

**MEJORA DE LA CALIDAD DEL BIODIESEL DE LA PLANTA MANUELITA
ACEITES Y ENERGÍA: DEFINICIÓN DEL PROTOCOLO DE LA OPERACIÓN
DEL TRIPLE LAVADO Y EVALUACIÓN EN LABORATORIO DE LA
FILTRACIÓN EN FRÍO**

PAULA JULIETH MEJÍA TORRES

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

2017

**MEJORA DE LA CALIDAD DEL BIODIESEL DE LA PLANTA MANUELITA
ACEITES Y ENERGÍA: DEFINICIÓN DEL PROTOCOLO DE LA OPERACIÓN
DEL TRIPLE LAVADO Y EVALUACIÓN EN LABORATORIO DE LA
FILTRACIÓN EN FRÍO**

PAULA JULIETH MEJÍA TORRES

**Trabajo de grado para optar al título de: Ingeniera Química
En modalidad de práctica industrial**

Director:

**GIOVANNI MORALES MEDINA
Doctor en Ingeniería Química**

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

2017

AGRADECIMIENTOS

Especialmente a Dios por todas las bendiciones que me ha regalado en la vida, dándome siempre la posibilidad de realizar mis sueños. A demás de ser la luz y la guía en mi camino, rodeándome de buenas personas.

A mi familia principalmente a mi Mamá, la cual es responsable de mi motivación diaria y ha sido la guía para optar siempre por las mejores opciones para mi vida, me ha enseñado y ayudado a cumplir mis metas, aunque el camino no sea fácil siempre existirá la recompensa cuando se hacen las cosas bien.

A mis compañeros y amigos que formaron parte incondicional de esta etapa de mi vida con su apoyo, generando siempre ambientes agradables y la esperanza de poder culminar con los requisitos académicos.

A la empresa Manuelita por darme la posibilidad de realizar mi pasantía con la experiencia de personas que contribuyeron a mi aprendizaje enseñándome a desenvolver en el ámbito laboral; especialmente a mi jefe directo el ingeniero Laubher Álvarez por aportar sus conocimientos en el desarrollo del tema trabajado.

A la Universidad Industrial de Santander, por brindarme las mejores condiciones para mi formación académica, a los profesores que hicieron parte del transcurso de esta etapa para poderme desempeñar como ingeniería química, especialmente a mi director Giovanni Morales Medina por su acompañamiento, apoyo y motivación para el desarrollo del presente trabajo.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	14
1.MARCO TEÓRICO	16
1.1. EMPRESA MANUELITA	16
1.2. PROCESO DE OBTENCIÓN DE BIODIESEL	19
2. OBJETIVOS.....	23
2.1. OBJETIVO GENERAL	23
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	23
3. METODOLOGÍA	24
3.1. ETAPA I RECONOCIMIENTO DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL.....	25
3.2. ETAPA II PLANTEAMIENTO DE LOS DIAGRAMAS DE FLUJO Y BALANCES DE MASA DEL PROCESO	25
3.3. ETAPA III SEGUIMIENTO Y ANÁLISIS DE LAS VARIABLES CRITICAS EN LA TECNOLOGÍA DEL TRIPLE LAVADO	25
3.4. ETAPA IV ESTANDARIZACIÓN DE LA TECNOLOGÍA DEL TRIPLE LAVADO PLANTEANDO UN PLAN DE EFICIENCIA Y CALIDAD	26
3.5 ETAPA V ENSAYOS DE FILTRACIÓN EN FRÍO A ESCALA LABORATORIO	26
4.RESULTADOS.....	27
4.1. ACTUALIZACIÓN DE LOS BALANCES DE MATERIA Y DIAGRAMAS DE FLUJO DEL EDIFICIO BIODIESEL (ETAPA II)	27
4.2. DESCRIPCIÓN DEL TRIPLE LAVADO (ETAPA III).	32
4.2.1. Proposición plan de eficiencia y calidad (ETAPA IV).	36
4.3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE CT DEL BIODIESEL Y LA RELACIÓN CON LOS CAMBIOS EFECTUADOS AL PROCESO SEGÚN EL PLAN DE CALIDAD ESTABLECIDO	38

4.4. EVALUACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE FILTRACIÓN EN FRIO (ETAPA V)	42
5. CONCLUSIONES	48
6. RECOMENDACIONES.....	49
CITAS BIBLIOGRAFICAS.....	50
BIBLIOGRAFÍA.....	52
ANEXOS	54

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Historia manuelita.	17
Figura 2. Plataforma de negocios.	18
Figura 3. Complejo industrial manuelita aceites y energía.....	19
Figura 4. Metodología.	24
Figura 5. Datos de alimentación archivo Excel.	27
Figura 6. Reactor de transesterificación 163A2.	28
Figura 7. Reacción de transesterificación	29
Figura 8. Reactor de esterificación 191A1.	30
Figura 9. Reacción de esterificación ácida.	31
Figura 10. Diagrama triple lavado.	33
Figura 11 Fases Westfalia	35
Figura 12. Fases servizi.	36
Figura 13. Plan de eficiencia y calidad proceso triple lavado.....	37
Figura 14. Cambio fase pesada servizi.	40
Figura 15. Filtración en frío	43

LISTA DE GRAFICAS

	Pág.
Gráfico 1. Contaminación total Vs fecha en la planta.	22
Gráfico 2. Westfalia jabones Vs tiempo.	38
Gráfico 3. Temperatura 163V4 Vs fecha.....	39
Gráfico 4. Temperatura westfalia VS fecha	40
Gráfico 5. Temperatura servizi VS fecha.	40
Gráfico 6. CT Vs fases.....	41
Gráfico 7. Estero glucósidos Vs fecha.	42
Gráfico 8. CSFT Tipo de tierras.	44
Gráfico 9. CSFT estabilidad sin agitación en la filtración.	45
Gráfico 10. CSFT estabilidad con agitación.....	45
Gráfico 11. CSFT VS Estabilidad.....	46

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A Características del biodiesel requeridas para su despacho.	54
Anexo B. Ensayos filtración en frío	55

NOMENCLATURA

ASTM “American society for testing and materials”.

B100 Biodiesel

CSFT “Cold soak filtration test”.

CT Contaminación total

GL Glicerina libre.

GT Glicerina total.

MG Mono glicéridos.

DG Di glicéridos.

TG Triglicéridos.

RBD Aceite refinado, blanqueado y desgomado.

FAME “Fatty acid methyl esters” (metil ésteres de ácidos grasos).

FFA “Free fatty acids” (Ácidos grasos libres).

SG Estero glucósidos.

SGL Estero glucósidos libres

TBN Tierras de blanqueo neutras.

RESUMEN

TITULO: MEJORA DE LA CALIDAD DEL BIODIESEL DE LA PLANTA MANUELITA ACEITES Y ENERGÍA: DEFINICIÓN DEL PROTOCOLO DE LA OPERACIÓN DEL TRIPLE LAVADO Y EVALUACIÓN EN LABORATORIO DE LA FILTRACIÓN EN FRÍO. *

AUTOR: PAULA JULIETH MEJÍA TORRES. **

PALABRAS CLAVE: COMPONENTES MINORITARIOS; CONTAMINACIÓN TOTAL; CSFT; MONOGLICERIDOS; ESTERO GLUCOSIDOS; HAZE.

DESCRIPCIÓN:

La producción actual del biodiesel se ha visto afectado por la baja demanda, generando que el mercado nacional sea más exigente y ha sido el punto de inicio para que las empresas quieran incursionar en el mercado internacional para ello es clave el cumplimiento de la normatividad; en el presente proyecto se trabajaron los parámetros asociados a la calidad del biodiesel de la empresa Manuelita Aceites y Energía, se analizó la contaminación total (CT) según UNE-EN 12662 (mercado nacional) y Cold Soak Filtration test (CSFT) según ASTM D7501 (mercado internacional).

La precipitación de componentes minoritarios determinados *haze* –i.e. aglomeración de mono glicéridos, estero glucósidos libres, glicerina libre, y jabones–. con llevan a las impurezas presentes en este biocombustible, para la remoción de dichas impurezas se implementó un sistema de triple lavado en la planta el cual está diseñado para obtener contaminaciones totales por debajo de 24mg/kg para el cumplimiento de la norma; este sistema facilita la etapa de purificación del biodiesel por medio de la dosificación de cítrico y adición de agua al proceso acelerando la formación de las impurezas las cuales son removidas seguidamente por un sistema de centrifugado; se analizaron las variables críticas en relación con la CT para establecer el plan de eficiencia y calidad del triple lavado.

Por otro lado, se evaluó la filtración en frío a escala laboratorio para el cumplimiento de CSFT, la filtración en frío consiste en darle un enfriamiento al biodiesel cercano a su punto de nube buscando acelerar la formación del *haze* para luego ser separado por un proceso de adsorción con TBN, en los resultados obtenidos para la aprobación del test se encontró que la agitación con las tierras da una mejor remoción de las impurezas y permite la estabilidad en el resultado de este parámetro.

*Trabajo de grado

**Facultad de ingenierías físico-químicas. Escuela de ingeniería química. Director: Giovanni Morales Medina. Ph. D.

ABSTRACT

TITLE: IMPROVEMENT OF THE QUALITY OF THE BIODIESEL OF THE PLANT MANUELITA OILS AND ENERGY: DEFINITION OF THE PROTOCOL OF THE OPERATION OF THE TRIPLE WASHING AND EVALUATION IN THE LABORATORY OF THE COLD FILTRATION. *

AUTHOR: PAULA JULIETH MEJÍA TORRES**

KEYWORDS: MINOR COMPONENTS; TOTAL CONTAMINATION; CSFT; MONOGLYCERIDES; STERYL GLUCOSIDES; HAZE.

DESCRIPTION:

The current production of biodiesel has been affected by the low demand, generating that the national market is more demanding and has been the starting point for companies to venture into the international market. For this is key compliance with the regulations; In the present project the parameters associated with the quality of biodiesel from Manuelita Aceites y energía were analyzed, the total contamination (CT) was analyzed according to UNE-EN 12662 (national market) and Cold Soak Filtration test (CSFT) according to ASTM D7501 (international market).

The precipitation of the minority components determined as haze *-i.e.* agglomeration of mono glycerides, ester free glycosides, free glycerin, and soaps. with lead to the impurities that are present in this biofuel, for the removal of said impurities a triple washing system was implemented in the plant which is designed to obtain total contaminations below 24mg / kg for compliance with the standard; This system facilitates the purification stage of biodiesel by means of the citric dosing and addition of water to the process, accelerating the formation of the impurities which are then removed by a centrifugation system. The critical variables were analyzed in relation to the TC to establish the plan of efficiency and quality of triple washing.

On the other hand, the cold filtration at laboratory scale was evaluated for compliance with CSFT, the cold filtration consists of cooling the biodiesel near its cloud point, seeking to accelerate the formation of the haze to be separated later by an adsorption process with TBN, in the results obtained for the approval of the test it was found that the agitation with the lands gives a better removal of the impurities and allows the stability in the result of this parameter.

*Bachelor Thesis

**Facultad de ingenierías físico-químicas. Escuela de ingeniería química. Director: Giovani Morales Medina. Ph. D.

INTRODUCCIÓN

El biodiesel es un biocombustible de origen natural amigable con el medio ambiente dada la alta disponibilidad de materia prima (aceite de palma) para la producción de este producto, en Colombia se inicia con el proyecto de producción de biodiesel en el 2008 bajo ciertos indicadores de demanda los cuales a la fecha no se han cumplido, dado esta situación actual el mercado nacional se ha vuelto más exigente y ha sido el punto de inicio para que las empresas quieran incursionar en el mercado internacional; asimismo, se crea la necesidad del cumplimiento de las normas de Contaminación total (CT) según UNE-EN 12662 y Cold Soak Filtration test (CSFT) según ASTM D7501 (mercado nacional e internacional), asociadas a la calidad de este biocombustible y relacionadas con la CT establecida por la normatividad como la fracción en masa de componentes minoritarios.

