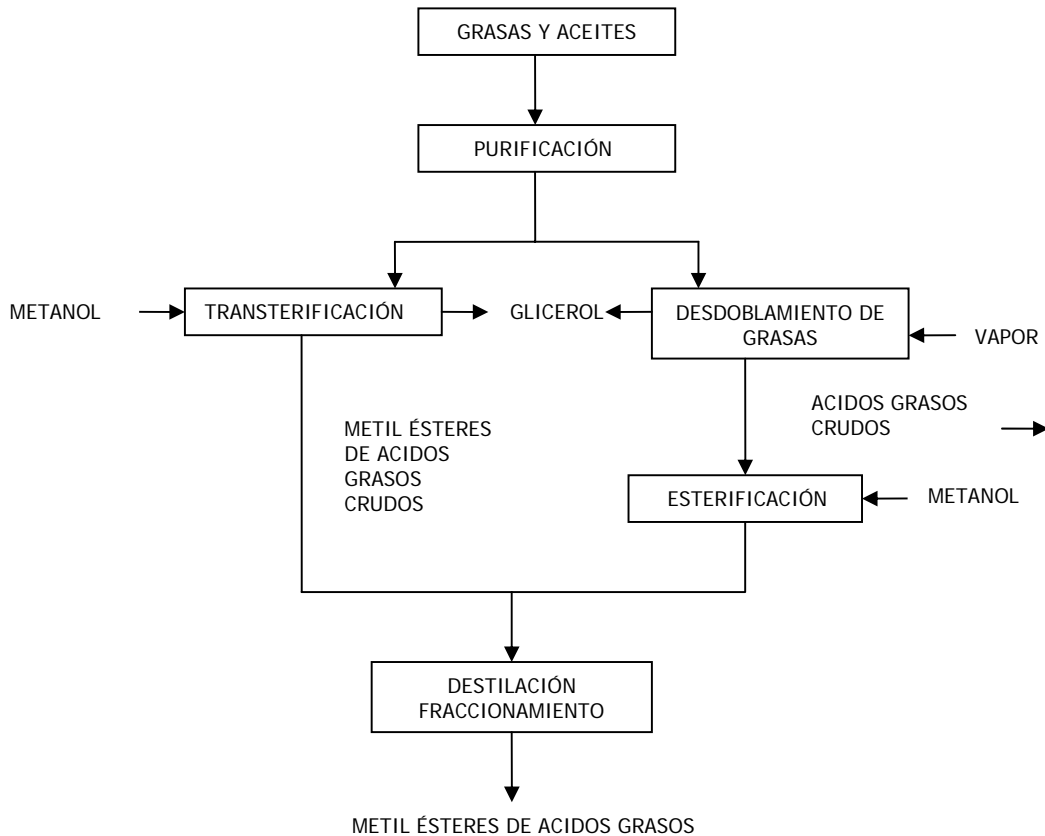
Los ésteres metílicos de ácidos grasos o FAMES por sus siglas en inglés (Fatty Acid Methyl Esters), pueden obtenerse por dos vías: directamente por transesterificación (metanolisis) a partir de las grasas y aceites, o bien, realizando primero el desdoblamiento de la grasa a alta presión y temperatura y posteriormente los ácidos grasos obtenidos se someten a esterificación con metanol. Este último proceso es más complejo, costoso y requiere un mayor consumo de energía, por esta razón sólo se va considerar el proceso de obtención a partir de grasas y aceites.

Gráfica 4. Reacción de formación de metil ésteres a partir de grasas y aceites.



1.4.1 Procesos de producción de metil ésteres de ácidos grasos:

Gráfica 5. Rutas de producción de metil ésteres ⁽¹³⁾



1.4.2 Transesterificación de grasas y aceites. Se utilizan condiciones moderadas y exceso de metanol para maximizar el efecto del catalizador y minimizar reacciones paralelas (producción de jabón y conversión parcial de triglicéridos en di o monoglicéridos). En general los catalizadores básicos son los más usados, y dentro de éstos, el KOH y el NaOH son los más estudiados. Los hidróxidos poseen la mayor aplicación industrial pues son económicos y muy efectivos cuando las materias primas lo permiten. Dan buenos resultados, siempre y cuando el contenido de agua en el medio de reacción sea mínimo y la acidez de los aceites sea menor al 1%, ya que contenidos superiores tienden a formar

jabones y geles que inhiben la capacidad catalítica de las bases, y evitan la separación del glicerol de la mezcla reactante, pero se han utilizado catalizadores ácidos y recientemente se han realizado estudios con enzimas ⁽¹⁴⁾ y catalizadores sólidos ⁽¹⁵⁾.

La literatura presenta diferentes condiciones de temperatura en las cuales puede llevarse a cabo la transesterificación; las temperaturas recomendadas van desde la ambiente, hasta la de ebullición del alcohol empleado, y aún mayores dependiendo del catalizador; sin embargo, la mayoría de autores coincide en afirmar que esta última es la más apropiada, ya que se aumenta la velocidad y disminuye el tiempo de reacción ostensiblemente.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

El aceite vegetal gastado que se usó en el desarrollo experimental de este estudio, fue proporcionado por establecimientos de comidas rápidas. Se recogieron dos muestras de aceite, a las cuales se le midieron algunas características importantes:

2.1.1 Acidez. La acidez mide la presencia de ácidos grasos libres presentes en el aceite. Con este proceso se busca la neutralización del aceite vegetal gastado, en el procedimiento se utilizó NaOH y siguió el procedimiento de la Norma Técnica Colombiana 218 2ª actualización, este procedimiento presenta gran rendimiento y ayuda en la decoloración del aceite. Las ecuaciones que relacionan el índice y la acidez son:

$$IA = \frac{56,1 * VNaOH * CNaOH}{W_{aceite}} \quad (1)$$

$$Acidez = \frac{VNaOH * CNaOH * M_{aceite(\acute{a}cidooleico)}}{10 * W_{aceite}} \quad (2)$$

2.1.2 Humedad. La humedad presente en un aceite se debe principalmente al agua contenida en el alimento. Esta agua influye en el contenido de acidez, pues el grado de deterioro del aceite es proporcional al contenido de humedad. En el aceite para fritura, el valor máximo permitido es de 0,1% (en masa).

$$\% Humedad = \frac{P1 - P2}{W} * 100 \quad (3)$$

Donde: P1= Peso aceite + erlenmeyer

P2= Peso aceite sin humedad + erlenmeyer

W= Peso muestra de aceite

2.1.3 Índice de refracción. El Índice de refracción está relacionado con el grado de insaturación del aceite. Entre mayor insaturación mayor Índice de refracción. Este índice se afecta por la oxidación y el tratamiento térmico al cual sea sometida la grasa o aceite.

2.1.4 Índice de saponificación. Se define como el peso en miligramos de KOH necesario para saponificar un gramo de grasa.

$$IS = \frac{(V_{blanco} - V_{HCl\lg\astado})(N_{HCl} * 56,1)}{W} \quad (4)$$

2.1.5 Punto de humo. El punto de humo está relacionado inversamente con el contenido de ácidos grasos libres, a medida que se incrementa la acidez, disminuye el punto de humo y viceversa.

2.1.6 Índice de peróxidos. Se considera que este parámetro no es muy confiable debido a la inestabilidad de los peróxidos. Es lógico considerar que entre mayor sea el tiempo de uso del aceite, mayor será el deterioro y por tanto mayor será su grado de oxidación.

$$I.P = \frac{V_{\text{iosulfato}} * N_{\text{iosulfato}} * 1000}{W} \quad (5)$$

2.1.7 Índice de yodo. Este valor indica la presencia de enlaces dobles en el aceite o grasa. Un valor alto en el Índice de Iodo, indica la presencia de pocos enlaces dobles (aceite o grasa insaturado).

$$I.Y. = \frac{(V_{blanco} - V_{Na_2S_2O_3})}{W} * N_{Na_2S_2O_3} * 12,69 \quad (6)$$

El peso molecular del aceite vegetal gastado se determinó en forma indirecta a partir del Índice de Saponificación, así:

$$PM = \left[X * \left(\frac{1g}{1000mg} \right) \left(\frac{1}{56,10564g/mol} \right) \right]^{-1} * 3 \quad (7)$$

Donde: X = Índice de Saponificación

$$PM_{delaceite} = 838,440448317 g/mol$$

A continuación se muestran las principales características del aceite vegetal gastado:

2.2 CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA

Aceite vegetal gastado: (Oleína)

Fecha de Recolección: 22 Abril 2006

Filtración con tierras de blanqueo (tonsil 0.7%) al vacío con Rxn por 30 min.

Fecha de caracterización: 24 abril 2006

Fecha de entrega: Mayo 12/2006

Cantidad: 2.5 Litros

El NaOH y el KOH utilizados como catalizadores en la experimentación tienen pureza de 97% y un 85% respectivamente, el metanol utilizado tiene 99,9% de pureza.

2.3 RESULTADO DEL ANÁLISIS FISICOQUÍMICO

Tabla 1. Análisis fisicoquímico del aceite vegetal gastado (muestra 1).

Análisis	Aceite Vegetal Gastado (A.V.G)	Norma
Índice de Refracción (I.R)	1.465	NTC 289 2ª actualización
Punto de Humo (P.H)	168 °C	NTC 3272
Índice de Saponificación (I.S)	200.75 (mg KOH/aceite)	NTC 335 1ª actualización
Índice de Peróxidos (I.P)	16.32 (meq de O ₂ /kg)	NTC 236 1ª actualización
Índice de Yodo (I.Y):	53.23(g I/100 g aceite)	NTC 283 1ª actualización
Índice de Acidez (I.A)	0.691	NTC 218 2ª actualización
Porcentaje de acidez (%A)	0.487	NTC 218 2ª actualización
Porcentaje de Humedad (%H):	0.029	NTC 287 2ª actualización

Tabla 2. Análisis fisicoquímico del aceite vegetales gastado (muestra 2).

Análisis	A.V.G	Norma
I.R	1.466	NTC 289 2ª actualización
I.A	0.593	NTC 218 2ª actualización
%A	0.298	NTC 218 2ª actualización
%H	0.085	NTC 287 2ª actualización

2.4. PROGRAMACIÓN DE EXPERIMENTOS

2.4.1 Identificación de variables:

- Variables Independientes

En la Tabla 2 se muestran las variables que más influencia tienen en la reacción de transesterificación.

Tabla 3. Variables Independientes

VARIABLE	INTERVALO		TIPO
	-	+	
Relación molar alcohol : aceite	6	10	Continua
Tipo de catalizador	NaOH	KOH	Discreta
Cantidad de catalizador	0.5%	1.5%	Continua

En este trabajo se estudian únicamente tres (3) variables independientes, por tanto se fijan otras variables así:

Temperatura: Típicamente, la velocidad de reacción se duplica por cada 10° C de aumento de la temperatura de reacción, por ello se conoce de antemano que la reacción procederá mucho más lento a temperaturas bajas y por tanto no se ensaya a estas temperaturas. El punto de ebullición del metanol a 760 mm Hg es 64.7° C, en Bucaramanga (680 mm Hg) es aproximadamente de 60°C, de esta manera la temperatura se fijó en 60°C para realizar los experimentos. Otras variables como la presión (680 mm Hg) y la velocidad de agitación fueron mantenidas constantes.

Para las variables independientes que se van a estudiar, se fijan dos niveles de acuerdo a lo recomendado por la literatura, así:

Relación molar alcohol:aceite: Según la literatura la relación óptima es 6:1, con relaciones menores, el exceso de metanol no es suficiente par desplazar el equilibrio de la reacción, por eso este nivel se escoge como el mínimo. Para relaciones mayores, el costo de recuperación del metanol comienza a tener una alta influencia en la operación, en este trabajo se probó una relación 10:1.

