

OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 1

Obtención de una base biolubricante a partir de aceite crudo de palma mediante el método de transesterificación inversa

Felix Donado Padilla y Stefany Paola Torrado Figueredo

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniero(a) Químico(a)

Director

Fredy Augusto Avellaneda Vargas

Doctor en Ingeniería Química, Medioambiental y de Procesos

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Ingeniería Química

Bucaramanga

2024

Dedicatoria

A mi familia.

Felix Donado Padilla

Dedicatoria

A Dios, fuente de luz y esperanza,
y a la Virgen María, dulce refugio,
por cada amanecer que me brindaron fuerza.

A mis padres, pilares de mi vida, a mi tía Lucela,
cuyo amor y sacrificio han sido mi fortaleza,
por apoyar mis sueños cuando aún no sabía cómo alcanzarlos.

A mi hermana, flor eterna en el jardín de mi vida,
tu luz ilumina mi camino en la oscuridad,
tu apoyo es la fuerza que aviva mis anhelos,
y tu amor, la brújula que me lleva al puerto de la esperanza.

A Tania, por su amistad genuina,
su constante apoyo y presencia reconfortante,
por ayudarme a encontrar la calma en medio del caos.

A Mayra, Valeria, Geraldine, Paula y Sebastián,
compañeros de travesía y cómplices de sueños,
por su amistad auténtica y compañía constante.

A Felix, mi colega de tesis y trayectoria académica,
a Cristina y Eliana, compañeras de estudio,
por cada risa y esfuerzo compartido,
por ser compañía en noches interminables.

A la Universidad Industrial de Santander,
hogar de sueños y cuna de sabiduría,
por ser el jardín donde florecieron mis anhelos.

A Charlotte, mi compañera felina,
cuya gracia y elegancia embellecen mis días,
con sus pasos sigilosos y su ronroneo sereno.

Hoy, al alcanzar esta etapa tan significativa de mi vida,
me es imposible no expresar mi más profundo agradecimiento
y reconocimiento a cada uno de ustedes,
quienes han sido soportes primordiales
hacia la culminación de este proyecto de vida.

Stefany Paola Torrado Figueredo

Agradecimientos

A la Universidad Industrial de Santander y la escuela de Ingeniería Química, por brindarnos una educación de calidad y proporcionarnos las herramientas necesarias para nuestro desarrollo profesional.

Al Grupo de Investigación en Tecnologías de Valorización de Residuos y Fuentes Agrícolas e Industriales para la Sustentabilidad Energética (INTERFASE) por el acceso a las instalaciones y equipos de laboratorio que han sido fundamentales para el éxito de esta de investigación y a sus integrantes, en especial a la PhD. Debora Nabarlatz por el apoyo brindado y al PhD. Fredy Avellaneda Vargas por su apoyo y dirección en esta investigación.

Al Grupo de Investigación en Tomografía Computarizada para Caracterización de Yacimientos (GIT), en especial al M.Sc Nicolás Santos por facilitarnos la caracterización de muestras.

A la Escuela de Ingeniería de Petróleos UIS, en especial al PhD. Emiliano Ariza y al Ingeniero Felix Arenas por el acceso y orientación, para la caracterización de muestras en su laboratorio de fluidos.

A la Escuela de Ingeniería Química por el acceso a laboratorios, materiales y equipos fundamentales para el desarrollo de esta investigación.

Al ingeniero Guillermo Aceros por su apoyo constante en el avance de esta investigación.

A los técnicos Wilson Carreño y Eduardo Carreño por su apoyo en el desarrollo experimental de este proyecto.

A la empresa Palnorte S.A.S por proporcionar la materia prima.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	16
1. Objetivos	19
1.1 Objetivo General	19
1.2 Objetivos Específicos.....	19
2. Estado del arte.....	20
3. Metodología	23
3.1 Caracterización y acondicionamiento de la materia prima	23
3.1.1 Esterificación ácida	24
3.1.2 Transesterificación alcalina	25
3.2 Obtención de la base biolubricante	26
3.2.1 Transesterificación inversa	26
3.2.2 Diseño experimental y condiciones de reacción	27
3.3 Caracterización de la base biolubricante.....	28
4. Resultados	29
4.1 Acondicionamiento y caracterización de la materia prima.....	29
4.1.1 Aceite crudo de palma y aceite crudo de palma esterificado.....	29
4.2.1 Biodiésel de aceite de palma.....	31
4.2 Obtención de la base biolubricante	33
4.2.1 Efecto de las condiciones de reacción sobre la viscosidad y el rendimiento másico.	33
4.2.1.1 Efectos de las variables de reacción en el rendimiento másico	33
4.2.1.2 Efectos de las variables de reacción en la viscosidad de la base biolubricante.	37

OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 6

4.2.1 Selección de las mejores condiciones de operación y la mejor base lubricante producida.	44
4.2.1 Comparación de las propiedades de la base biolubricante y algunas comerciales.	48
5. Conclusiones	49
6. Recomendaciones	50
Referencias Bibliográficas	51
Apéndices.....	60