Seguidamente, en la planta de Biodiesel Manuelita aceites y energía S.A se implementó un sistema de triple lavado el cual consiste en retirar las impurezas del biodiesel con el fin de obtener en promedio máx. 24 mg/kg este parámetro de aceptación esta descrito en la resolución número 182142/2007 del ministerio de minas y energía (Anexo A); El análisis de CT se realiza según la norma española UNE-EN 12662, en el laboratorio AMSA acreditado por la ONAC.

La resolución establece que el Ministerio de Minas y Energía debe adoptar los reglamentos y hacer cumplir las disposiciones constitucionales, legales y reglamentarias relacionadas con la exploración, explotación, transporte, refinación, distribución, procesamiento, beneficio, comercialización y exportación de recursos naturales no renovables, así como ejercer el control y vigilancia técnica sobre la distribución de los combustibles líquidos en su cadena de refinación, importación, almacenamiento, manejo, transporte y distribución en el territorio nacional[1].

El sistema de triple lavado está en marcha desde octubre del 2016, se han ido evaluando y adaptando las condiciones de operación, queriendo adecuar las variables críticas que intervienen en esta tecnología en busca de óptimos resultados de CT que cumplan con la normatividad, para ello se desea establecer un plan de eficiencia y calidad con la respectiva descripción del lavado que se le realiza al B-100.

Para la ejecución de este proyecto se realiza un reconocimiento del proceso de producción de biodiesel de palma identificando las actualizaciones de flujos y condiciones de operación, contextualizando la información en diagramas PFD con los respectivos balances de masa de las diferentes unidades que lo componen.

Seguidamente se analizan y relacionan los resultados dados por el laboratorio de CT y de los parámetros de mono glicéridos, estero glucósidos libres y jabones los cuales se han detectado como un material orgánico que durante el almacenamiento prolongado se precipita y da una apariencia turbia al biodiesel, estos sólidos se han denominado como *haze* [2]; con las variables operativas que se consideran críticas en esta tecnología y que influyen directamente en los resultados de la CT como la temperatura, el pH y la dosificación de ácido cítrico.

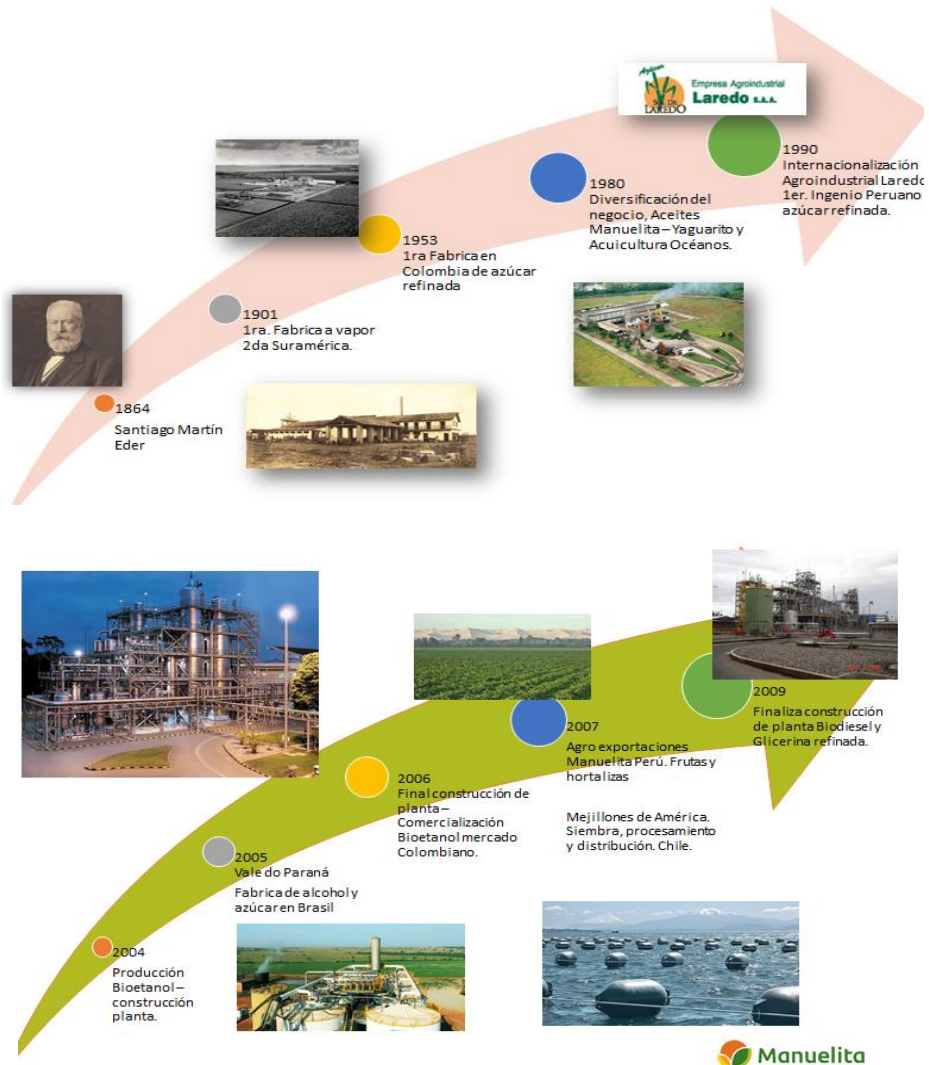
Continuando en el trabajo de la calidad del biodiesel Manuelita quiere evaluar la viabilidad de procesos que contribuyan a esta, en el presente trabajo de grado se realizan filtraciones en frío con tierras, dado que el mercado internacional con el fin de establecer el potencial de obstrucción de filtros del biodiesel, la ASTM, estableció dentro de la norma ASTM D6751 la prueba ASTM D7501, la cual establece que el tiempo de filtrado (CSFT) de 300 ml de biodiesel no debe superar los 360 segundos [3].

1. MARCO TEÓRICO

1.1. EMPRESA MANUELITA

El grupo empresarial Manuelita inicio sus operaciones en Colombia en 1864 conformando la fundación de Manuelita S.A, una de las empresas agroindustriales más importantes del país, dedicada a la producción de azúcar refinada de alta calidad y bioetanol carburante. Desde 1986 inicio su proceso de diversificación a otras plataformas agroindustriales y en 1998 amplio sus fronteras a Perú, Chile y Brasil con proyección a continuar su expansión con otros países de América latina. Manuelita se consolida como una organización agroindustrial diversificada, cuya estrategia se basa en un modelo de negocio sostenible [4].

Figura 1. Historia manuelita.



Fuente: Manuelita (Diapositivas)

Con 153 años en el mercado ha crecido con el propósito central de generar progreso y bienestar con empresas y productos ejemplares a partir del aprovechamiento racional y sostenible de los recursos naturales, manuelita desarrolla sus actividades en las siguientes plataformas de negocio:

- caña para producción de azúcar y alcohol carburante

- palma para elaboración de aceite crudo, glicerina y biodiesel
- acuicultura para procesamiento de camarones y mejillones
- frutas y hortalizas para cultivo de uva de mesa y hortalizas para exportación

Figura 2. Plataforma de negocios.



Fuente: Manuelita(Diapositivas)

La plataforma Manuelita Aceites y Energía S.A, desarrolla su actividad de cultivo y extracción de aceite crudo de palma, producción de biodiesel y otros productos de valor agregado y subproductos de alta calidad, derivados de la palma de aceite, que comercializa en los sectores energético, químico y alimenticio de Colombia. Cuenta con una capacidad instalada para procesar 120.000 toneladas de biodiesel al año, y una capacidad de extracción de aceite de palma de 80.000 ton/año [4].

Unidades de negocio:

Manuelita Aceites y energía – San Carlos de Guaroa (Meta), Colombia

Palmar de Altamira – Orocué (Casanare), Colombia

Figura 3. Complejo industrial manuelita aceites y energía.



Fuente: Manuelita(Diapositivas)

1.2. PROCESO DE OBTENCIÓN DE BIODIESEL.

El biodiesel es definido por la ASTM (American Society for Testing and Materials) como un combustible conformado por monoalquilésteres de ácidos grasos de cadena larga derivado de aceites vegetales o grasas animales [5]. En los últimos treinta años este biocombustible ha tenido un auge en su utilización sobre el diésel fósil tradicional debido a los problemas de encarecimiento y contaminación que genera este último.

Manuelita aceites y energía S.A produce biodiesel por dos mecanismos de reacción transesterificación y esterificación acida seguidamente se presenta un proceso de

separación del biodiesel y la glicerina; el biodiesel es sometido a un lavado para cumplir con los parámetros de calidad, por otro lado, la glicerina cruda es tratada como subproducto para comercialización en el área farmacéutica el diagrama de proceso se puede observar en el ANEXO C Figura A6.

- **Transesterificación**

El método más extendido para producir mono alquilésteres a partir de las grasas y aceites de origen natural, es la reacción de transesterificación, la cual consiste en hacer reaccionar los triglicéridos de las grasas y aceites naturales con un alcohol, y producir ésteres lineales de bajo peso molecular; estos nuevos ésteres presentan propiedades físicas muy similares al combustible diésel fósil. A nivel industrial el alcohol más utilizado para la transesterificación de los triglicéridos es el metanol, pero puede darse también con otros alcoholes lineales (etanol, propanol, butanol, etc.) y obtener resultados similares. Un subproducto de la reacción de transesterificación es el glicerol, un alcohol ramificado de gran utilización a nivel industrial [6].

La reacción de transesterificación debe ser catalizada para disminuir el tiempo de reacción y para esto se pueden usar un variado número de compuestos como bases (KOH, NaOH), ácidos (HCl, H_2SO_4), y muy recientemente, enzimas naturales (Lipasas) [7].

- **Esterificación acida**

La esterificación es el procedimiento mediante el cual podemos llegar a sintetizar un éster. Los ésteres se producen de la reacción que tiene lugar entre los ácidos carboxílicos y los alcoholes. Los ácidos carboxílicos sufren reacciones con los alcoholes cuando se encuentran en presencia de catalizadores de la reacción, los

cuales por lo general son un ácido fuerte, con la finalidad de formar un éster a través de la eliminación de una molécula de H_2O .

En cuanto al mecanismo de las reacciones químicas de la esterificación podemos decir que las reacciones de esterificación cuentan con un ataque de tipo nucleofílico entre el oxígeno de un alcohol y el carbono perteneciente al grupo carboxílico. El protón va hacia el grupo hidroxilo que tiene el ácido, el cual luego será eliminado a modo de agua. El catalizador en estas reacciones se utiliza para incrementar la carga parcial positiva existente sobre el carbono, a través de protonación de un oxígeno de la sustancia ácida. Este efecto también puede conseguirse si utilizamos haluros. [7].