Tipo de catalizador: Se tienen dos niveles para esta variable: Hidróxido de Sodio (NaOH) e Hidróxido de Potasio (KOH); estos catalizadores se escogieron por su bajo costo y porque su acción catalizadora es más efectiva que los agentes de carácter ácido.

Cantidad de catalizador: La cantidad de catalizador se expresa en porcentaje molar con base en la cantidad de aceite utilizado. Según la literatura la cantidad óptima cuando se utiliza hidróxido de sodio e hidróxido de potasio como catalizadores es de 1%, por lo tanto se escogieron niveles de 0,5% y 1,5%.

- Variables Dependientes

Son muchas las variables dependientes, tanto de la reacción como del producto, que se podrían utilizar para evaluar el experimento dependiendo del propósito del mismo: conversión, rendimiento, productividad, pureza, costo, color, viscosidad, etc. En este caso se escogió como variable dependiente el rendimiento, entendido como la cantidad de metil éster producido con base en la cantidad de materia prima utilizada (aceite + catalizador + metanol) así:

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Pesometilester}}{\text{Pesoaceite} + \text{Pesocatalizador} + \text{Pesome tan ol}} * 100 \quad (8)$$

De esta manera se determinó la interrelación de las variables estudiadas y su efecto sobre el rendimiento, así como las condiciones más favorables para producir metil ésteres partiendo de aceites de fritura usados.

2.5 INTERACCIÓN DE VARIABLES

Para lograr un acercamiento a las interacciones de las variables independientes y sus efectos sobre la productividad de la reacción, se utilizó el diseño de experimentos factorial completo para tres (3) variables:

- Relación molar alcohol : aceite
- Tipo de catalizador
- Cantidad de catalizador

Este diseño permite realizar un análisis que involucra todas las variables y demuestra los efectos e interacciones de cada variable de una forma simultánea y detallada. Se escogió un diseño de dos (2) niveles para cada variable por su utilidad ya que no involucra gran cantidad de experimentos y además es conveniente porque ofrece bastante información de las variables de interés.

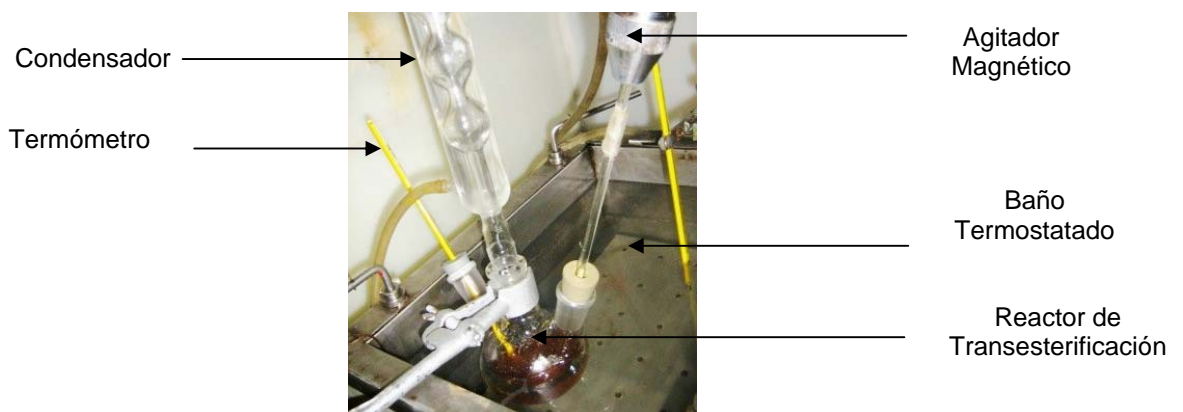
En el anexo 1 se muestra el diseño de experimentos en donde se definen las pruebas que se realizaron y se especifica el orden (determinado aleatoriamente) y los valores de las variables en cada una de ellas. En estas pruebas las reacciones se llevan a cabo durante un tiempo de dos (2) horas.

Con este diseño se realizaron ocho pruebas cada una con su respectiva réplica quedando convertido el número de pruebas en 16, a partir de las cuales se obtiene información de todos los valores extremos de las variables.

2.6 MONTAJE EXPERIMENTAL

El gráfico 7 ilustra el montaje experimental implementado para la transesterificación del aceite vegetal gastado. Se utilizó un balón de tres bocas de 500 mL, en las bocas del balón se dispuso de las siguientes funciones: acople del agitador, acople del termómetro y acople del condensador. La función del agitador es garantizar el mezclado de los reactivos, con turbulencia para que las condiciones se aproximen a mezcla perfecta. Se requiere de un condensador para evitar los escapes del alcohol por evaporación. El balón se ubicó dentro de un baño termostático de agua controlando la temperatura para mantenerla en 60°C.

Gráfica 7. Montaje experimental reacción de transesterificación



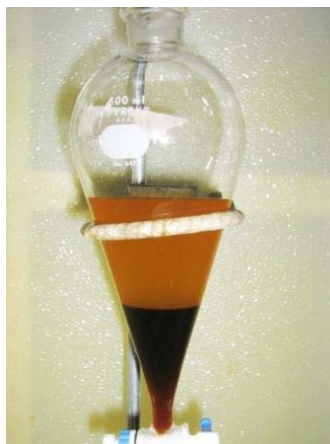
2.7 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El procedimiento llevado a cabo para la transesterificación fue el siguiente:

- Calentamiento de aproximadamente 137 g de aceite en el balón.
- Disolución del catalizador en el metanol formando el metóxido de sodio.
- Mezcla del aceite caliente y el metóxido.

- Reacción de transesterificación por dos horas, con agitación constante.
- Transvasado de la mezcla reaccionante a un embudo de decantación.
- Decantación para permitir la separación de fases: la fase superior contiene metil éster, metanol, aceite, mono y diglicéridos sin reaccionar, la fase inferior está conformada por metanol en exceso y glicerina. Cuando la reacción no avanza (0% de conversión), la separación de las fases se invierte; esto es, se forma una fase superior alcohólica donde se encuentra el metanol y una fase inferior “grasosa” que contiene aceite. La separación adecuada de fases es un indicativo del avance de la reacción.
- Drenado de la fase inferior (alcohólica).
- Retiro del catalizador, metanol o glicerina que pueda contener la fase superior mediante lavados por aspersion con agua destilada caliente (a 60°C).
- Decantación de las fases metil éster y agua destilada hasta separación completa. Esta operación se repitió cinco veces y se hizo un último lavado por agitación. La relación utilizada fue de 1:1 en volumen de agua destilada por volumen de metilester obtenido.
- Deshidratación con Sulfato de Sodio (Na_2SO_4), este reactivo se agregó al metiléster lavado (25% de la cantidad del metilester producido) para retirar las trazas de agua.
- Reposo por 12 horas y filtración.
- Retiro del metanol residual por calentamiento en baño maría a 75° C por 6 horas⁽¹⁹⁾.

Gráfica 8. Separación de fases al final de la reacción.



Gráfica 9. Etapas en el lavado de metil éster con agua destilada caliente.



3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos en este trabajo tienen que ver con el rendimiento de la reacción de transesterificación para las diferentes variables definidas en el diseño de experimentos y así mismo, se muestra la caracterización de los productos obtenidos. También se realizaron ensayos adicionales con una muestra de aceite sin pre-tratar a fin de hacer una comparación entre las dos muestras de aceites utilizadas.

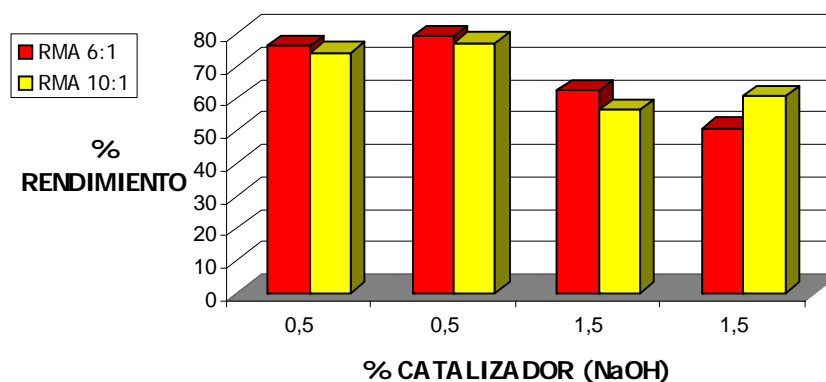
En la tabla 4 se presenta el rendimiento de metil éster en los productos obtenidos en cada experimento y las figuras siguientes muestran el comportamiento de las diferentes variables de operación en el rendimiento de la producción de metil éster, en estas figuras se presenta cada experimento y sus respectivas réplicas.

En la gráfica 10 se presentan los resultados obtenidos en la reacción de transesterificación para el metil éster en función de la cantidad de catalizador de los ensayos realizados con NaOH y sus respectivas réplicas.

Tabla 4. Rendimiento de los productos obtenidos con la muestra 1 de aceite.

ENSAYO	VARIABLES INDEPENDIENTES			RENDIMIENTO (%)
	RELACIÓN MOLAR	TIPO DE CATALIZADOR	CANTIDAD DE CATALIZADOR	
1	6:1	NaOH	0,5%	76,03
2	10:1	NaOH	0,5%	73,91
9	6:1	KOH	0,5%	82,35
11	10:1	KOH	0,5%	77,06
4	6:1	NaOH	1,5%	62,22
3	10:1	NaOH	1,5%	56,43
13	6:1	KOH	1,5%	73,31
14	10:1	KOH	1,5%	68,97
5	6:1	NaOH	0,5%	79,14
6	10:1	NaOH	0,5%	76,95
10	6:1	KOH	0,5%	82,00
12	10:1	KOH	0,5%	77,37
8	6:1	NaOH	1,5%	50,74
7	10:1	NaOH	1,5%	60,62
15	6:1	KOH	1,5%	74,60
16	10:1	KOH	1,5%	70,10

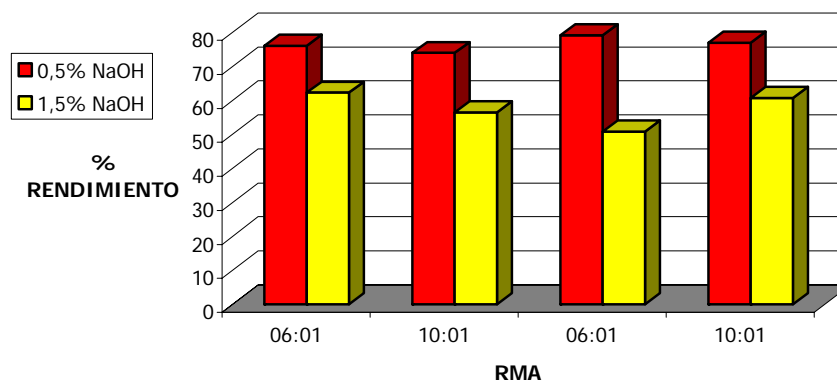
Gráfica 10. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (NaOH) de la muestra 1 de aceite.



En la gráfica 10 se observa que los rendimientos de transesterificación más favorables se dan cuando la relación molar metanol/aceite es de 6:1. Sin embargo el crecimiento no es muy significativo sobre todo al utilizar una cantidad de catalizador baja, lo que indica que en el intervalo estudiado, la cantidad de metanol no es un factor limitante.

La cantidad de catalizador parece ser una variable más importante que la razón molar metanol:aceite. Como se puede ver en la Gráfica 11, para un mismo valor de razón molar metanol:aceite, el aumento de la cantidad de catalizador, disminuye la cantidad de metil éster producido durante la transesterificación.

Gráfica 11. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando NaOH como catalizador de la muestra 1 de aceite.