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 <i>Niveles de las variables del diseño experimental</i>	27
Tabla 2 <i>Propiedades de CPO, CEPO y otros aceites naturales</i>	29
Tabla 3 <i>Propiedades del biodiésel de palma</i>	32
Tabla 4 <i>Composición de ácidos grasos de los ésteres metílicos a base de aceite de palma</i>	32
Tabla 5 <i>Propiedades de bases biolubricantes a base de aceite de palma</i>	47
Tabla 6 <i>Base biolubricante y lubricantes minerales</i>	48
Tabla 7 <i>Resultados de rendimiento del diseño experimental y predicciones del modelo</i>	61
Tabla 8 <i>Resultados de viscosidad a 40 °C del diseño experimental y predicciones del modelo</i> ..	63
Tabla 9 <i>Resultados de viscosidad a 100 °C del diseño experimental y predicciones del modelo</i>	65

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1 <i>Reacciones de transesterificación</i>	18
Figura 2 <i>Esquema de la metodología usada en el proyecto</i>	23
Figura 3 <i>Montaje experimental para las reacciones de esterificación y transesterificación</i>	24
Figura 4 <i>Montaje experimental para la reacción de transesterificación inversa</i>	26
Figura 5 <i>Efecto del tiempo de reacción y la temperatura sobre el rendimiento másico y la cantidad de jabón graso</i>	34
Figura 6 <i>Efectos de interacción sobre el rendimiento másico de la base lubricante</i>	36
Figura 7 <i>Efecto de la razón molar sobre la viscosidad a 40 y 100 °C</i>	38
Figura 8 <i>Efecto de la temperatura de reacción sobre la viscosidad a 40 y 100 °C</i>	40
Figura 9 <i>Efecto del tiempo de reacción sobre la viscosidad a 40 y 100 °C</i>	41
Figura 10 <i>Efectos de interacción para viscosidades a 40 °C y 100 °C</i>	42
Figura 11 <i>Resultados del diseño experimental</i>	44
Figura 12 <i>Curvas termogravimétricas</i>	46
Figura 13 <i>Informe estadístico de Minitab para el rendimiento másico</i>	60
Figura 14 <i>Verificación de supuestos para el rendimiento másico</i>	61
Figura 15 <i>Informe estadístico de Minitab para la viscosidad a 40 °C</i>	62
Figura 16 <i>Verificación de supuestos para la viscosidad a 40 °C</i>	63
Figura 17 <i>Informe estadístico de Minitab para la viscosidad a 100 °C</i>	64
Figura 18 <i>Verificación de supuestos para la viscosidad a 100 °C</i>	65
Figura 19 <i>Producto de reacción después de la centrifugación</i>	69

Figura 20	<i>Reacción de esterificación</i>	70
Figura 21	<i>Reacciones de transesterificación y etapas de reacción</i>	71
Figura 22	<i>Reacciones de transesterificación inversa y etapas de reacción</i>	72
Figura 23	<i>Reacciones colaterales a la transesterificación inversa</i>	73
Figura 24	<i>Cromatograma de los ésteres metílicos de ácidos grasos</i>	75
Figura 25	<i>Cromatograma de la base biolubricante seleccionada (experimento 6)</i>	76
Figura 26	<i>Montajes experimentales</i>	77
Figura 27	<i>Producto antes y después de la centrifugación, y jabón graso</i>	77
Figura 28	<i>Aceite crudo de palma, biodiésel y base biolubricante</i>	78

Lista de Apéndices

	pág.
Apéndice A. Análisis de varianza para el rendimiento másico y viscosidades	60
Apéndice B. Cálculos estequiométricos.	66
Apéndice C. Determinación del rendimiento másico y la cantidad de jabón graso.	69
Apéndice D. Reacciones químicas del proceso.	70
Apéndice E. Cromatografía para el biodiésel y la base biolubricante seleccionada.....	75
Apéndice F. Registros fotográficos.....	77

Glosario

Ácidos grasos libres: ácidos carboxílicos.

Ácidos grasos: cadena hidrocarbonada que al unirse a un alcohol forma un éster.

Aditivos: componente minoritario en un lubricante, se usa para mejorar algunas propiedades de la base lubricante.

Base lubricante: componente mayoritario en un lubricante.

Estabilidad oxidativa: resistencia del lubricante a la oxidación.

Índice de acidez: número de miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar a los ácidos grasos libres presentes en 1 g de muestra.

Índice de saponificación: número de miligramos de hidróxido de potasio que se requiere para saponificar 1 g de producto ensayado.

Índice de viscosidad: número adimensional que expresa la resistencia que tiene un lubricante al cambio de la viscosidad cinemática con la temperatura, un índice de viscosidad alto indica pequeños cambios en la viscosidad debido a la temperatura.

Jabón graso: sales de ácidos grasos.

Lubricante mineral: lubricante que usa una base derivada de la refinación del petróleo.

Lubricante: sustancia que se usa para facilitar el movimiento relativo entre dos cuerpos sólidos.