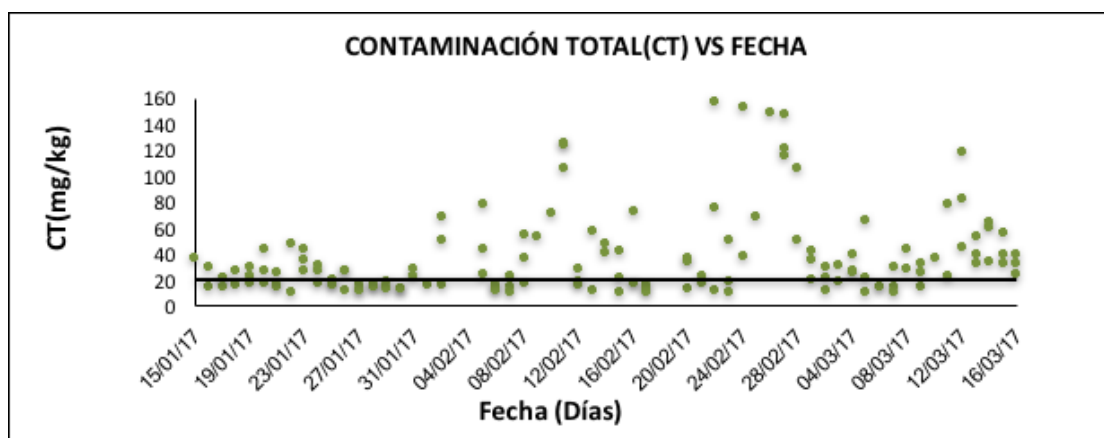
- **Triple lavado**

El triple lavado es una tecnología implementada por la empresa Desmet Ballestra en la planta Manuelita Aceites y Energía S.A, la cual consiste en disminuir la contaminación total del biodiesel, removiendo impurezas por precipitación con la dosificación de ácido cítrico; el pH ácido acelera la precipitación del haze –i.e. aglomeración de mono glicéridos, estero glucósidos libres, glicerina libre, y jabones–.

La tecnología del triple lavado fue puesta en marcha en la planta Manuelita en octubre de 2016. A partir de su implementación el proceso ha reportado fluctuaciones considerables en el resultado de CT, como se puede apreciar en la Figura 4. Según esta figura, el biodiesel de salida del triple lavado reporta para repetidamente el no cumplimiento del parámetro establecido por la resolución número 182142/2007 del ministerio de minas y energía (máx. 24 kg/mg, línea negra en la Grafica 1). Con estas fluctuaciones, la calidad del biodiesel se alcanzaba con el proceso de decantación en el área de tanques de despacho, retrasando las entregas a los clientes con los correspondientes impactos económicos. Una

reducción en el tiempo de decantación puede ser obtenida por medio del análisis y el ajuste de las variables de la tecnología del triple lavado, buscando la eficiencia en el área de purificación del biodiesel. Este análisis puede permitir la obtención de Biodiesel con los parámetros de calidad en menor tiempo; en busca de una trazabilidad de los datos de CT, el presente trabajo de grado desarrolla un protocolo de operación a través de la validación de las variables que interfieren en el proceso estableciendo un plan de eficiencia y calidad para el cumplimiento de la normatividad.

Gráfico 1. Contaminación total Vs fecha en la planta.



Fuente: Laboratorio AMSA

De otro, el mercado nacional del biodiesel se ha visto afectado por la alta oferta que se presenta en Colombia y la problemática en el porcentaje de mezcla con el diésel. Como alternativa, el biodiesel puede ser exportado, previo cumplimiento del análisis CSFT, el cual evalúa el tiempo de filtración. Actualmente, Manuelita estudia la viabilidad de implementar operaciones industriales que permitan cumplir con este parámetro. Una opción corresponde a la filtración en frío, la cual debe ser probada a escala laboratorio para verificar su eficiencia respecto al cumplimiento del análisis CSFT. En busca de esta evaluación el presente proyecto de grado incluyó las pruebas referentes a la filtración en frío.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GENERAL

Definir el protocolo de operación del triple lavado en Manuelita Aceites y Energía por medio de la validación y análisis de las variables que interfieren en la tecnología para reducir la CT, asimismo ejecutar ensayos a escala laboratorio del proceso de filtración y realizar el análisis CSFT.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar y describir el proceso de producción de biodiesel de palma en Manuelita Aceites y Energía, contextualizando los respectivos diagramas de flujo y balances de masa de las diferentes unidades.
- Relacionar los resultados de laboratorio con las variables operativas del proceso del triple lavado que influyen en los resultados de CT, consolidando planes de calidad y eficiencia para esta tecnología.
- Realizar ensayos de filtración en frío validando y analizando las variables que interfieren en el proceso, estableciendo condiciones que favorezcan los estudios para la puesta en marcha de este proyecto, con el fin de cumplir el parámetro CSFT.

3. METODOLOGÍA

Para el desarrollo del proyecto se planteó la siguiente metodología:

Figura 4. Metodología.



3.1. ETAPA I RECONOCIMIENTO DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL

Durante esta etapa se realizó un recorrido por el edificio de biodiesel con los respectivos operarios tecnólogos y analistas encargados del proceso, identificando en campo los equipos, flujos, composiciones de corrientes y condiciones de operación. Asimismo, se recibió información sobre las variables críticas del proceso.

3.2. ETAPA II PLANTEAMIENTO DE LOS DIAGRAMAS DE FLUJO Y BALANCES DE MASA DEL PROCESO

Los diagramas de flujo oficiales fueron consultados en manuales operativos y comparados con la información obtenida en la etapa anterior. Con esto, los diagramas de proceso fueron actualizados considerando composiciones de líneas, corrientes y equipos.

3.3. ETAPA III SEGUIMIENTO Y ANÁLISIS DE LAS VARIABLES CRÍTICAS EN LA TECNOLOGÍA DEL TRIPLE LAVADO

Se realizó un seguimiento de las variables de proceso contenidos en los datos diarios de operación; este seguimiento se efectuó para establecer una relación entre el pH, la concentración de jabones, la dosificación de ácido cítrico, el porcentaje de agua de lavado y la CT del biodiesel. También, se establecieron los valores de las variables de proceso para alcanzar una CT en concordancia con la norma a partir de un análisis de sensibilidad.

3.4. ETAPA IV ESTANDARIZACIÓN DE LA TECNOLOGÍA DEL TRIPLE LAVADO PLANTEANDO UN PLAN DE EFICIENCIA Y CALIDAD

Los resultados obtenidos en las etapas anteriores, fueron utilizados para elaborar el plan de calidad y eficiencia que estableció la descripción operativa para la tecnología del triple lavado.

3.5. ETAPA V ENSAYOS DE FILTRACIÓN EN FRÍO A ESCALA LABORATORIO

El ensayo de filtración en frío fue ejecutado a escala laboratorio, con el fin de evaluar su desempeño en el cumplimiento del análisis CSFT. Los factores analizados en este ensayo fueron tipo de membrana de filtración, clase de tierras de blanqueo y agitación. El análisis CSFT fue realizado según la norma ASTM D7501.

4. RESULTADOS

4.1. ACTUALIZACIÓN DE LOS BALANCES DE MATERIA Y DIAGRAMAS DE FLUJO DEL EDIFICIO BIODIESEL (ETAPA II)

De la recopilación de la información de proceso y el análisis de las corrientes de entrada-salida, los balances de masa junto con los diagramas de flujo fueron actualizados y contextualizados por medio de la codificación de un archivo Excel. Este archivo presenta una tabla de alimentación de datos como se observa en la Figura 5, a la cual se ingresan los flujos de alimentación de RBD (aceite refinado blanqueado y desodorizado) para para la reacción de transesterificación y el flujo de FFA (ácidos grasos libres) para la reacción de esterificación. Dependiendo de las proporciones de los flujos de alimentación al proceso, el código permite establecer la variación en la composición de las corrientes en la obtención de biodiesel en la planta manualita.

Figura 5. Datos de alimentación archivo Excel.

Tabla de alimentación y condiciones del proceso		
corriente	Receta	
	Transesterificación kg/h	Esterificación kg/h
Ácido citrico		
Ácido clorhídrico		
Ácido sulfúrico		2,9
Agua		
Biodiésel		
Biodiésel esterificado		
FFA		630
Glicerina		
Jabones		
Metanol	2812,5	440
Metilato de sodio	225	
RBD	12500	
Soda		

Las ecuaciones de que soportan el archivo de Excel, son el resultado de la aplicación de los balances de masa en el estado estacionario a los equipos del proceso. A continuación, se describen los cálculos para el reactor 163A2 (Figura 6); en este reactor se efectúa la transesterificación ilustrada en la Figura 7.

Balance 163 A2

Balance global

$$F1+F2+F3+F4+F23=F5$$

F1: RBD de entrada al proceso

F2: Metanol

F3: Metilato

F4: Recirculación de glicerina del fondo del 163V2

F22: Biodiesel esterificado

F5: Biodiesel

Figura 6. Reactor de transesterificación 163A2.

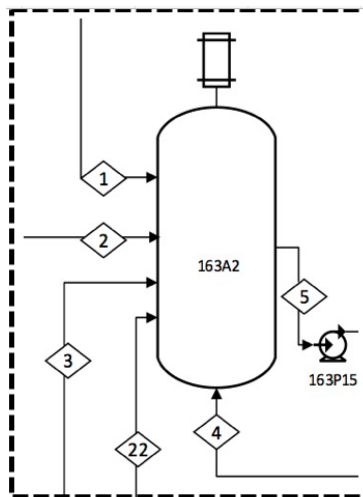
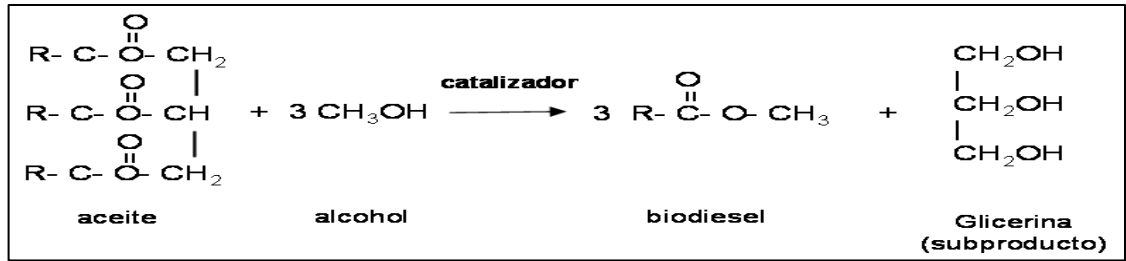


Figura 7. Reacción de transesterificación



Consumo de RBD según cinética obtenida en laboratorio:

Base de cálculo 12500 kg de RBD

F5 biodiesel – F4 biodiesel = biodiesel producido

$$(10163,5 - 600)(\text{Kg metilester}) \left(\frac{1 \text{ mol Metilester}}{283,26 \text{ g}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol Trigliceridos}}{3 \text{ mol Metilester}} \right) \left(\frac{845,77 \text{ g}}{1 \text{ mol Trigliceridos}} \right) = 9518,37 \text{ kg RBD}$$

$$12490 \text{ kg} + 75,6 \text{ kg} - 9518,37 \text{ kg} = 3047,2 \text{ kg RBD}$$

$$\text{F1 RBD} + \text{F22 RBD} - \text{RBD Consumido} = \text{F5 RBD}$$

Producción de glicerina

$$(10163,5 \text{ kg biodiesel}) \left(\frac{1 \text{ mol Metilester}}{283,26 \text{ g}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol Trigliceridos}}{3 \text{ mol Metilester}} \right) \left(\frac{845,77 \text{ g}}{1 \text{ mol Trigliceridos}} \right) = 10115,5 \text{ kg RBD}$$

$$10115,5 \text{ kg RBD} \left(\frac{1 \text{ mol Trigliceridos}}{845,77 \text{ g}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol Glicerina}}{1 \text{ mol Trigliceridos}} \right) \left(\frac{92,09 \text{ g}}{1 \text{ mol Glicerina}} \right) = 1101,41 \text{ kg glicerina}$$

$$321,1 \text{ kg} + 1101,41 \text{ kg} = 1422,7 \text{ kg}$$

$$\text{F4 glicerina} + \text{producción de glicerina} = \text{F5 glicerina}$$

Consumo de Metanol

$$10115\text{kgRBD} \left(\frac{1\text{mol Trigliceridos}}{845,77\text{g}} \right) \left(\frac{3\text{mol de Metanol}}{1\text{mol Trigliceridos}} \right) \left(\frac{32,04\text{ g}}{1\text{mol Metanol}} \right) = 1149,55\text{kgmetanol}$$

$$2250\text{ kg} + 29,9\text{ kg} + 78,9\text{ kg} + 41,5\text{kg} - 149,55\text{kg} = 1250,7\text{ kg}$$

$$F2 + F3 + F4 + F22 - \text{consumo de metanol} = F5 \text{ metanol.}$$

Para la unidad de esterificación ácida se muestran el balance realizado al reactor 191A1 (Figura 8) en este reactor se efectúa la esterificación ácida ilustrada en la Figura 9.