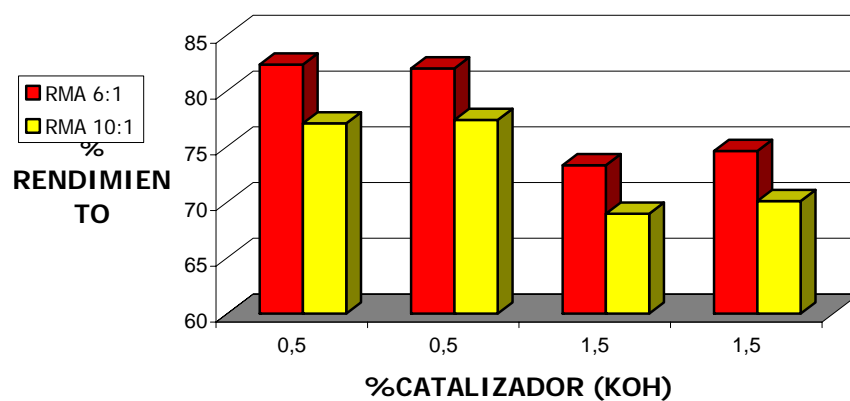
Cabe suponer que debido a la formación del metóxido de sodio también se produce cierta cantidad de agua que favorece la ocurrencia de la reacción de hidrólisis y posterior saponificación de los ácidos grasos formados. Puesto que la reacción de saponificación reduce el rendimiento de la reacción de transesterificación se justifican por tanto los resultados presentados anteriormente. Sin embargo, el uso de pequeñas cantidades de catalizador perjudica la separación de fases durante el lavado.

A continuación se presenta el mismo análisis anterior pero con los experimentos que usaron KOH como catalizador:

Al usar KOH como catalizador, se observa una diferencia más marcada en el rendimiento de la reacción de transesterificación al aumentar la cantidad de metanol. Así mismo, también se deduce que los mejores rendimientos se dan cuando la relación molar metanol: aceite es de 6:1. De aquí, se puede deducir que

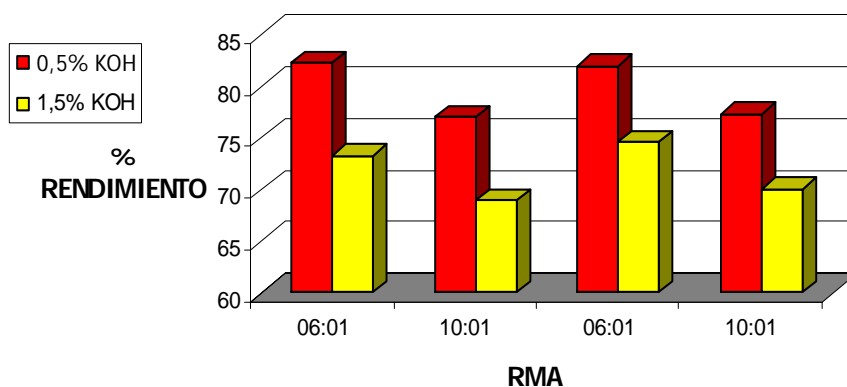
al usar KOH como catalizador, la cantidad de alcohol utilizada sí es un factor importante y limitante para el rendimiento de la reacción.

Gráfica 12. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (KOH) de la muestra 1 de aceite.



En la gráfica siguiente se observa el mismo comportamiento que se da cuando se usa NaOH como catalizador, es decir, para un mismo valor de razón molar metanol:aceite, el aumento de la cantidad de catalizador, disminuye la cantidad de metil éster producido durante la transesterificación.

Gráfica 13. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando KOH como catalizador de la muestra 1 de aceite.

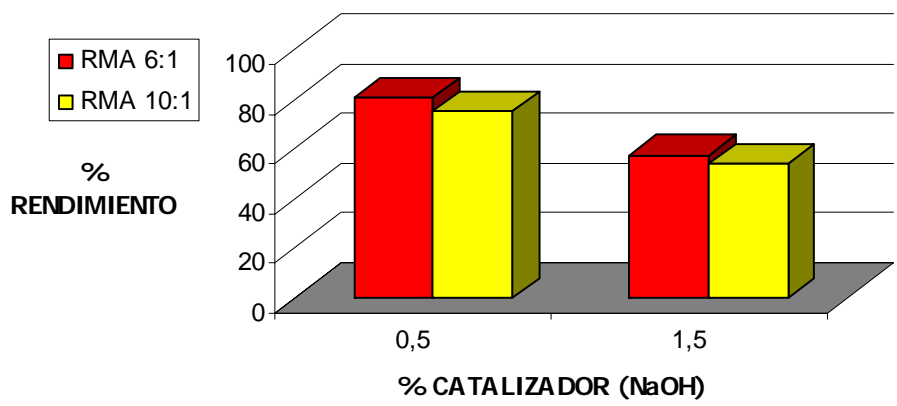


A continuación se presentan los resultados obtenidos con otra muestra de aceite, que fue recogida en una fuente diferente, dicha muestra no fue sometida a ningún pre-tratamiento (sólo filtración para retirar la materia sólida). Esta experimentación se realizó a fin de observar la influencia que tiene el tipo de materia prima en el rendimiento de la reacción de transesterificación. Para el análisis se escogieron las combinaciones de variables que dieron un mejor rendimiento con la primera muestra de aceite, se siguió el mismo procedimiento experimental antes descrito.

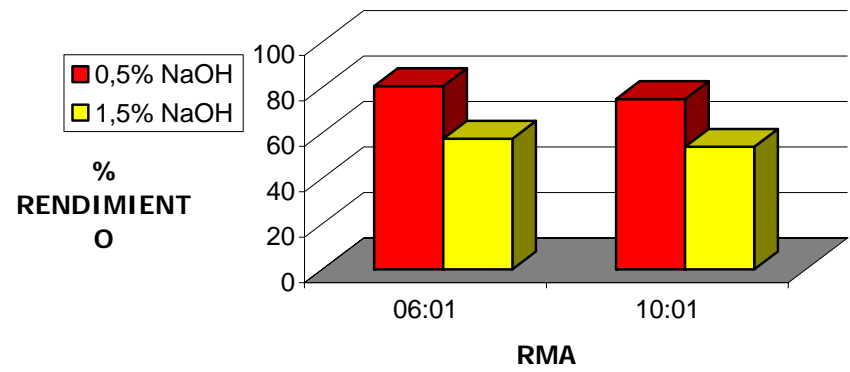
Tabla 5. Rendimiento de los productos obtenidos con la muestra 2 de aceite.

ENSAYO	VARIABLES INDEPENDIENTES			RENDIMIENTO (%)
	RELACIÓN MOLAR	TIPO DE CATALIZADOR	CANTIDAD DE CATALIZADOR	
1	6:1	NaOH	0,5%	80,59
2	6:1	NaOH	1,5%	57,44
3	10:1	KOH	1,5%	70,11
4	6:1	KOH	1,5%	73,74
5	10:1	KOH	0,5%	76,43
6	10:1	NaOH	0,5%	74,89
7	10:1	NaOH	1,5%	53,85
8	6:1	KOH	0,5%	82,35

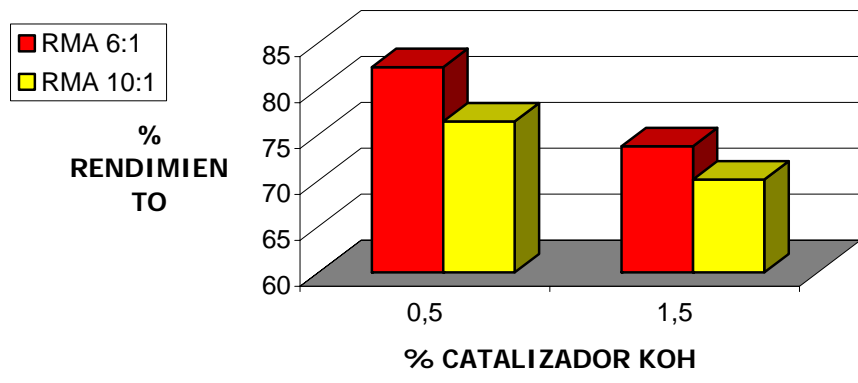
Gráfica 14. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (NaOH) de la muestra 2 de aceite.



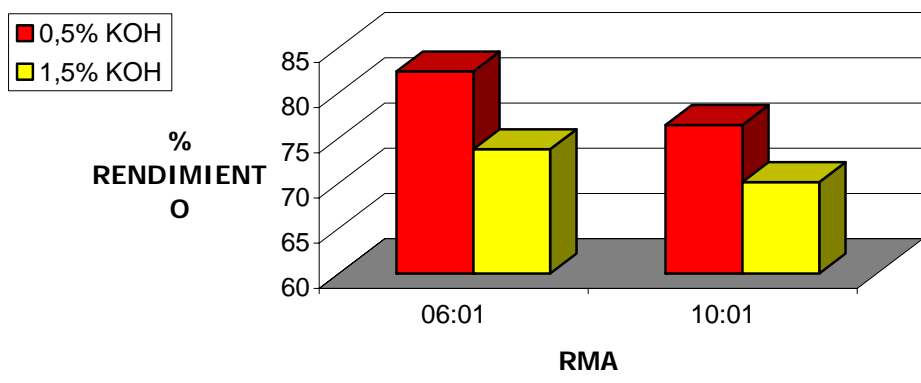
Gráfica 15. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando NaOH como catalizador de la muestra 2 de aceite.



Gráfica 16. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función del % de catalizador (KOH) de la muestra 2 de aceite.



Gráfica 17. Rendimiento de la reacción de transesterificación en función de la razón molar metanol:aceite usando KOH como catalizador de la muestra 2 de aceite.



Observando el comportamiento del porcentaje de rendimiento de las gráficas anteriores, se concluye que las variables analizadas se comportan de manera similar para las dos muestras de aceite vegetal gastado, indicando así que no es necesario un pre-tratamiento del aceite cuando el tiempo de almacenamiento no sea alto.

3.1. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

3.1.1. Relación molar alcohol: aceite. Como se mencionó anteriormente, para la mayoría de los ensayos la relación molar 6:1 dio mejores resultados para las dos muestras de aceite. Esta diferencia es más marcada cuando se utilizan niveles bajos de catalizador (0,5%). El utilizar mayores cantidades de alcohol genera una disminución en el rendimiento de la reacción de transesterificación.

3.1.2. Tipo de catalizador. Se hace evidente en este estudio que los mayores rendimientos de la reacción de transesterificación se presentan cuando se usa KOH como catalizador. El KOH demuestra diferencias más marcadas cuando se utilizan diferentes niveles de cantidad de catalizador y diferentes niveles de relación molar metanol/aceite.

3.1.3. Cantidad de catalizador. Para ambos catalizadores el incremento de la cantidad de catalizador (de 0,5% a 1,5%) disminuye el rendimiento de metil éster. Esta disminución se hace más evidente en los niveles bajos de relación alcohol:aceite.

3.2 CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO FINAL

Tabla 6. Resultados caracterización del producto final de la muestra 1 de aceite.

ENSAYO	ÍNDICE DE ACIDEZ	VISCOSIDAD	ÍNDICE DE REFRACCIÓN
1	0,182	4,48	1,4460
2	0,175	4,42	1,4475
9	0,135	4,77	1,4460
11	0,570	4,38	1,4450
4	0,670	4,42	1,4450
3	0,198	4,38	1,4440
13	0,064	4,35	1,4460
14	0,177	4,35	1,4440
5	0,155	4,48	1,4440
6	0,184	4,42	1,4445
10	0,150	4,38	1,4450
12	0,633	4,38	1,4450
8	0,421	4,42	1,4450
7	0,224	4,35	1,4450
15	0,423	4,35	1,4400
16	0,058	4,51	1,4455

Tabla 7. Resultados caracterización del producto final de la muestra 2 de aceite.

ENSAYO	ÍNDICE DE ACIDEZ	VISCOSIDAD	ÍNDICE DE REFRACCIÓN
1	0,173	4,26	1,448
2	0,156	4,19	1,445
3	0,2	4,19	1,447
4	0,134	4,16	1,445
5	0,169	4,19	1,446
6	0,180	4,16	1,445
7	0,162	4,16	1,445
8	0,151	4,19	1,446

3.2.1 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

La espectroscopia infrarroja es empleada para comparar un producto comercial con el obtenido en el laboratorio. El producto comercial de referencia es una mezcla de ésteres metílicos de aceite de colza. Los espectros infrarrojos de la muestra de metil éster comercial y de los productos obtenidos se muestran en el anexo 3.

El espectro infrarrojo para todos los ensayos experimentales muestra un comportamiento similar al producto comercial. Las bandas más representativas que revela el análisis son: Dos bandas pronunciadas entre 2800 y 3000 cm^{-1} que corresponden a los enlaces CH de los grupos CH_3 ; se encuentra una banda fuerte entre 1735 y 1750 cm^{-1} representativa del grupo carbonilo que supone la presencia de esteres metílicos, complementada por las bandas de absorción localizadas en la región de 1215 cm^{-1} y 1190 a 1150 cm^{-1} representativas del éster.

Adicionalmente se observa que los ésteres no contienen agua pues la banda característica entre 3200 y 3500 cm^{-1} no aparece; el grupo OH del metanol que aparece entre 3200 y 3500 cm^{-1} y complementado con una banda en 900 cm^{-1} tampoco aparece.

Tabla 8. Características de algunos metil ésteres comerciales.

CARACTERISTICAS	METIL ÉSTER DE ACEITE VEGETAL RECICLADO	STEPAN C-65	P & G CE-1618	COGNIS Edenor ME V	COGNIS Edenor ME AS 16V
HUMEDAD, %	0.05	0.2 máx.	0.1máx.	0- 0.1	0 – 0.1
ACIDEZ, mg KOH/g	0.135	2.0 máx.	1.0máx.	0- 1	0 - 1
INDICE DE REFRACCIÓN @ 20°C	1.446	1.4472	1.4495	1.4496	-----
APARIENCIA	Líquido	Líquido	Líquido	Líquido	Líquido

De la tabla anterior se observa que las características del metil éster de mayor rendimiento obtenido, se encuentran dentro de los parámetros de los metil ésteres comerciales.

4. CONCLUSIONES

Los objetivos propuestos al inicio de este estudio se cumplieron satisfactoriamente: se produjo metil éster de ácidos grasos, con un rendimiento máximo del 82,35% a partir de aceite vegetal gastado. Se probaron dos catalizadores para llevar a cabo la reacción: hidróxido de sodio e hidróxido de potasio.

La producción de metil éster se efectuó a través de catálisis básica utilizando el hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio como catalizadores. Las producciones efectuadas presentan rendimientos de producción de metil ésteres entre 50,74% y 82,35% siendo el rendimiento influenciado por las características del aceite de fritura usado (normalmente el número de acidez y la cantidad de agua) y por las condiciones de producción consideradas en el presente trabajo (% de catalizador y relación molar metanol:aceite).

Además, para complementar el estudio, se escogieron los ensayos con mejor rendimiento y se realizó la reacción de transesterificación con un aceite sin pre-tratar.

Se encontró que las mejores condiciones para llevar a cabo la reacción de transesterificación a 60°C son:

- Relación molar alcohol:aceite 6:1
- Tipo de catalizador KOH
- Cantidad de catalizador 0,5%

Con base en los resultados obtenidos, se puede concluir que:

- Los rendimientos de transesterificación más favorables se dan cuando la relación molar metanol/aceite es de 6:1. Sin embargo el crecimiento no es muy significativo sobre todo al utilizar una cantidad de catalizador baja, lo que indica que en el intervalo estudiado, la cantidad de metanol no es un factor limitativo.
- La cantidad de catalizador parece ser una variable más importante que la razón molar metanol:aceite. Ya que para un mismo valor de razón molar metanol:aceite, el aumento de la cantidad de catalizador, disminuye la cantidad de metil éster producido durante la transesterificación para los dos catalizadores.
- Al usar KOH como catalizador, se observa una diferencia más marcada en el rendimiento de la reacción de transesterificación al aumentar la cantidad de metanol. Así mismo, también se deduce que los mejores rendimientos se dan cuando la relación molar metanol:aceite es de 6:1. De aquí, se puede deducir que al usar KOH como catalizador, la cantidad de alcohol utilizada sí es un factor importante y limitante para el rendimiento de la reacción.
- A través de la experimentación se observó que cuando el aceite gastado se transesterifica inmediatamente después de su recolección, no es necesario realizar pretratamiento, por tanto puede concluirse que el tiempo de almacenamiento del aceite influye directamente en el rendimiento de la reacción de transesterificación.

5. RECOMENDACIONES

- Se recomienda el uso del índice de refracción para medir el avance de la reacción de transesterificación, previa comprobación y calibración del método analítico. Esta alternativa es más simple, su disponibilidad es mayor y es más económica comparada con la cromatografía.
- Es conveniente realizar un estudio sobre la influencia que tiene el tiempo de almacenamiento del aceite vegetal usado en la reacción de transesterificación.
- Es aconsejable revisar el procedimiento de decantación de las fases glicerina y metil éster, a fin de disminuir los tiempos requeridos para esta operación.
- Se recomienda hacer un escalamiento a nivel de planta piloto y realizar pruebas para obtener datos que permitan la realización de un estudio de prospectiva económica para este proceso.
- Se sugiere analizar el efecto real que tiene el acondicionamiento de los aceites con las tierras de blanqueo en la producción de metil éster.
- Se recomienda realizar pruebas de toxicidad y biodegradabilidad de los aceites de fritura reciclados a fin de determinar el impacto ambiental que ocasiona su vertimiento en los sistemas de alcantarillado.

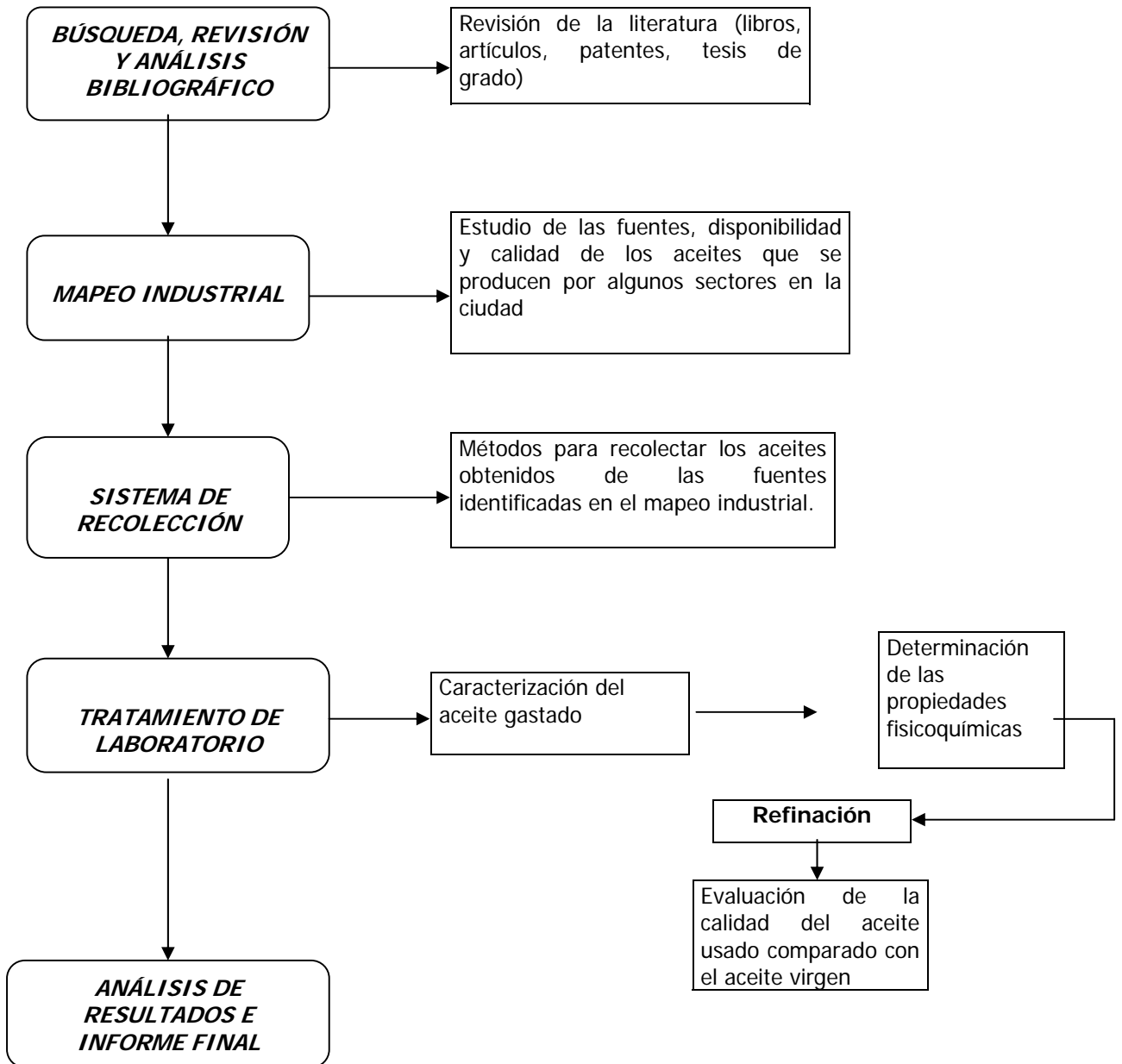
BIBLIOGRAFÍA

1. QUIÑÓNEZ C, Leonardo, MATEUS P, Oscar. QUIÑÓNEZ C, Leonardo, MATEUS P, Oscar; Dimensionamiento y montaje de un reactor piloto para la obtención de biodiesel a partir de aceites vegetales gastados, trabajo de grado. Facultad de Ciencias. Departamento de Ingeniería Química Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 2003.
2. MORETTI G.F. y ADAMI I. Fatty acid methyl esters in the detergent industry: Updated technologies for their production and transformation into high- quality surfactants. Ballestra S.pA. Milan, Italia.
3. BERNA, José Luis. Raw materials for sulfonation and sulfation. Production, characteristics and uses. En: Sodeopec 2002.
4. MALAYSIAN PALM OIL BOARD. Palm oil technical bulletin. Vol. 7, No. 4, Julio – Agosto 2001.
5. KIFLI, Hamirin y LYE Ooi Tian. Palm based oleochemicals. En: Sodeopec 2002.
6. STOUT, Bill. Handbook of Energy for World Agriculture. Ed. Elsevier Science Publishers Ltd. London. 1990.
7. ULLMAN, Fritz. Encyclopedia of Industrial Chemistry. Vol. A10. Ed. VCH, FOR. U.S.A. 1985.
8. MANCINI, J. Et al, Effects of selected chemical Tratments on quality of fats used for Deep Frying, En: Journal of the American Oil Chemists Society. Vol. 63. N° 11; November 1986.
9. FRANCO, Jaime. Estudio Preliminar de la formación de polímeros durante el proceso de fritura de aceites comestibles. Trabajo de grado. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ciencias. Departamento de Química. Bogotá 2001.
10. SCHUCHARDT, U. Et al. Transesterification of Vegetable Oils; a Review. En Journal of Brazilian oils Chemists Society. Vol. 5. No. 1; May, 1998.
11. DUPLESSI S,L. Et al. Evaluation of Peanut and Cottonseeds Oils for deep Frying. En: Journal of the American Oil Chemists Society. Vol.? May. 1981.