Balance 191 A1

Balance global

$$F15 + F16 + F17 = F19$$

F15: Metanol

F16: Ácidos grasos

F17: Ácido sulfúrico

F18: Entrada al reactor

F19: Salida del reactor (Biodiesel, Oleínas)

Figura 8. Reactor de esterificación 191A1.

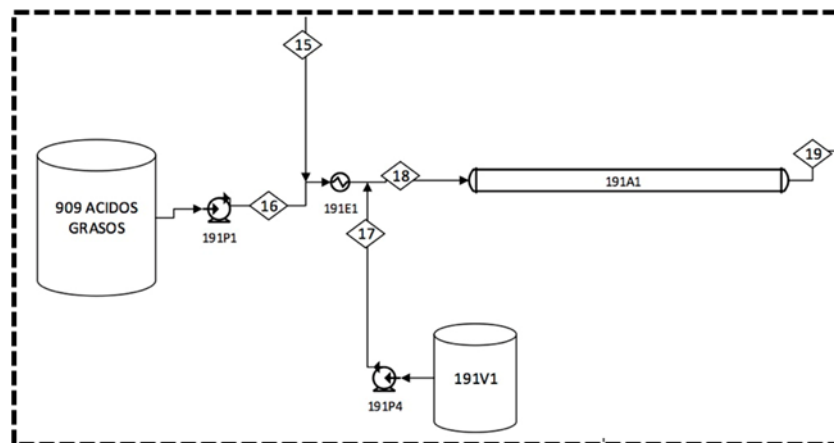
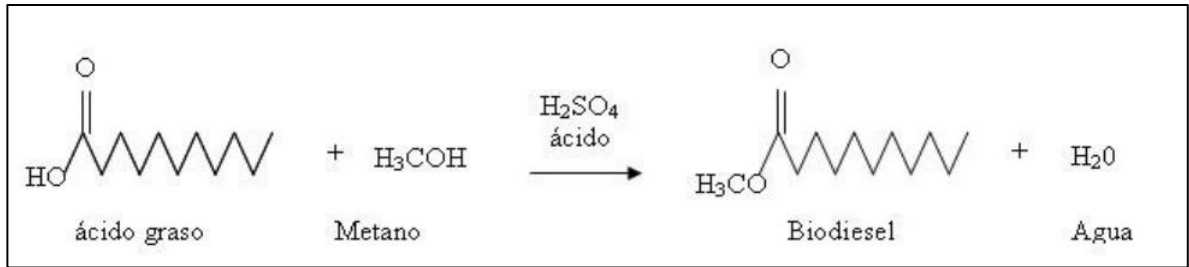


Figura 9. Reacción de esterificación ácida.



Producción de biodiesel

Los ácidos grasos alimentados se componen de 88% FFA 12% RBD. Según parámetros de refinería de aceite, y según datos de calidad del laboratorio, el 2,48% de los FFA no reaccionan.

$$(630 \cdot 88\% \text{ kg FFA} - 2,48\% \text{ FFA}) \left(\frac{1 \text{ mol FFA}}{269,22 \text{ g}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol de Biodiesel}}{1 \text{ mol FFA}} \right) \left(\frac{283,26 \text{ g}}{1 \text{ mol de Biodiesel}} \right) = 568,8$$

kg biodiesel

F19 Biodiesel = 568,8 kg

Consumo de metanol

$$568,8 \text{ kg de biodiesel} \left(\frac{1 \text{ mol FFA}}{269,22 \text{ g}} \right) \left(\frac{3 \text{ mol de Metanol}}{1 \text{ mol FFA}} \right) \left(\frac{32,04 \text{ g}}{1 \text{ mol Metanol}} \right) = 67,67 \text{ kg de metanol}$$

F19 Metanol = 372,3 kg

Producción de agua

$$568,8 \text{ kg de biodiesel} \left(\frac{1 \text{ mol FFA}}{269,22 \text{ g}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol H}_2\text{O}}{1 \text{ mol FFA}} \right) \left(\frac{18 \text{ g}}{1 \text{ mol H}_2\text{O}} \right) = 38 \text{ kg H}_2\text{O}$$

F19 agua = 38 kg.

Manuelita acetites y energía cuenta con tres edificios en los cuales se realiza las siguientes operaciones:

1. Refinería de aceite: se trata el CPO (aceite crudo de palma) para obtener RBD (aceite refinado blanqueado y desodorizado).
2. Biodiesel: producción de biodiesel por transesterificación a partir del RBD y por esterificación ácida a partir de FFA (ácidos grasos libres).
3. Refinería de glicerina: se trata la glicerina cruda proveniente del edificio biodiesel, convirtiéndola en glicerina grado farmacéutico por medio de un proceso de destilación y absorción.

En el edificio de biodiesel están las siguientes unidades de proceso las cuales fueron contextualizadas en los diagramas de flujo con los balances de masa:

- ✓ Transesterificación (ANEXO C Figura A2)
- ✓ Esterificación ácida (ANEXO C Figura A3)
- ✓ Triple lavado (ANEXO C Figura A4)
- ✓ Glicerina (ANEXO C Figura A5)

El código desarrollado en Excel considera los anteriores procesos, permitiendo a los ingenieros de producción establecer los requerimientos y los desempeños para la operación en relación a la capacidad de la planta.

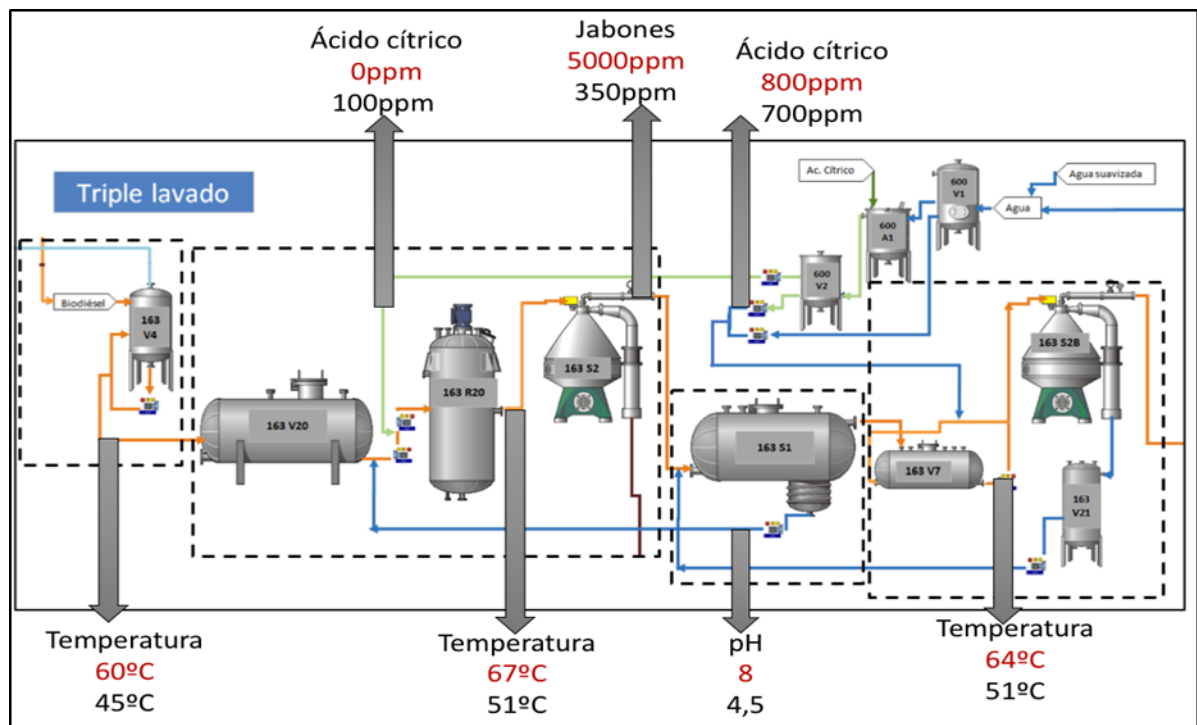
4.2. DESCRIPCIÓN DEL TRIPLE LAVADO (ETAPA III).

La contaminación total del biodiesel se da por la precipitación de las impurezas llamadas haze [10]. La tecnología del triple lavado adecúa las condiciones de acidez del proceso para facilitar la remoción de las impurezas, por medio de la dosificación de ácido cítrico y la adición de un 6 % de agua lo que genera la aceleración en la

formación de las impurezas; la unidad de triple lavado se puede observar en la Figura 10 y en ella se encuentran los cambios más significativos apreciados en el presente trabajo de esta tecnología, las variables más importantes que afectan el desempeño son:

- Concentración ácido cítrico: ácido orgánico tricarbónico se utiliza para neutralizar el metilato residual durante el lavado.
- pH: unidad de medida que sirve para establecer el nivel de acidez o alcalinidad de una sustancia.
- Temperatura: inversamente proporcional a la solubilidad de FSG (estero glucósidos libres) [11].

Figura 10. Diagrama triple lavado.



A continuación, se describen los parámetros más importantes en la operación de las etapas del triple lavado, como resultado del análisis realizado al proceso en Manuelita Aceites y energía.

Flash de metanol: El metanol es un insumo que se utiliza en exceso para desplazar el equilibrio hacia el biodiesel y la glicerina. Cuando la etapa de reacción termina, el metanol se debe retirar por destilación flash puesto que esta sustancia facilita la solubilidad de los FSG (estero glucósidos libres) en el biodiesel. La destilación se efectúa en el equipo 163V4 el cual retira ca. 60% de metanol por medio de un vacío de 250-450mBar y una temperatura entre 45-48°C; este rango de T se debe a que la solubilidad de SGF incrementa 1ppm/°C (según Desmet Ballestra) y la cristalización de estos es lenta e inversamente proporcional a la temperatura.

Primer lavado: El primer lavado del biodiesel que sale del 163V20 se realiza con un 6% de agua proveniente del fondo del 163S1 (agua que ya ha pasado por el tercer y segundo lavado) con el fin de aprovechar este recurso hídrico. La apariencia del agua es translúcida y debe tener un pH de 4,5. Seguidamente se le adiciona 100 ppm de ácido cítrico en el 163R20 neutralizando el metilato residual de la reacción y se continúa separando las impurezas por la centrifuga westfalia. La westfalia permite la separación del biodiesel (Fase liviana), la glicerina y los jabones (Fase pesada); el biodiesel de la fase liviana debe contener entre 250 y 350 ppm de jabones y la fase pesada debe exhibir un pH de 11; la apariencia de cada fase se muestra en la Figura 11.

Figura 11. Fases Westfalia

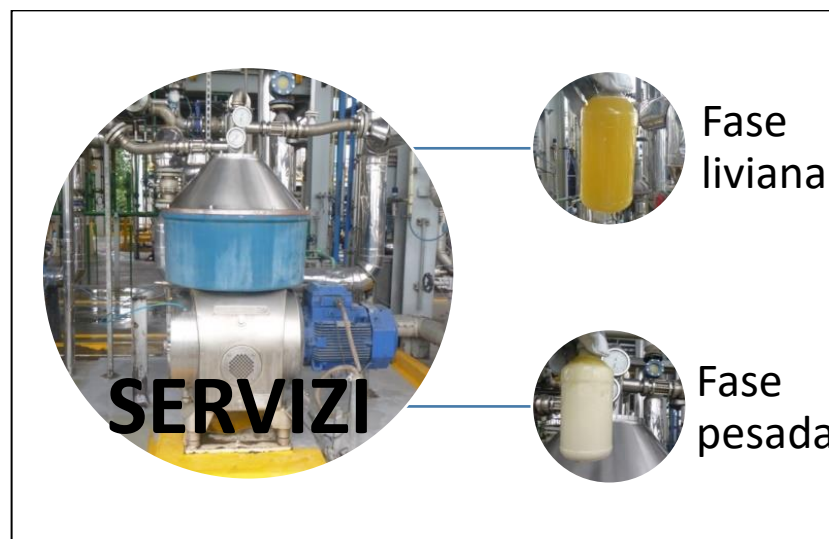


Segundo lavado: El biodiesel que sale de la fase liviana de la westfalia ingresa al 163S1 donde se lava con el agua acida (pH 3-4), proveniente de la fase pesada de la servizi (agua que ya ha pasado por el tercer lavado la cual continúa desactivando el catalizador permitiendo la separación del haze que se encuentra en el biodiesel). En esta etapa (tiempo de retención de ca. 3h), las impurezas se precipitan y se acumulan en la interface por diferencia de densidades (biodiesel 0.88g/cm³, haze 0.91g/cm³ y agua 1g/cm³); este biodiesel pasa al tercer lavado por rebose al 163V7. La acumulación de haze en el 163S1 es ca. 0,35Kg por ton de biodiesel; en el segundo lavado se debe controlar el nivel del 163S1 entre 35 y 45 cm de agua, cuando se trabaja por debajo de este rango existe la posibilidad de arrastrar el haze desde la interface hacia el primer lavado; por otro lado, si se opera por encima de este rango, se presenta un menor tiempo de retención impidiendo la adecuada decantación del haze.

Tercer lavado: El tercer lavado en el 163V7 comprende la dosificación de ácido cítrico (hasta 740ppm) más un 6% de agua. La dosificación de ácido cítrico en exceso incrementa la CT por formación de citratos que se producen en la reacción de neutralización del metilato; por otra parte, cuando disminuye la dosificación de ácido cítrico, la remoción SGF disminuye por disminución de la acidez en el medio [11].


La temperatura establecida en el flujo de entrada a la centrifuga servizi es 51°C; cuando la apariencia de la fase pesada resulta densa y con presencia de aglomeraciones es una indicación de que el lavado está siendo eficiente. Por último, el control a la contrapresión debe garantizar que la fase liviana sea biodiesel sin trazas de agua; esto se verifica cuando la fase pesada tiene un 30% de biodiesel y un 70% de agua (Figura 12).

Figura 12. Fases servizi.



4.2.1. Proposición plan de eficiencia y calidad (ETAPA IV). Se implementó un plan de calidad y eficiencia del proceso de Triple lavado basado en acondicionamiento de las variables a controlar, con los parámetros correspondientes que se establecieron en la fase de adaptación de este sistema en la planta Biodiesel (Figura 13). Los intervalos para las variables de control de este plan de calidad fueron establecidos de acuerdo a lo discutido en la sección anterior. La aplicación de este plan contribuye a la trazabilidad de los de los resultados de CT (Contaminación total) dentro de la normatividad.

Figura 13. Plan de eficiencia y calidad proceso triple lavado.

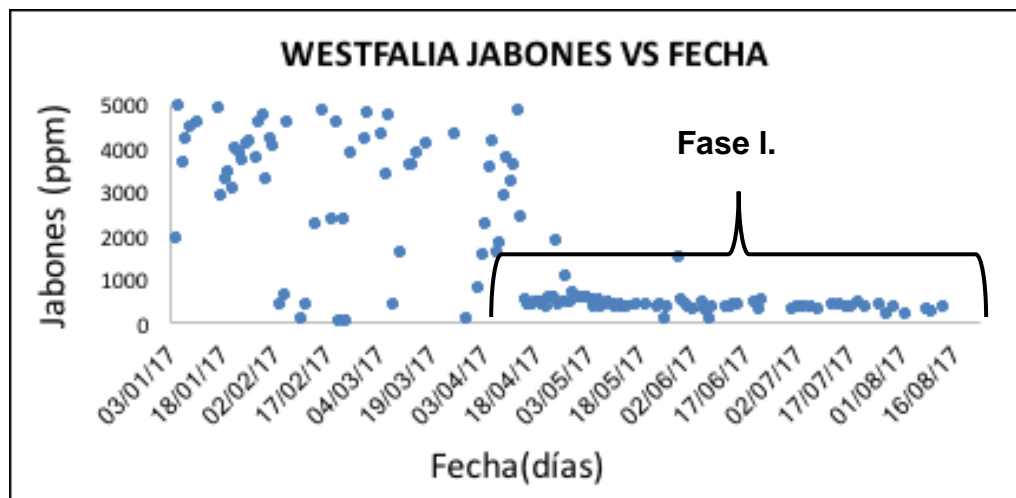
		PRODUCCION BIODIESEL							Código:	
		PLAN DE CALIDAD Y EFICIENCIA PROCESO TRIPLE LAVADO							Versión:	
									Página:	
ACTIVIDAD	EQUIPO UTILIZADO	VARIABLE A CONTROLAR	TIPO DE VARIABLE	INSTRUMENTO	PARÁMETRO DE CONTROL				RESPONSABLE DEL PARÁMETRO	REGISTRO
					MIN	MEDIA	MAX	UNIDADES		
FLASH DE METANOL	163V4	Vacio	Calidad	PT_163E2	250	350	450	mbar	TECNÓLOGO	SUPERVISORIO
		Temperatura	Calidad	TT_163E1	45	46	48	°C		
		Nivel	Calidad	LT-163V4	40	45	50	%		
PRIMER LAVADO	163V20	Nivel	Eficiencia	LT_163V1	15	20	40	%	TECNÓLOGO	SUPERVISORIO
	163P25	Dosificacion de citrico	Calidad	Pendiente switch de flujo	75	100	125	ppm		
	163R20	Revoluciones motor agitador	Calidad	CCM	1500	1550	1735	RPM		
		Consumo motor agitador	Eficiencia	CCM	5	5.1	12.9	amp		
	Westfalia	Frecuencia	Calidad	CCM	50	52	60	Hz		
		Temperatura	Calidad	TT_163V20	49	51	53	°C		
		Presion entrada	Eficiencia	PT_163E20	0.9	1.3	1.7	bar		
		Contrapresion	Calidad	PT_163S20	2.8	2.85	2.9	mBar		
SEGUNDO LAVADO	163S1	Nivel	Calidad	LT_163S1	25	28	30	%	TECNÓLOGO	SUPERVISORIO
			Calidad	Regleta Local	35	30	45	cm		
		PH fase acusosa	Calidad	Pendiente PH	4	4.5	5	PH		
TERCER LAVADO	600P2	Dosificacion de citrico	Calidad	Pendiente flujometro independiente	600	700	800	ppm	TECNÓLOGO	SUPERVISORIO
		Porcentaje agua de lavado	Calidad	FT600P2	5	6	7	%		
	SERVIZI	Temperatura	Calidad	TT_163E3A	50	51	52	°C		
		Presion entrada	Calidad	PT_163E3A	0.15	0.22	0.3	bar		
		Contrapresion	Calidad	PT_163S2A	3.1	3.18	3.22	bar		
		PH fase pesada	Calidad	Pendiente PH	2.5	3.5	3.5	bar		
	163V7	Nivel	Calidad	LIT_163V7	20	30	40	%		

4.3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE CT DEL BIODIESEL Y LA RELACIÓN CON LOS CAMBIOS EFECTUADOS AL PROCESO SEGÚN EL PLAN DE CALIDAD ESTABLECIDO

La aplicación del plan de calidad involucro las siguientes fases:

- 1. Fase I:** en esta fase se aseguró en planta la estabilidad de la operación de la centrifuga westfalia y redistribución de la dosificación de ácido cítrico. La centrifuga westfalia fue sometida a mantenimiento por deficiencias en el sello mecánico. Asimismo, los parámetros de los controladores fueron sintonizados. Referente a la adición de ácido cítrico, la dosificación fue especificada en dos puntos diferentes –30% al primer lavado (100ppm) y un 70% en el tercer lavado (700ppm) –, con el fin de mantener las condiciones de acidificación en el transcurso de los tres lavados y para mejorar el control de los jabones; los resultados de los cambios en el proceso se evidencian en la Figura 16. Como se muestra en la Grafica 2 los jabones de la fase liviana de la westfalia disminuyeron de ca. 5000 ppm a ca. 350 ppm, lo cual muestra la eficacia de las acciones establecidas en esta fase.

Gráfico 2. Westfalia jabones Vs tiempo.



2. **Fase II:** las temperaturas de operación apartir del equipo 163V4 utilizado para el flasheo de metanol fueron establecidas en sus valores minimos dado que el haze –i.e. aglomeración de mono glicéridos, estero glucósidos libres, glicerina libre, y jabones–, presenta una cristalización lenta e inversamente proporcional a la temperatura. Asimismo, esto facilita la remoción de las impurezas al tener una precipitación más rápida de las mismas durante el proceso este cambio es representado en las Gráficas 3, 4 y 5. Según estas figuras la disminución de temperatura en el flash de metanol (equipo 163V4) de ca.60°C a ca.46°C conduce a que los equipos aguas abajo disminuyan drásticamente su temperatura; en la westfalia la temperatura se reduce de ca.68°C a ca.46°C y en la servizi (equipo de tercer lavado) de ca.63°C a ca.51°C. esto conlleva al resultado de la mejora en el proceso de separación en la fase pesada de la servizi lo que se observa en el cambio de apariencia (Grafica 5) reflejando el aumento en la concentración de impurezas en el flujo de esta fase.

Gráfico 3. Temperatura 163V4 Vs fecha.

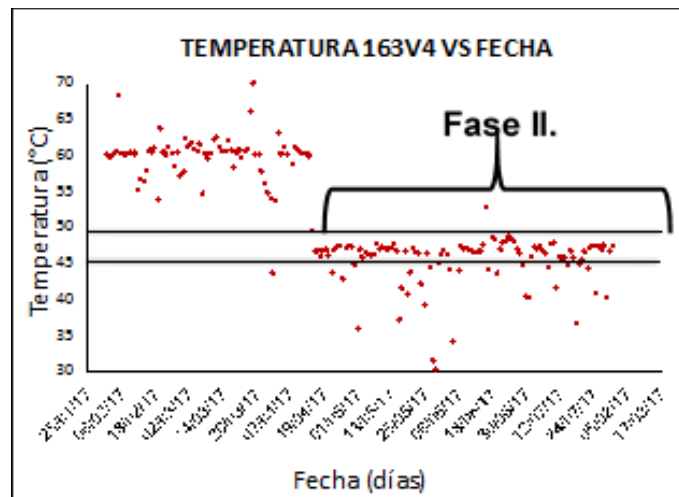


Gráfico 4. Temperatura westfalia VS fecha

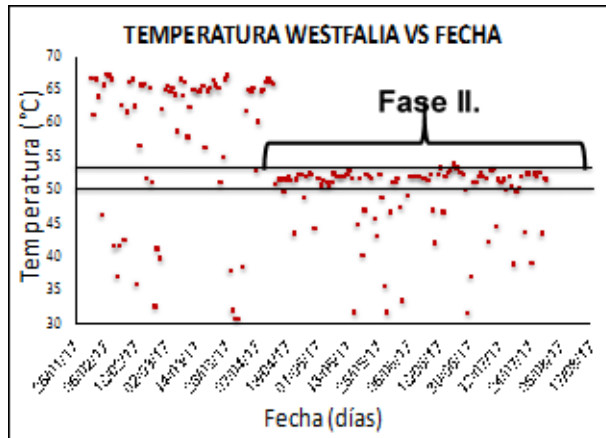


Gráfico 5. Temperatura servizi VS fecha.