12. Patente (5231200); METHOD FOR REFINING AND FRACTIONATION OF PALM OIL AND APPARATUS THEREFOR; Kuwabara; Yuji (Wakayama,JP) Hidaka; Hiroshi (Sakai, JP); Imai; Shinichi (Sennan, JP); Yabuuchi; Ayumi (Kaizuka, JP); Miyabe; Masaaki (Sennan, JP).
13. FOSTER, Hovda. Manufacture of methyl ester sulfonates and other derivatives. Chemithon Corporation. October 1997.
14. MITTELBACH, M. Lipase Catalyzed Alcoholysis of Sunflower Oil. JAOCS, Vol. 67, No. 3, p, 168 – 170, Marzo 1990.
15. LECLERCO, Elisabeth, et al. Transterification of Rapeseed Oil in the Presence of Basic Zeolites and Related Solid Catalysts. JAOCS, Vol. 78, No 11, 2001.
16. PERRY, R. Manual Ingeniero Químico. Mc Graw Hill, Quinta edición, 1982.
17. FREEDMAN, B Y PRYDE, EH. Variables affecting the yield of fatty acid esters from transesterified vegetable oil. JOCS Vol. 61 No. 10, p. 1638, 1643, 1984.
18. KNOTHE, Gerhard. Analytical Methods Used in the Production and Fuel Quality Assessment of Biodiesel. En: Journal of the American Society of Agricultural Engineers. Vol 44, No.2; Idaho, December, 2001.
19. KARAOSMANOGLU, Filiz; BARIS, K.; TÜTER, Melek; ERTEKIN, Serap. Investigation of the Refining Step of Biodiesel Production. Department of Chemical Engineering. Istanbul Technical University. Maslak, Istanbul 80626. Turkey, 1996.
20. PARADIS, A, y NAWAR, W, A. Gas Chromatographic method for the Assessment of used frying oils. Comparison with other Methods. En: Journal of the American Oil Chemists Society. Vol.? N°?. May 1981.
21. ARTMAN, R. y CRAIG, J. Characterization of some Heated Fats Components. En: Journal of the American Oil Chemists Society. Vol. 6. N°?. October 1968.
22. REDDY, B. Et al. Chemical Reactions Involved in the Deep Frying of foods IV. Identification of Acidic Volatile Decomposition Products of Hydrogenated Cottonseed Oil. Vol. 45. N°?
23. Patente (3252509); RECOVERY OF USED FRYING OILS; AKOH C, Casimir; REYNOLDS, Aaron Estes; The University of Georgia Research Foundation, inc; June 3, 1999.

ANEXOS

ANEXO 1. Metodología



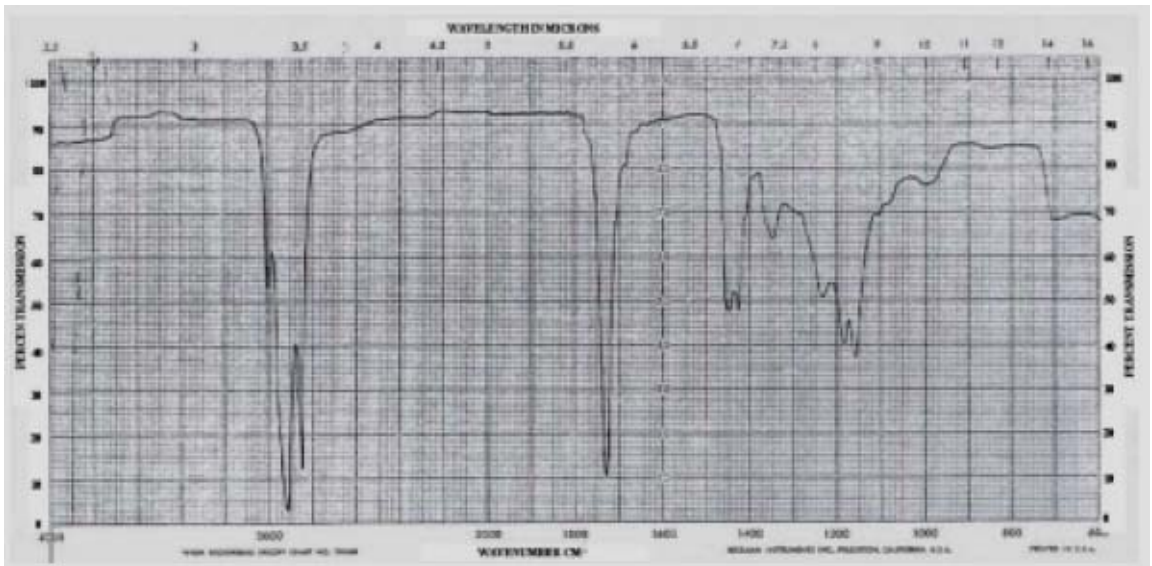
ANEXO 2. Tabla de diseño de experimentos.

TABLA 1A. Diseño de experimentos

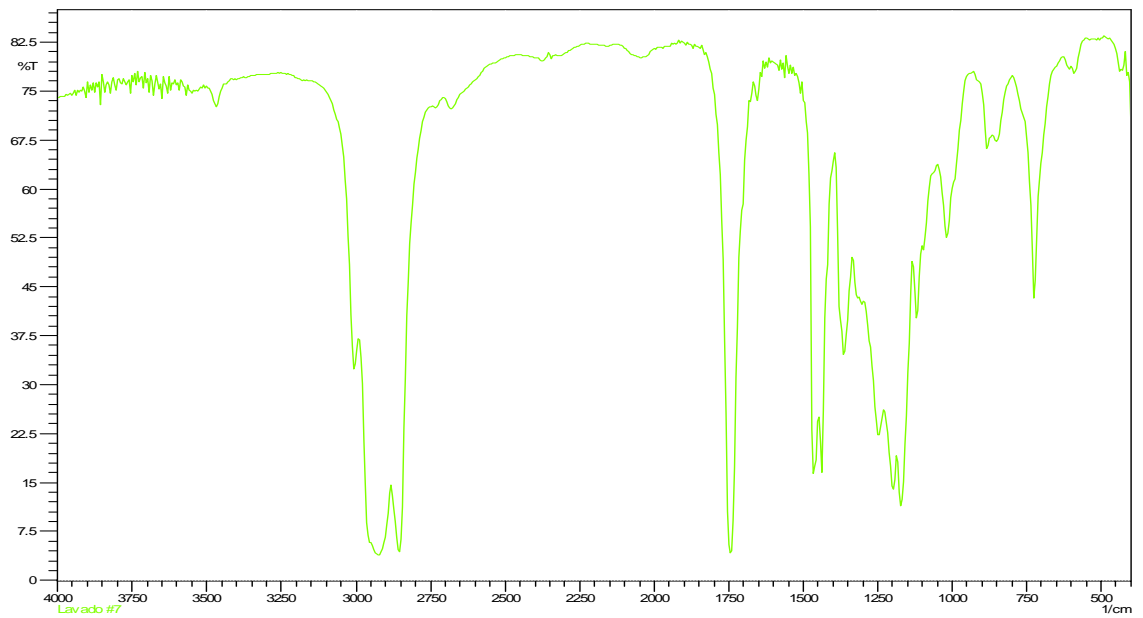
ORDEN	ENSAYO	VARIABLES INDEPENDIENTES		
		RELACIÓN MOLAR	TIPO DE CATALIZADOR	CANTIDAD DE CATALIZADOR
1	1	6:1	NaOH	0,5%
2	2	10:1	NaOH	0,5%
3	9	6:1	KOH	0,5%
4	11	10:1	KOH	0,5%
5	4	6:1	NaOH	1,5%
6	3	10:1	NaOH	1,5%
7	13	6:1	KOH	1,5%
8	14	10:1	KOH	1,5%
9	5	6:1	NaOH	0,5%
10	6	10:1	NaOH	0,5%
11	10	6:1	KOH	0,5%
12	12	10:1	KOH	0,5%
13	8	6:1	NaOH	1,5%
14	7	10:1	NaOH	1,5%
15	15	6:1	KOH	1,5%
16	16	10:1	KOH	1,5%

ANEXO 3. Espectros infrarrojos para ensayos finales.

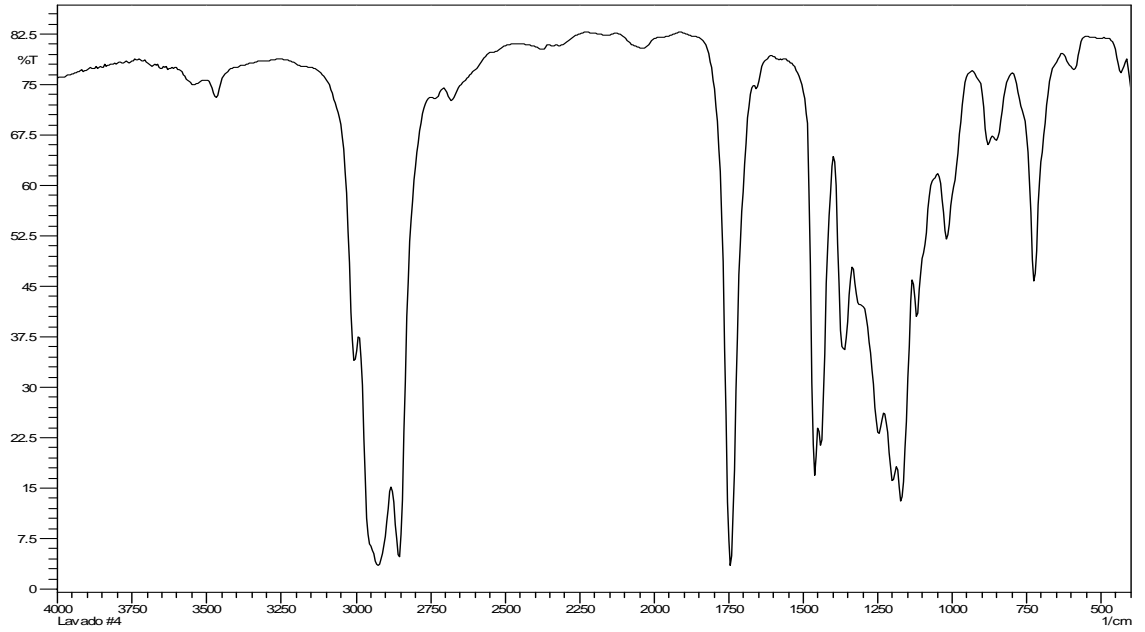
Gráfica 1A. Espectro infrarrojo de un metil éster comercial.



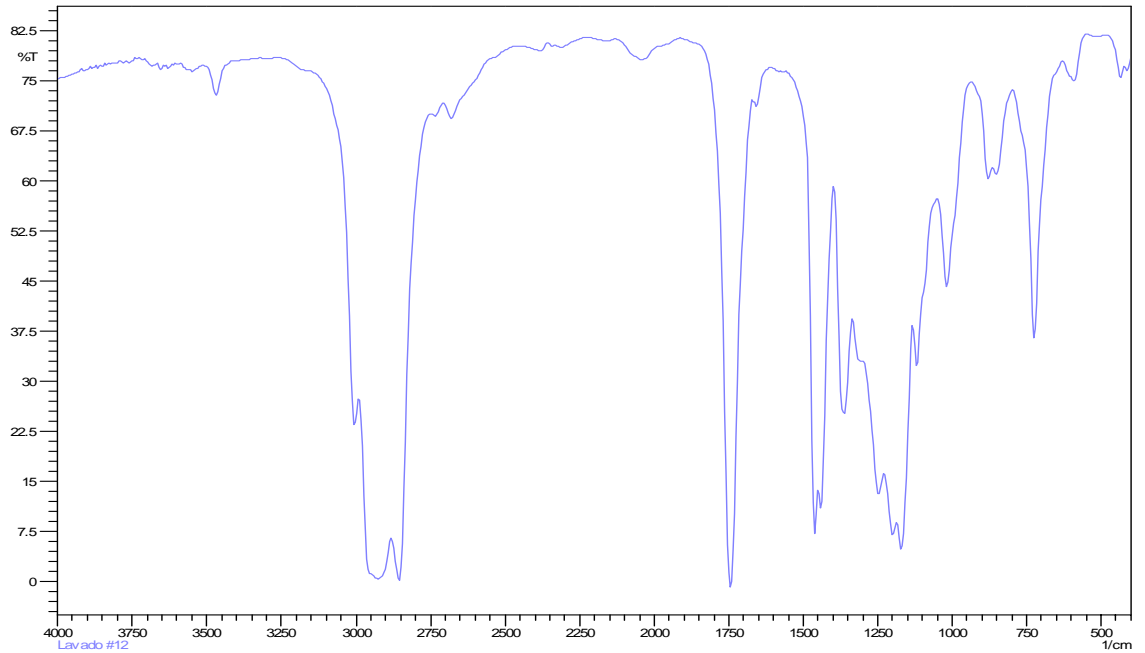
Gráfica 2A. Espectro infrarrojo ensayo 1



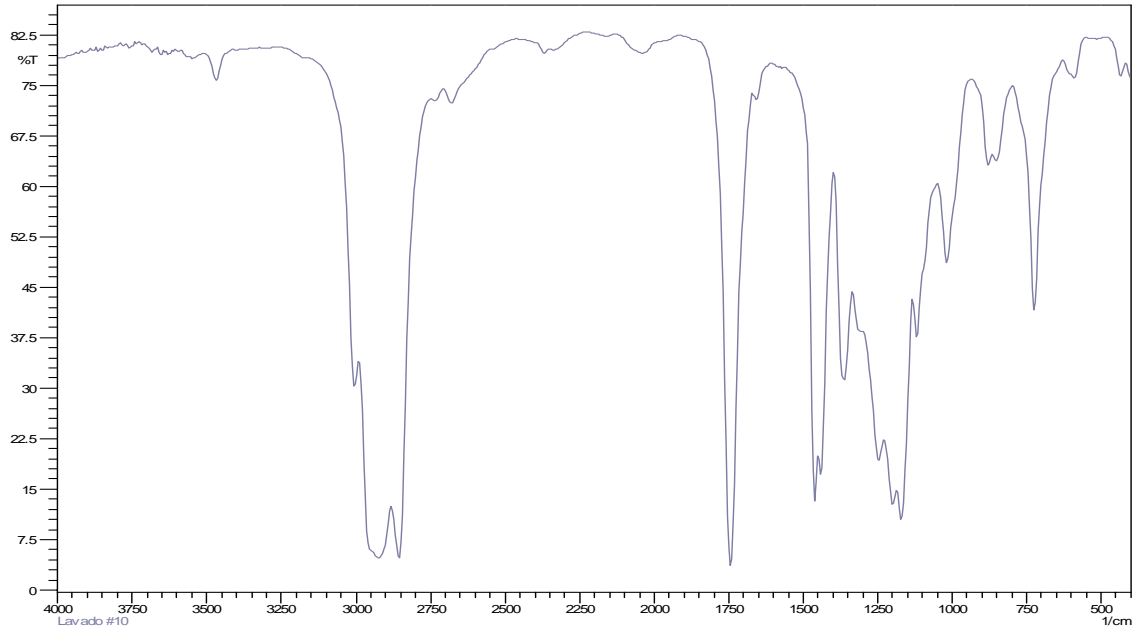
Gráfica 3A. Espectro infrarrojo ensayo 2



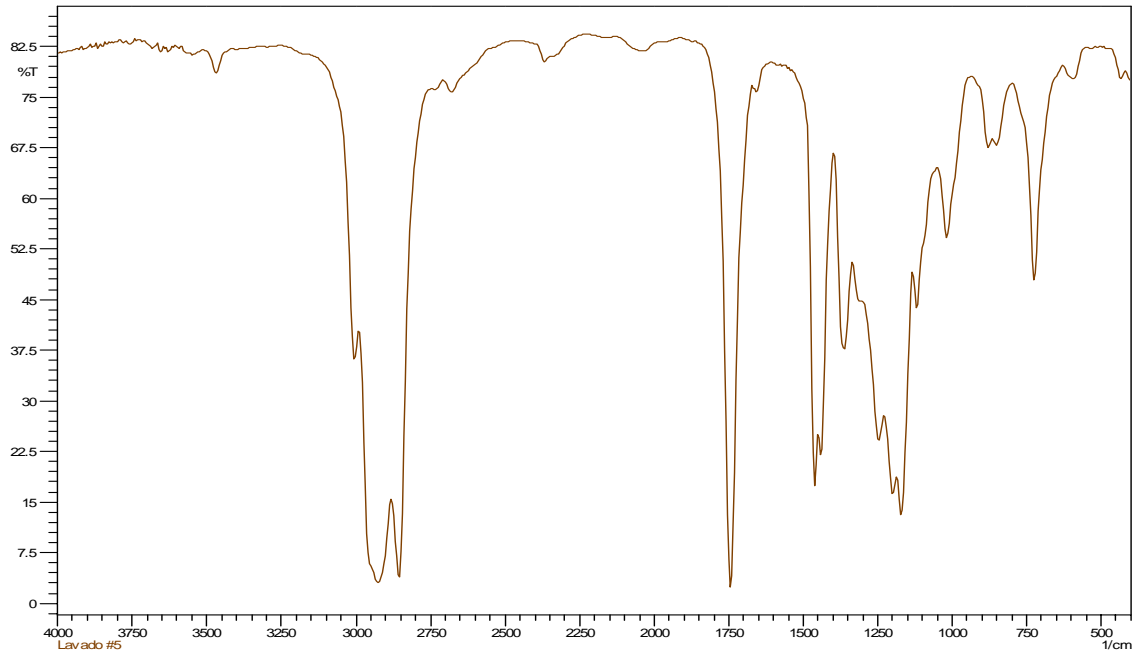
Gráfica 4A. Espectro infrarrojo ensayo 3.



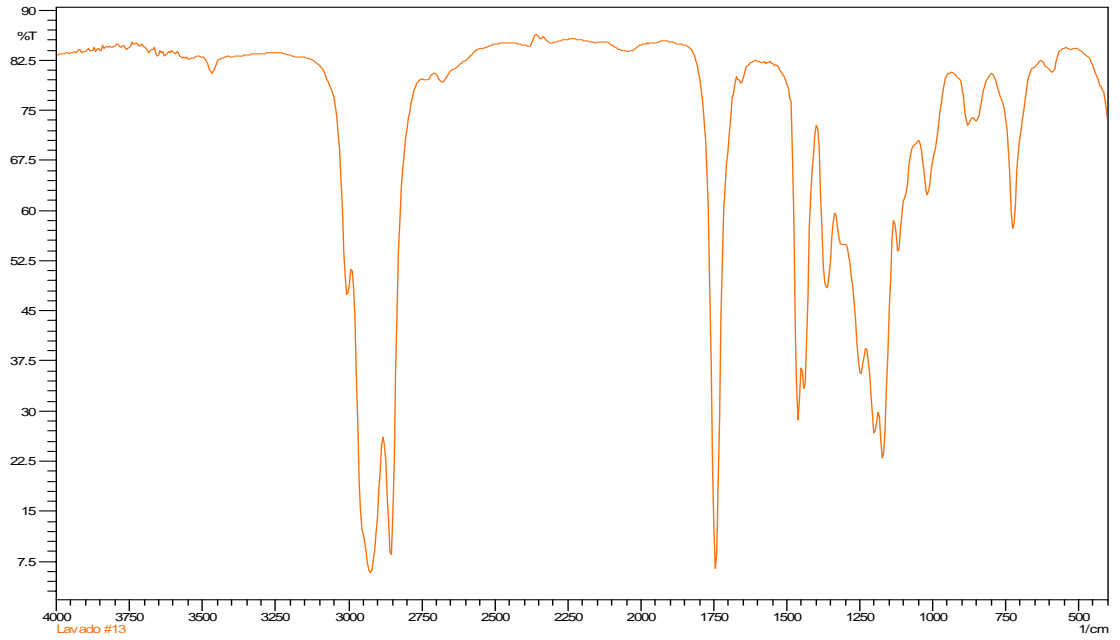
Gráfica 5A. Espectro infrarrojo ensayo 4



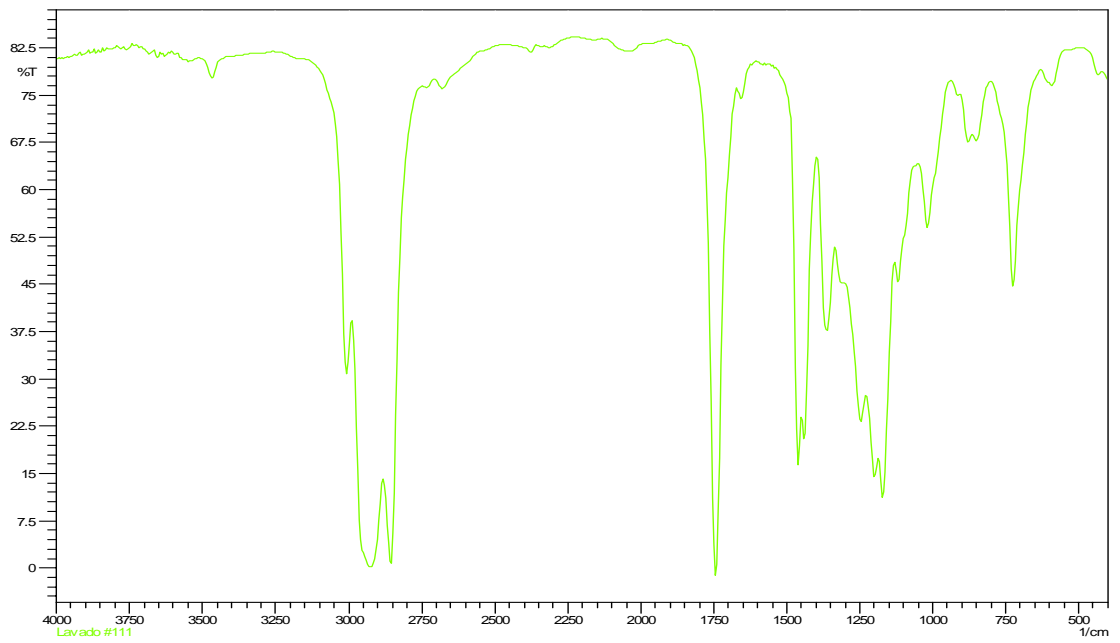
Gráfica 6A. Espectro infrarrojo ensayo 5



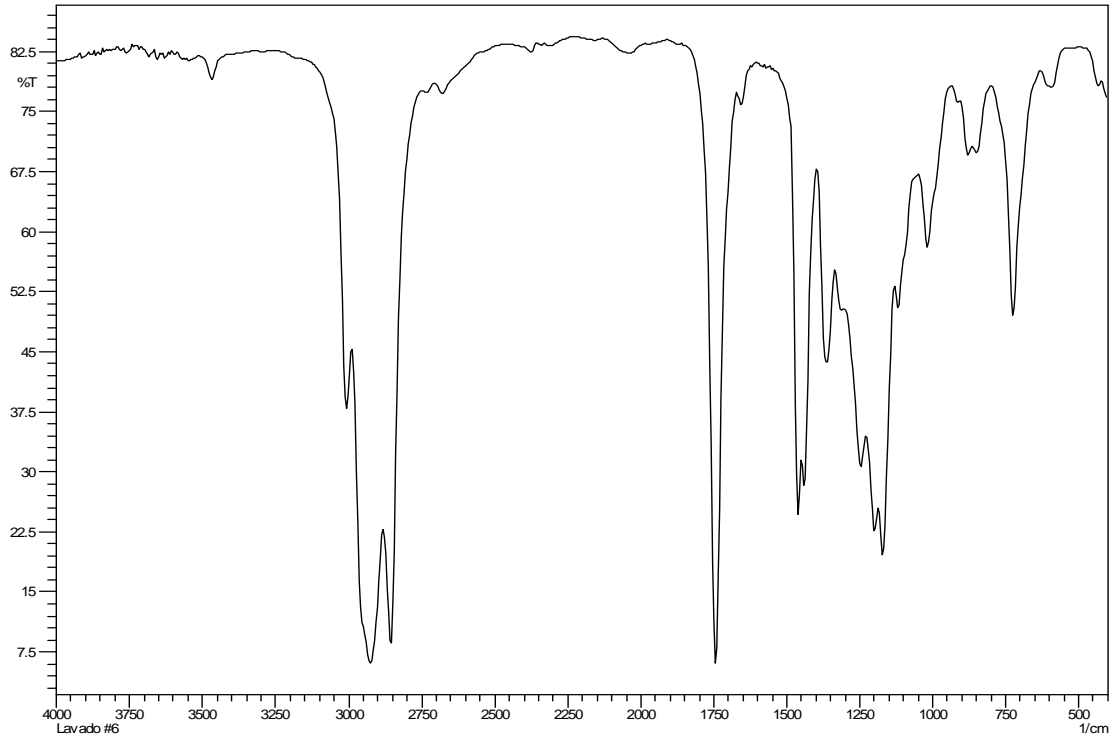
Gráfica 7A. Espectro infrarrojo ensayo 6