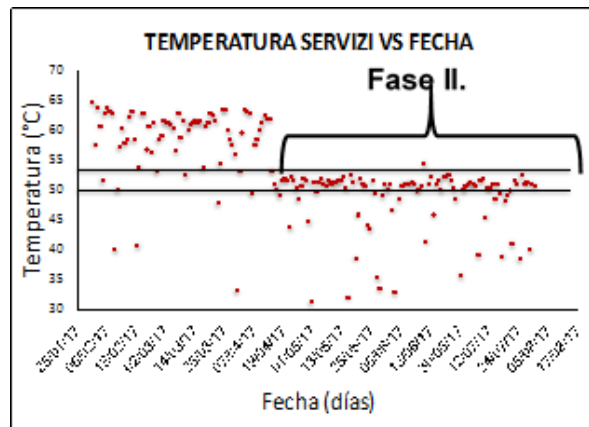


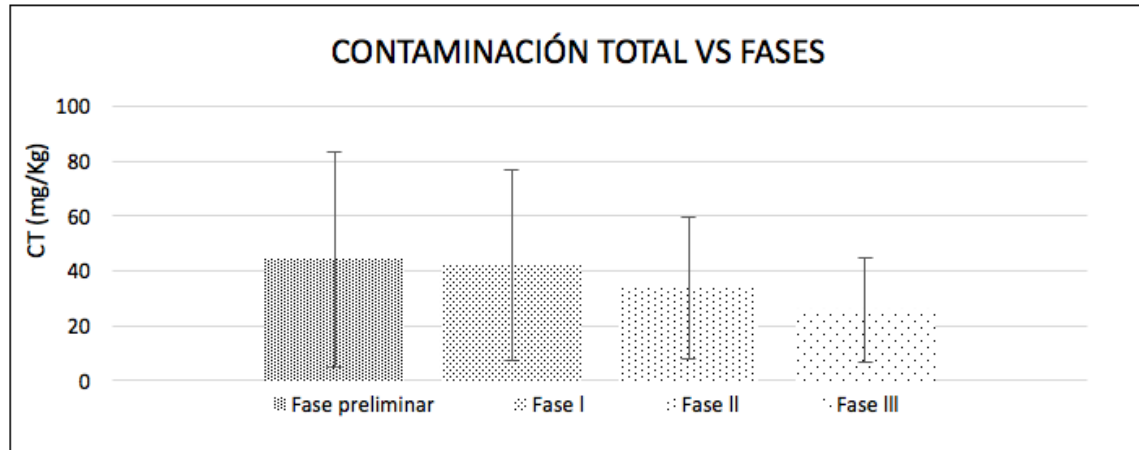
Figura 14. Cambio fase pesada servizi.



3. Fase III: finalmente, con las condiciones del proceso estandarizadas y con una trazabilidad de los datos se tomó este intervalo de tiempo para comparar el resultado de CT en el avance de la adecuación de la tecnología de triple lavado.

Los resultados de CT (contaminación total) durante las fases se muestran en la Grafica 6; el cumplimiento en la concentración de CT fue incrementado en la planta Manuelita Aceites y Energía con la aplicación del plan de calidad desarrollado en el presente proyecto de grado. Aunque se cumple con la norma, el control en un valor específico de CT resulta particularmente complicado debido a la complejidad del proceso; las desviaciones son altas debido a que los datos de CT en el proceso tras una parada de planta se elevan, pero estos datos son eventuales. Un análisis estadístico multivariado de datos históricos podría guiar la sintonización adecuada de los controladores y la operación del proceso.

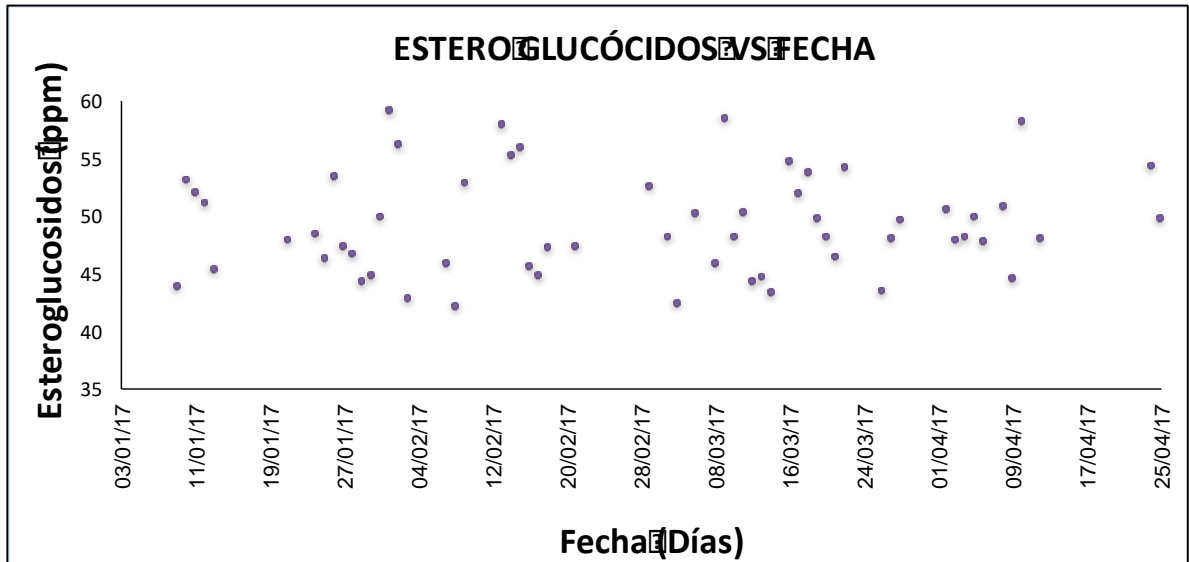
Gráfico 6. CT Vs fases.



Considerando los estero glucósidos como uno de los componentes principales de la CT se muestra el comportamiento que se ha mantenido en el desarrollo de esta tecnología del triple lavado los cuales son ca.52,3 (Grafica 7) con esto datos se ha determinado que la relación de los datos de CT no está relacionada solamente con

los estero glucósidos, si no que los otros componentes como la disminución en los jabones se asocia con la reducción en la CT del proceso.

Gráfico 7. Estero glucósidos Vs fecha.



4.4. EVALUACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE FILTRACIÓN EN FRIO (ETAPA V)

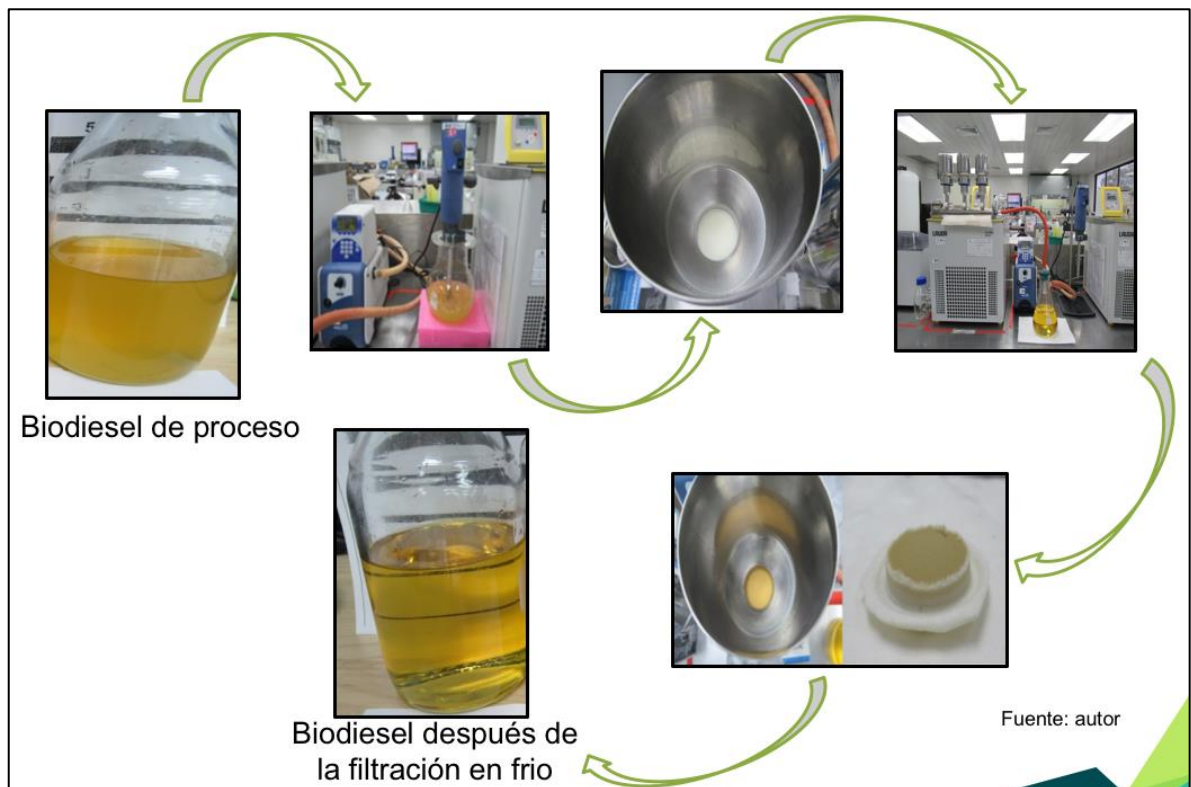
Las pruebas de filtración fueron implementadas para evaluar la mejorar en la calidad del biodiesel (B100), con el fin de cumplir con el método cold soak filtration test (CSFT) según ASTM D750. Este método consiste en la determinación del tiempo de filtración después de la inmersión en frio del B100. En los ensayos realizados de la filtración en frio se validaron y analizaron las variables independientes, para la determinación de unas condiciones que permitieran cumplir el método CSFT en el biodiesel de Manuelita Aceites y Energía.

Se comparó la eficiencia en la filtración con las dos tipos de tierras para determinar si existía variación; se buscó disminuir el tiempo de filtración para lo cual se implementó un sistema de agitación previo a la filtración; Seguidamente se analizó

la estabilidad del B100 filtrado en función del tiempo hasta 20 días después del proceso; la metodología implementada es presentada en el ANEXO C.

La filtración en frío consiste en una primera etapa en la cual consta de un acondicionamiento térmico del biodiesel cercano a su punto de nube en el cual se presenta la formación de las impurezas, seguidamente el biodiesel es puesto en contacto con las TBN las cuales permiten la absorción de las impurezas precipitadas en el biodiesel y finalmente este biodiesel se pasa por un slurig o precapa la cual retiene los componentes minoritarios este procedimiento se ilustra en la Figura 15.