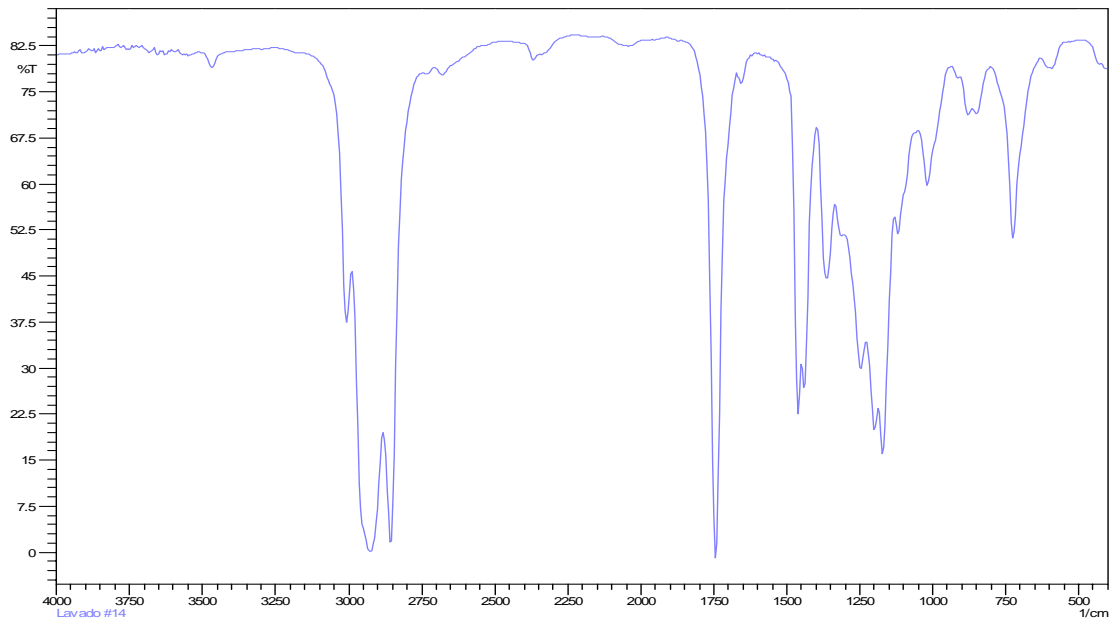
Gráfica 8A. Espectro infrarrojo ensayo 7



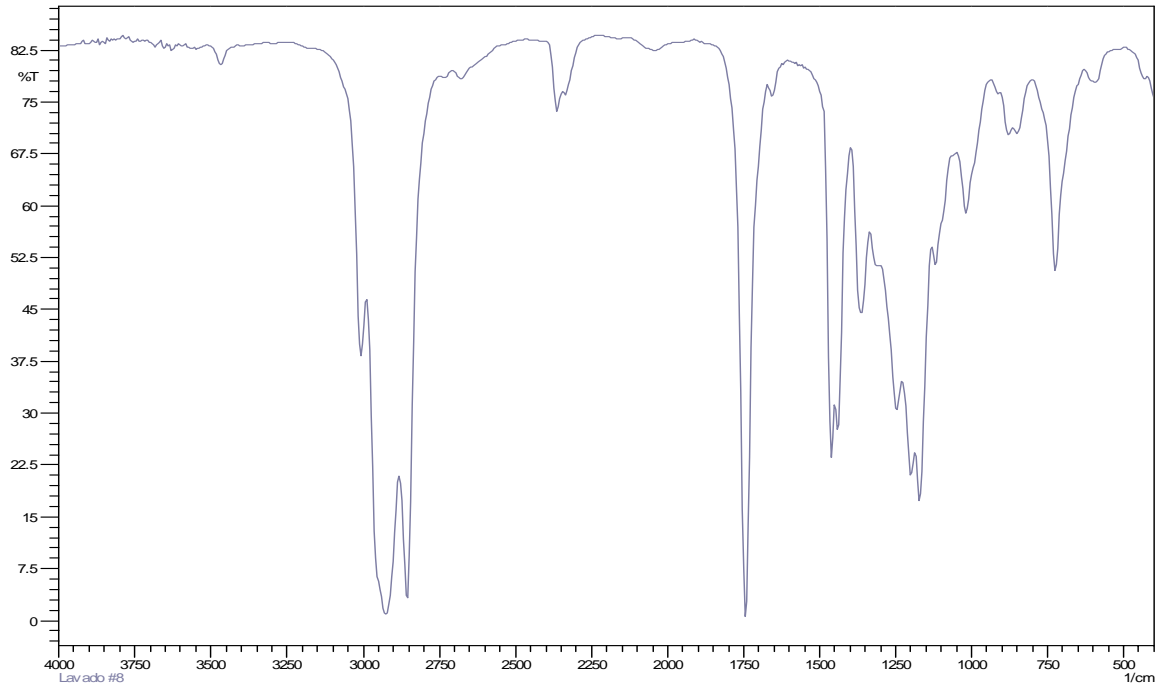
Gráfica 9A. Espectro infrarrojo ensayo 8



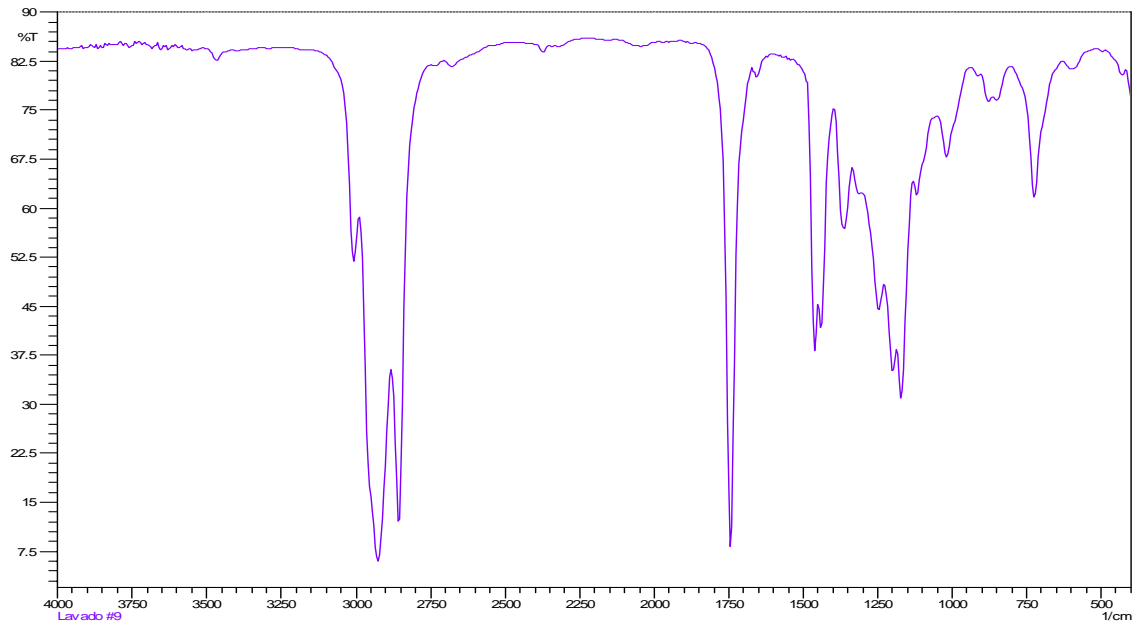
Gráfica 10A. Espectro infrarrojo ensayo 9



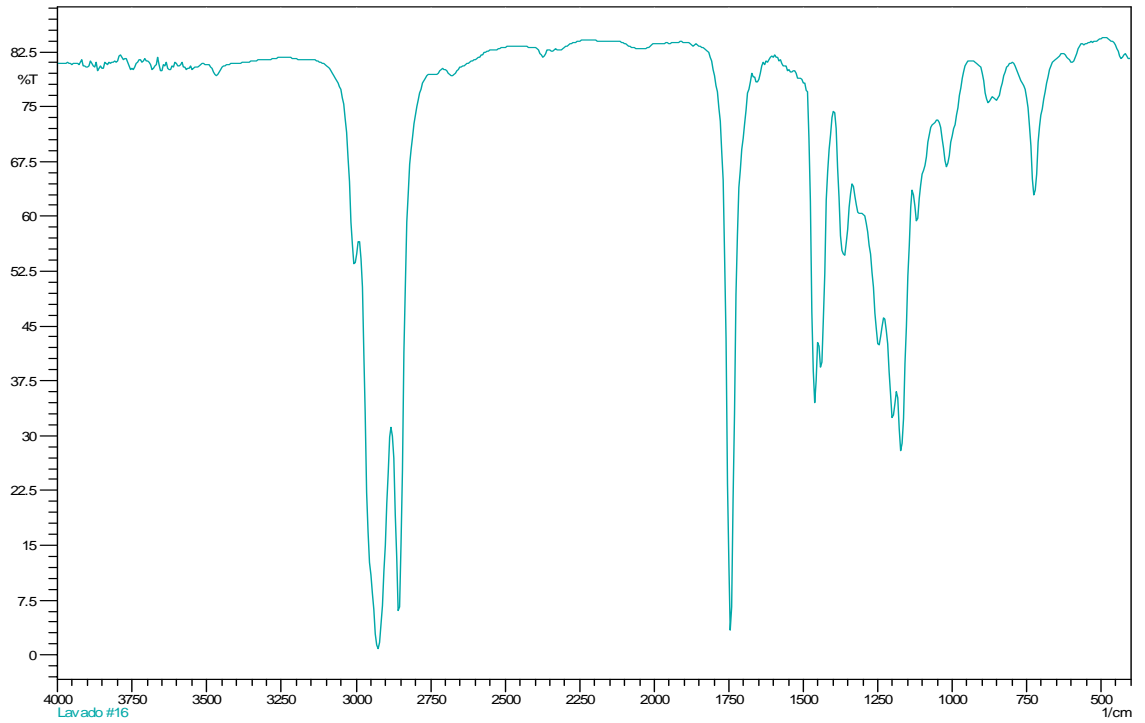
Gráfica 11A. Espectro infrarrojo ensayo 10



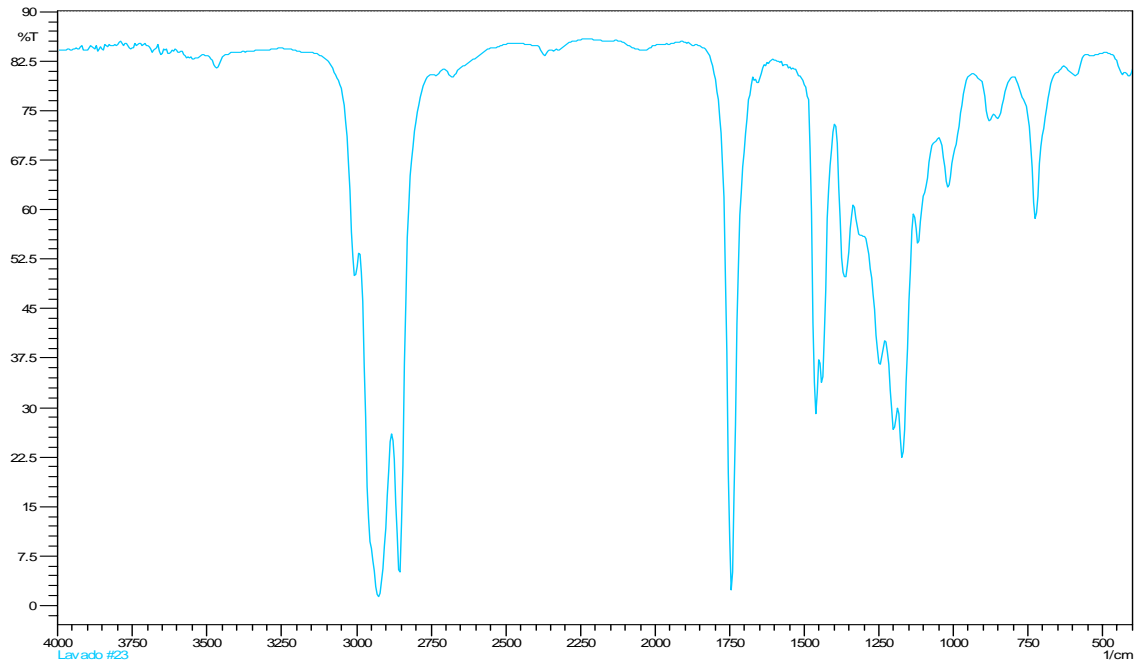
Gráfica 12A. Espectro ensayo 11



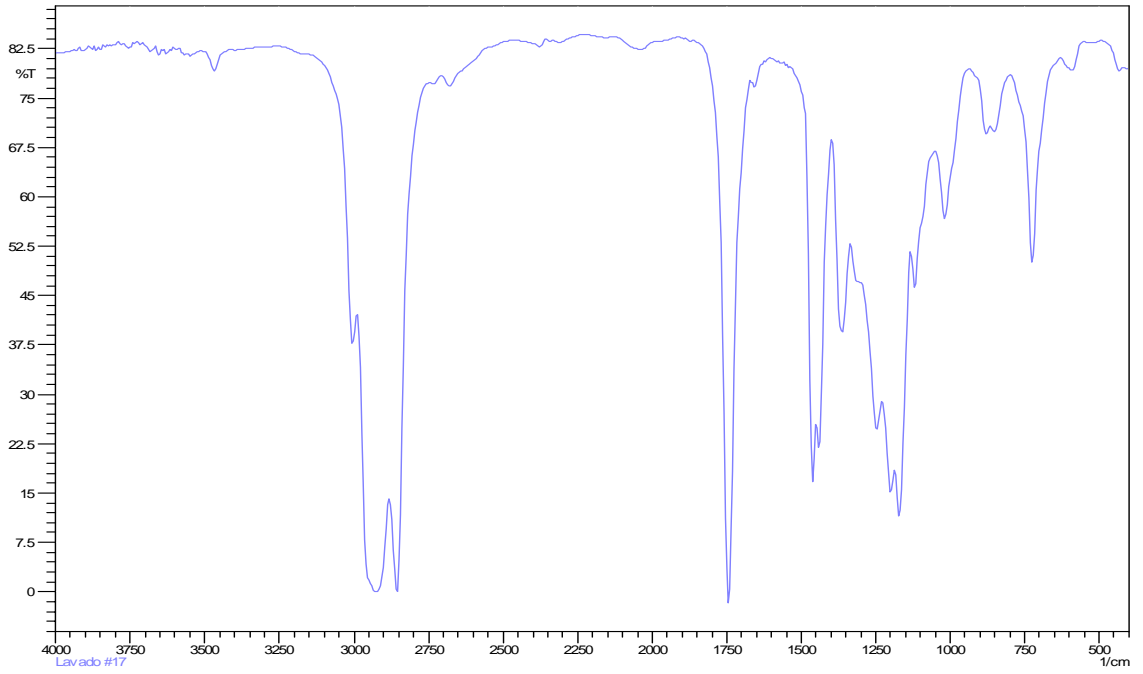
Gráfica 13A. Espectro ensayo 12



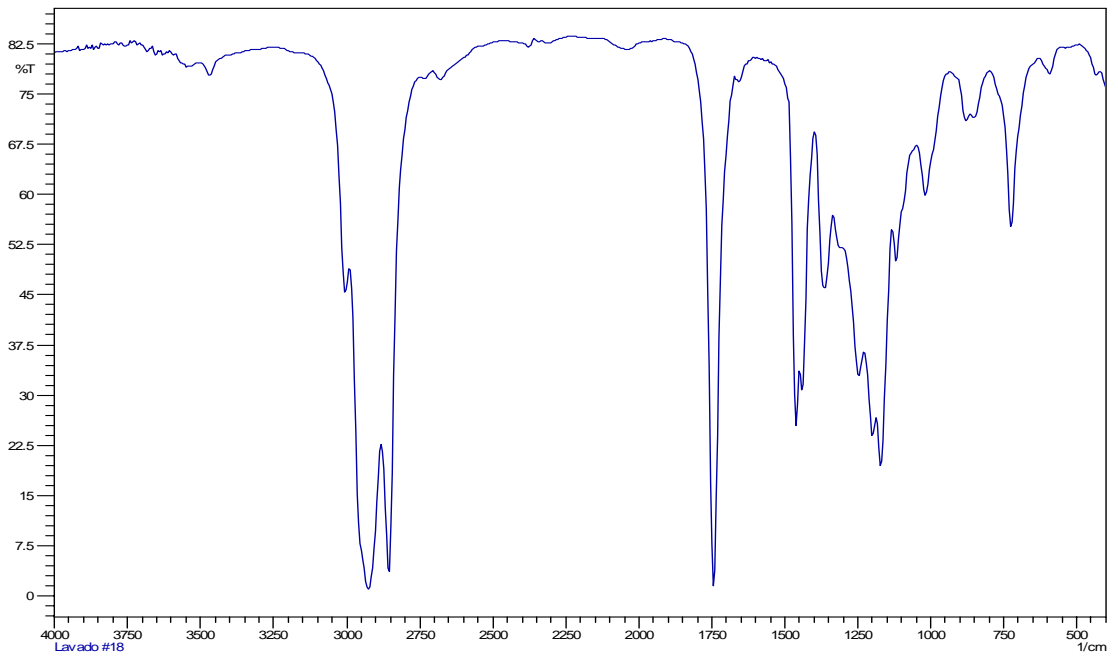
Gráfica 14A. Espectro ensayo 13



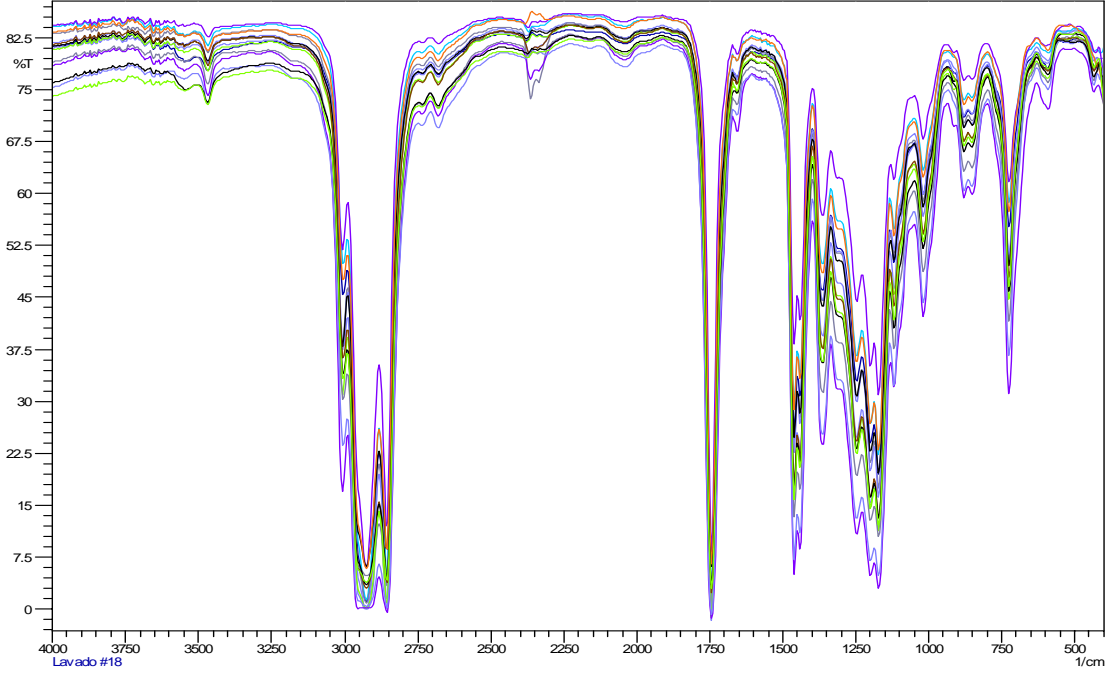
Gráfica 15A. Espectro ensayo14



Gráfica 16A. Espectro ensayo 15



Gráfica 17A. Espectros sobrepuestos



ANEXO 4. Pruebas preliminares a la caracterización de la muestra 1.

Determinación de impurezas insolubles

Como su nombre lo describe, la prueba permite determinar la cantidad de impurezas solubles en el aceite y elimina los compuestos polares.

Se homogeniza la muestra (5 mL) de aceite en un tubo de ensayo y se afora con hexano. El contenido del tubo se lleva a centrifugación por tres minutos y se retira la solución evitando eliminar las partículas suspendidas en el tubo. Este procedimiento se repite volviendo a aforar el tubo con las partículas y llevando a centrifugación hasta que la mezcla sea transparente.

Filtración pasiva

Este sistema de filtración permite remover los sólidos insolubles, como los residuos de alimentos (partículas quemadas) que se depositan en el aceite.

Los métodos de filtración realizados fueron los siguientes:

- El aceite se sometió a una filtración en el filtro prensa, como medio filtrante se utilizó dril súper 8, este proceso requiere de trabajar a presiones altas y someter el aceite a calentamiento.
- Se pasó el aceite por lanilla de tela con filtración al vacío.

FILTRACIÓN CON TIERRAS DE BLANQUEO

Esta filtración, consiste en la eliminación de iones y aniones mediante materiales filtrantes que tengan cierta afinidad química con ellos (tierras de blanqueo).

En un erlenmeyer se adiciona aceite (900mg) a una temperatura entre (60-80) °C por medio de agitación magnética manteniendo la temperatura por 20 minutos.

Una vez transcurrido este tiempo, se adiciona TONSIL (arcilla-superactiva) y se continúa con la agitación; el erlenmeyer se tapa herméticamente y se somete a un sistema de vacío.

En la filtración se utiliza papel filtro, un embudo Büchner, erlenmeyer de salida lateral para la conexión del sistema de vacío.

Gráfica 18A. Comparación del aceite antes y después de las tierras de blanqueo



Aceite Vegetal reciclado sin blanqueado



Aceite Vegetal reciclado blanqueado

ANEXO 6. Registro fotográfico de materias primas y productos.

Gráfica 21A. Metil éster de algunos ensayos escogidos al azar.



Gráfica 22A. Aceite vegetal gastado sin calentar (izquierda) y calentado (derecha).