Figura 15. Filtración en frío

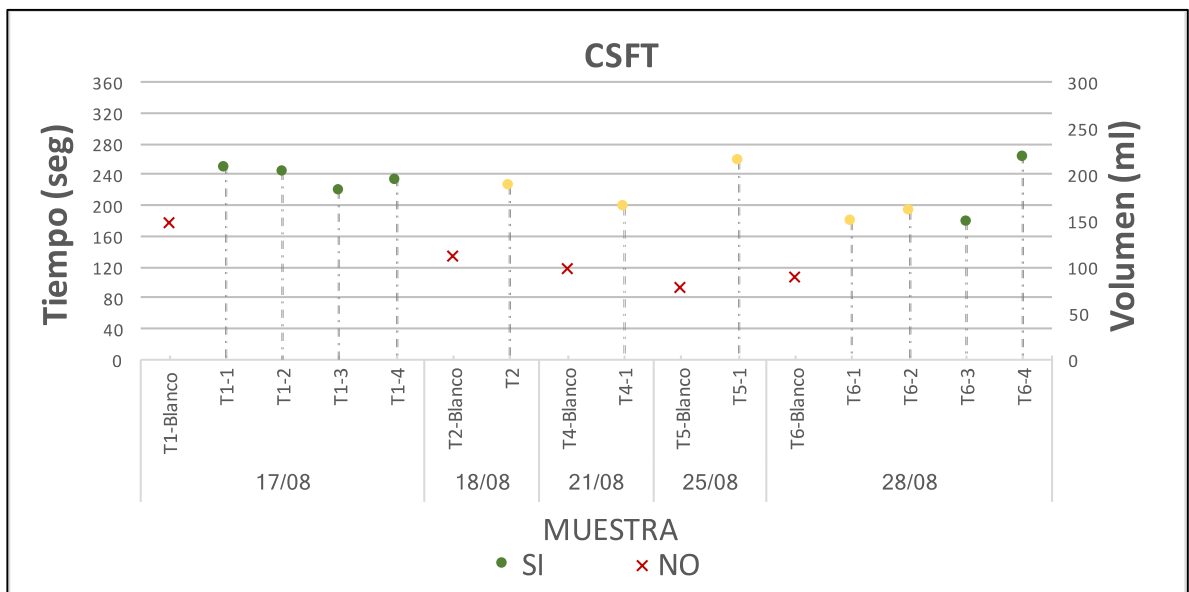


Las gráficas presentadas a continuación contemplan los resultados obtenidos de CSFT en las muestras tratadas con la filtración en frío; La norma contempla que 300 ml de biodiesel deben filtrarse en 360 para la aprobación del test (eje izquierdo),

cuando se cumplen los 360 y el biodiesel no ha filtrado por completo la norma establece que se debe anotar el volumen que alcanzo a filtrarse (eje derecho)

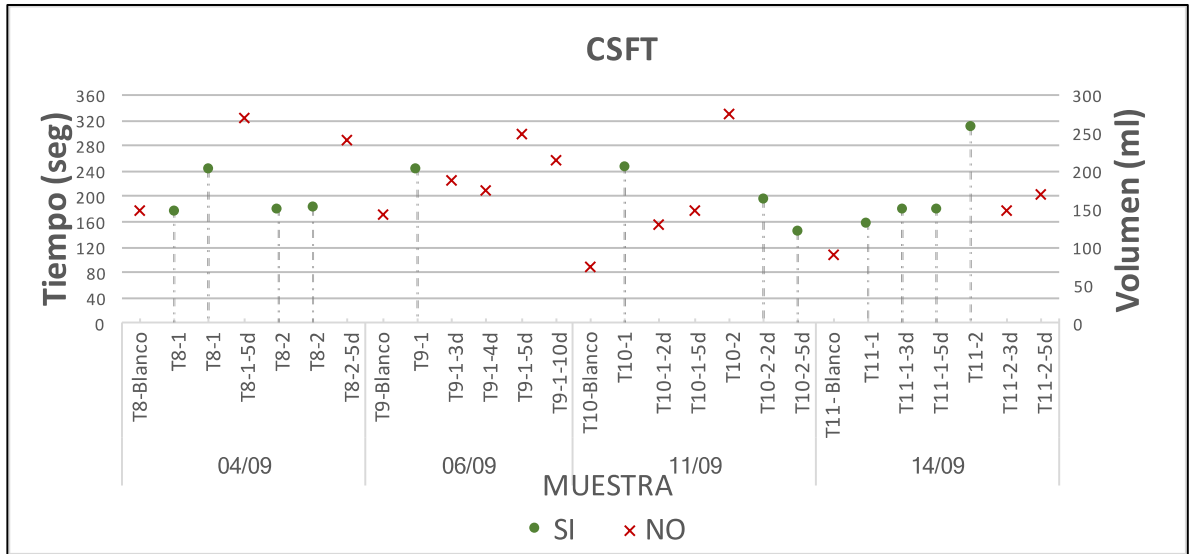
- En la primera etapa de los ensayos, se analizó el efecto de las dos tierras – TBN-A (puntos verdes) y TNB-B (puntos amarillos) en la Grafica 8–. Según los datos generados no se encontró diferencia estadística entre las tierras utilizadas. Por otra parte, un tiempo promedio de 223 s fue estimado en la aprobación de la prueba CSFT.

Gráfico 8. CSFT Tipo de tierras.



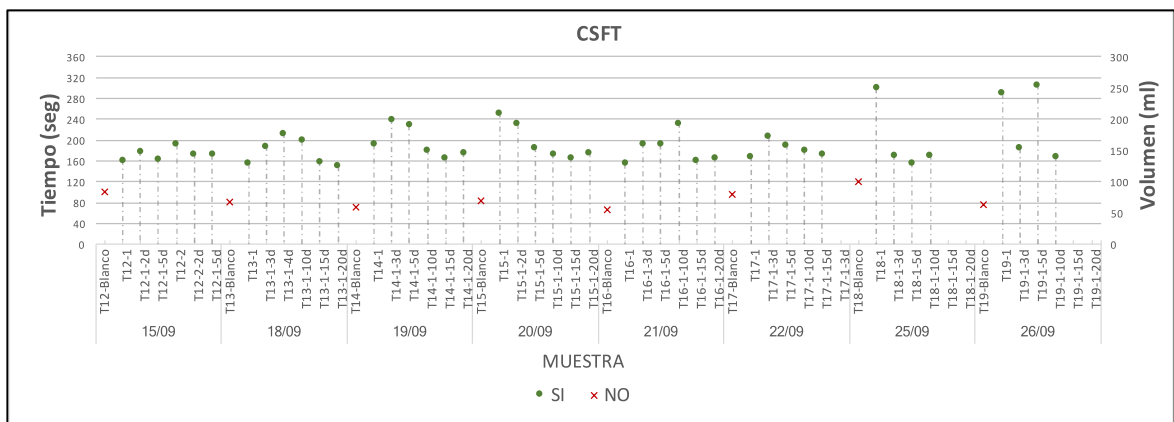
- La estabilidad respecto al tiempo en los ensayos sin agitación previa a la filtración, reporto el no cumplimiento de la prueba CSFT como se evidencia en la Grafica 9; los resultados de CSFT en el día cero de filtración presentaban un tiempo de aprobación promedio de 204 s, pero debido a la relación con la formación de haze y a su cristalización lenta en los días consecuentes la muestra tratada reprobó el test.

Gráfico 9. CSFT estabilidad sin agitación en la filtración.



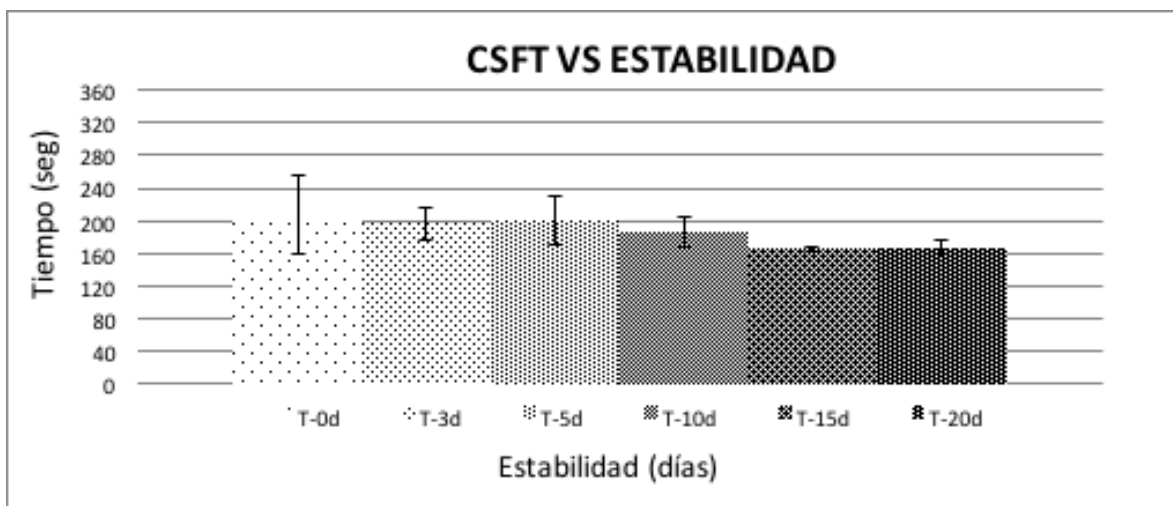
Buscando tener resultados favorables respecto al tiempo, a partir del ensayo T12, la agitación con tierras fue implementada reportando una mejor remoción (Grafica 10), los resultados muestran alta trazabilidad en la aprobación del test respecto al tiempo. Por otro lado, el B100 sin tratar (Blanco) reprobó el test en todos los ensayos realizados, dado que después del tratamiento térmico que exige la norma, se precipitan las impurezas interviniendo en el punto de fluidez del B100, saturando el filtro y exhibiendo al final del test un volumen promedio de 140ml de B100 filtrado.

Gráfico 10. CSFT estabilidad con agitación.



En general los resultados obtenidos en esta evaluación en laboratorio reportan una estabilidad del B100 en la prueba de CSFT (Grafica 11): día 0, 208 ± 49 s ; día 3, 197 ± 20 s; día 5 201 ± 30 s; día 10, 187 ± 17 s; día 15, 165 ± 4 s; día 20, 168 ± 9 s. existe un rango de tiempo de repetibilidad que establece la norma el cual podría asociarse a la tendencia a incrementar o disminuir en el comportamiento de los datos.

Gráfico 11. CSFT VS Estabilidad



Con esta evaluación de la agitación previa a la filtración, se determinó que el tiempo en los ensayos de filtración disminuyó significativamente; en el método convencional se presenta un promedio de 5 h, mientras que este disminuye a un ca. 38 min. Esto se relaciona con el aumento en el área de contacto que garantiza la agitación de las tierras con el B100, lo que mejora el proceso de remoción de las impurezas.

Observaciones:

Considerando los esterol glucósidos como uno de los principales causantes de la precipitación de impurezas en el biodiesel según análisis realizados en el laboratorio se tiene una disminución en promedio de en las filtraciones en frío realizadas 10%;

los parámetros de mono glicéridos, di glicéridos, tri glicéridos, glicerina libre y glicerina total analizados en el blanco y después del tratamiento de filtración no presentaron cambios significativo.

5. CONCLUSIONES

Con el establecimiento del plan de eficiencia y calidad para el triple lavado diseñado y evaluado con el desarrollo del presente trabajo de grado, se obtuvieron resultados en condiciones estables entre 5-25 mg/kg con alta trazabilidad, generando la mejora en la calidad del Biodiesel que sale a los tanques diarios; el plan contempla los límites operacionales de las variables temperaturas, pH, dosificación de ácido cítrico y porcentaje de agua de lavado. La aplicación de este plan en Manuelita Aceites y Energía ha permitido la disponibilidad del biodiesel en menor tiempo (antes 42-48h ahora 34h, 30% menos).

La evaluación en laboratorio del proceso de filtración en frío reportó la obtención de datos estables hasta los 20 días (de 168 s), cumpliendo así el análisis CSFT. En la realización de los ensayos se evaluaron el tipo de membrana, la formación de la pre capa (sluring) y la agitación. Según los resultados obtenidos, el micraje y el material de la membrana es una condición clave para que la filtración sea eficiente en la función de retener, la formación de la pre capa debe ser uniforme para garantizar el medio de filtración y la agitación con tierras previa a la filtración reduce el tiempo que toma la filtración de ca.5h a 38min.

6. RECOMENDACIONES

Según lo evidenciado durante la realización de este proyecto en relación con el triple lavado, se observa y se comprueba lo dicho por la literatura que la temperatura ayuda a acelerar la formación de las impurezas contenidas en el biodiesel, por esto al implementar un chiller o sistema de enfriamiento que permita manejar menores temperaturas de operación en el proceso, se podría garantizar que la formación de haze se de en su mayoría para ser removida en el proceso de purificación del biodiesel, garantizando una mejora en la calidad respecto al parámetro de CT y apariencia.

En los ensayos de filtración en frío dado los resultados favorables para el cumplimiento de la prueba CSFT, un estudio de investigación del remanente obtenido en capa de filtración podría determinar cuál es la relación que existe entre los mono glicéridos, estero glucósidos libres y jabones que se dice son responsables de la formación de haze, el estudio de la interacción de estos componentes contribuiría la industria del biodiesel para el desarrollo de procesos que permitan la eliminación de estos componentes minoritarios permitiendo mejorar la calidad de este biocombustible, haciéndolo más competitivo en el mercado.

CITAS BIBLIOGRAFICAS

[1]. COLOMBIA. MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA. Resolución No. 182142 (27, diciembre, 2007). Por el cual se expiden normas para el registro de productores y/o importadores de biocombustibles para uso en motores diésel y se establecen otras disposiciones en relación con su mezcla con el ACPM del origen fósil. Bogotá, D.C.: El ministerio, 2007. 17p.

[2]. FEDEPALMA. Manejo de biodiesel y sus mezclas. [Diapositivas]. Bogotá D.C., Colombia. 2010. V.1

[3]. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test method for Determination of Fuel Filter Blocking Potential of Biodiesel (B100) Blend Stock by Cold Soak Filtration Test (CSFT). Method D7501–12. In: Annual book of ASTM standards. ASTM International: West Conshohocken (PA); 2012.

[4]. MANUELITA ACEITES Y ENERGIA S.A. Grupo empresarial Manuelita [diapositivas]. San Carlos de Guaroa, Colombia. 2017. 2 p.

[5]. GERPEN, Van. et al. 2004. Biodiesel Production. In: Technology Colorado National Renewable Energy Laboratory. 2004. 5 p.

[6]. ZULETA, Ernesto; BONET, Jair; DIAZ, Luis y BASTIDAS Marlon. Obtención de biodiesel por transesterificación de aceite crudo de palma africana (*Elaeis guineensis*) con etanol. Bogotá, 2007. 3 p.

[7]. ZAPATA. MENDOZA, R. 2003. Obtención de biocombustible mediante la transesterificación del aceite de palma con etanol. Trabajo de grado ingeniero de

minas. Medellín. Universidad Nacional sede Medellín. Facultad de Minas. 2003. 54 p.

[8]. MÉNDEZ, Ángeles. Esterificación. La guía química [en línea]. 2017. 1p.

[9]. MANUELITA ACEITES Y ENERGIA S.A Grupo empresarial Manuelita [Manual de instrucciones operativas]. San Carlos de Guaroa, Colombia. 2017. 2 p.

[10]. PLATA, Vladimir; MARADEI-GAUTHIER, Paola; ROMERO-BOHÓRQUEZ, Arnold; KAFAROV, Viatcheslav and CASTILLO Edgar. Characterization of insoluble material isolated from Colombian palm oil biodiesel. In: Biomass & Bioenergy. 2015. No. 74, p. 6-14.

[11]. ESPINOSA, Leon. Haze and Total contamination in Biodiesel. Desmet Ballestra. [Diapositivas]. San Carlos de Guaroa, Colombia. 2015. 8p.

BIBLIOGRAFÍA

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test method for Determination of Fuel Filter Blocking Potential of Biodiesel (B100) Blend Stock by Cold Soak Filtration Test (CSFT). Method D7501–12. In: Annual book of ASTM standards. ASTM International: West Conshohocken (PA); 2012.

COLOMBIA. MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA. Resolución No. 182142 (27, diciembre, 2007). Por el cual se expiden normas para el registro de productores y/o importadores de biocombustibles para uso en motores diésel y se establecen otras disposiciones en relación con su mezcla con el ACPM del origen fósil. Bogotá, D.C.: El ministerio, 2007. 17p.

ESPINOSA, Leon. Haze and Total contamination in Biodiesel. Desmet Ballestra. [Diapositivas]. San Carlos de Guaroa, Colombia. 2015. 8p.

FEDEPALMA. Manejo de biodiesel y sus mezclas. [Diapositivas]. Bogota D.C., Colombia. 2010. V.1

GERPEN, Van. et al. 2004. Biodiesel Production. In: Technology Colorado National Renewable Energy Laboratory. 2004. 5 p.

MANUELITA ACEITES Y ENERGIA S.A Grupo empresarial Manuelita [Manual de instrucciones operativas]. San Carlos de Guaroa, Colombia. 2017. 2 p.

MANUELITA ACEITES Y ENERGIA S.A. Grupo empresarial Manuelita [diapositivas]. San Carlos de Guaroa, Colombia. 2017. 2 p.

MÉNDEZ, Ángeles. Esterificación. La guía química [en línea]. 2017. 1p.

PLATA, Vladimir; MARADEI-GAUTHIER, Paola; ROMERO-BOHÓRQUEZ, Arnold; KAFAROV, Viatcheslav and CASTILLO Edgar. Characterization of insoluble material isolated from Colombian palm oil biodiesel. In: Biomass & Bioenergy. 2015. No. 74, p. 6-14.

ZAPATA. MENDOZA, R. 2003. Obtención de biocombustible mediante la transesterificación del aceite de palma con etanol. Trabajo de grado ingeniero de minas. Medellín. Universidad Nacional sede Medellín. Facultad de Minas. 2003. 54 p.

ZULETA, Ernesto; BONET, Jair; DIAZ, Luis y BASTIDAS Marlon. Obtención de biodiesel por transesterificación de aceite crudo de palma africana (*Elais guineensis*) con etanol. Bogotá, 2007. 3 p.

ANEXOS

Anexo A Características del biodiesel requeridas para su despacho.

Tabla A1. Pruebas abreviadas para el despacho del biocombustible para uso en motores diésel (B-100) según la resolución 182142 de 2007.

PARAMETRO	UNIDADES	ESPECIFICACION	METODOS DE ENSAYO
Densidad a 15 °C	Kg/m ³	860 - 900	ASTM D 4052 ISO 3675
Contenido de agua	mg/kg	500 máximo	ASTM E 203 ISO 12937
Número ácido	mg de KOH/g	0,5 máximo	ASTM D 664 EN 1404
Punto de fluidez	°C	Reportar (4)	ASTM D 97
Glicerina libre y total	% en masa	0,02/0,25	ASTM D 6584; ISO 14105 ISO 14106
Contenido de metanol o etanol	% en masa	0,2 máximo	ISO 14110
Contenido de ester	% en masa	96,5 mínimo	EN 14103
Viscosidad (cinemática a 40° C)	mm ² /s	1,9-6,0	ASTM D 445 ISO 3104
Destilación (PFE)	°C	max 360	ASTM D 86 ISO 3405
Contaminación Total	mg/kg	24 máximo	EN 12662
Índice de yodo	gr de yodo/100 gr	120 máximo	EN 14111

Anexo B. Ensayos filtración en frío

METODOLOGIA

- **Buscando optimizar los resultados se realizó:**
 1. Cambio de membrana en el sistema de filtración 10um papel cualitativo a 5um manga industrial Figura A8, con el fin de mejorar la retención de las impurezas que se forman cuando el biodiesel alcanza su punto de nube por debajo de los 20°C.

Figura A8. Membranas de filtración.



En la Figura A9 se ven las muestras con las cuales se va a realizar la prueba CSFT, después de realizar el tratamiento térmico que contempla la norma 16h 4,5°C y 25°C por 4h, la primera es B100 tratado con el proceso de filtración y la segunda B100 sin tratar en la cual se observa la formación de las impurezas que le impiden al B100 tener una apariencia clara y traslucida y por en tener menor punto de fluidez al realizar la prueba CSFT.

Figura A9. Biodiesel tratado y biodiesel de proceso.



2. Implementación y adecuación del equipo manifold(Figura A10) en la realización de las filtraciones, buscando obtener la muestra necesaria para evaluar la estabilidad en el tiempo.

Figura A10. Sistema de filtración.



La formación de la pre-capa se veía afectada por la base que sostenía la membrana en este equipo, ya que la distribución del área no era uniforme lo que intervenía el sistema de vacío en el proceso de filtración; se adecuó el equipo buscando tener una pre-capa uniforme y un sistema ajustado que no permitiera el paso de las tierras como se muestra en la Figura A11.

Figura A11. Equipo Manifold.



La pre-capa obtenida se muestra en la Figura A12, lo ideal es que no presente quiebres ya que los fluidos tienen a recorrer el camino más corto, estos quiebres no garantizan que el trabajo de las tierras se cumpla y por ende la filtración se pierde.

Figura A12. Precapa para filtración.



La capa después de la filtración se muestra en la Figura A13 en la cual se visualiza un porcentaje de retención en la parte superior de las impurezas, las cuales se forman cuando el biodiesel alcanza su punto de nube por debajo de los 20°C.

Figura A13. Capa final de filtración.



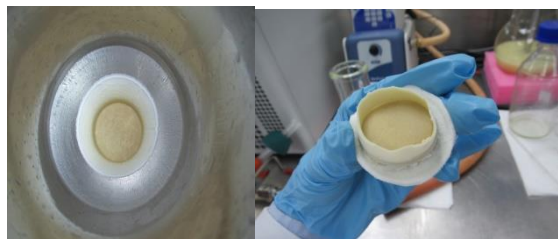
3. Puesta en marcha de agitación con un 0,5% de tierras para mejorar la eficiencia de la filtrabilidad y en efecto el tiempo CSFT.

Figura A14. Sistema de agitación.



Con la implementación de la agitación con un 0,5% de tierras la capa final después de la filtración cambio como se muestra en la Figura A15, presentando un remanente de tierras en las paredes del embudo; un cambio significativo que se presento fue el tiempo de filtración el cual cambio de un promedio de 5h a 38min

Figura A15. Capa final de filtración realizada con sistema de agitación.



- **Metodología establecida en las filtraciones:**

1. Tomar 350ml de B100.
2. Enfriar la muestra a 14°C.
3. Realizar agitación con 0,5% de tierras por 40 min.
4. Realizar montaje del equipo para el sistema de filtración.
5. Formar pre-capa con 0,5% de tierras y 200ml de B100.
6. Realizar la filtración a 400mbar.
7. Almacenar el B100 filtrado para posteriores análisis.