Poliol: alcoholes en cuya estructura hay más de un grupo hidroxilo.

Punto de fluidez: temperatura más baja a la que se observa el movimiento de una muestra de ensayo en las condiciones prescritas en la norma ASTM D 97, es de 3 °C por encima de la temperatura a la que el aceite en un recipiente de prueba no muestra movimiento cuando se mantiene horizontalmente durante cinco segundos.

OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 12

Saponificación: reacción de hidrólisis de un ácido graso con una base.

TMPDE: éster de poliol intermedio, diéster de trimetilolpropano.

TMPME: éster de poliol intermedio, monoéster de trimetilolpropano.

TMPTE: éster de poliol principal, triésteres de trimetilolpropano.

Viscosidad cinemática: relación entre la viscosidad dinámica y la densidad de un material a la misma temperatura y presión.

Viscosidad dinámica: relación entre el esfuerzo cortante aplicado y la velocidad de cizallamiento de un material, es una medida de resistencia al flujo o a la deformación.

Abreviaturas

AV: índice de acidez.

CEPO: aceite crudo de palma esterificado.

CPO: aceite crudo de palma.

FA: ácidos grasos.

FAME: ésteres metílicos de ácidos grasos.

FFA: ácidos grasos libres.

FS: jabón graso.

PE: ésteres de poliol

POME: ésteres metílicos de ácidos grasos de aceite de palma o biodiésel

PP: punto de fluidez.

RM: razón molar

RTI: reacción de transesterificación inversa.

SN: índice de saponificación.

T: temperatura

TMP: trimetilolpropano.

TMPDE: diéster de trimetilolpropano.

TMPME: monoéster de trimetilolpropano.

TMPTE: triésteres de trimetilolpropano.

tr: tiempo de reacción

VI: índice de viscosidad

Resumen

Título: Obtención de una base biolubricante a partir de aceite crudo de palma mediante el método de transesterificación inversa *

Autor: Felix Donado Padilla y Stefany Paola Torrado Figueredo **

Palabras Clave: Biolubricantes, Bases lubricantes, Transesterificación

Descripción: La creciente preocupación ambiental y la demanda de lubricantes han impulsado la búsqueda de alternativas sostenibles, considerando al aceite crudo de palma (CPO) como una posible materia prima. En esta investigación se utilizó el CPO para la producción de bases biolubricantes. El aceite fue pretratado mediante esterificación ácida para disminuir su contenido de ácidos grasos libres (FFA). Los ésteres de poliol (PE o base biolubricante) se sintetizaron luego de dos etapas de transesterificación alcalina. La primera en la que se obtuvieron ésteres metílicos de aceite de palma (POME) con un 98.5 %FAME y la segunda (transesterificación inversa), en la que reaccionó el POME con trimetilolpropano (TMP) en presencia del catalizador metóxido de sodio. Se estudió el efecto de la temperatura de reacción (103-137 °C), la razón molar POME:TMP (3.23:1-4.57:1) y el tiempo de reacción (53-187 min) en la transesterificación inversa, usando un diseño central compuesto. Todas las variables tuvieron un efecto sobre la viscosidad del producto, siendo afectada negativamente por aumentos en la razón molar y favorecida por aumentos en el tiempo y temperatura de reacción, sin embargo, estas dos últimas disminuyeron el rendimiento del producto, debido a la formación de jabón graso (FS). Las mejores condiciones de reacción fueron: razón molar de 3.50:1, temperatura de reacción de 130 °C y tiempo de reacción de 160 min; operando a 150 mbar, con una carga de catalizador de 0.75 %p/p. La base biolubricante tuvo una viscosidad a 40 °C de 29.18 cSt, lo que la clasificó como un lubricante ISO VG 32, a 100 °C presentó una viscosidad de 6.24 cSt, su índice de viscosidad (VI) fue de 172, superior al de un lubricante mineral y su punto de fluidez (PP) de 12°C. el contenido de PE fue de 79.9% y el rendimiento de 61.32 %.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Ingeniería Química. Director: Fredy Augusto Avellaneda Vargas. Doctor en Ingeniería Química, Medioambiental y de Procesos.

Abstract

Title: Obtaining a biolubricant base from crude palm oil by the reverse transesterification method*

Author(s): Felix Donado Padilla and Stefany Paola Torrado Figueredo**

Key Words: Biolubricants, Lubricants base stocks, Transesterification

Description: Growing environmental concerns and the demand for lubricants have prompted the search for sustainable alternatives, with crude palm oil (CPO) considered as a possible raw material. In this research, CPO was used for the production of biolubricant base stocks. The oil was pretreated by acid esterification to reduce its free fatty acid (FFA) content. Polyol esters (PE or biolubricant base stocks) were synthesized after two alkaline transesterification stages. The first stage produced palm oil methyl esters (POME) with 98.5% FAME, and the second stage (reverse transesterification) involved reacting POME with trimethylolpropane (TMP) in the presence of the catalyst sodium methoxide. The effects of reaction temperature (103-137 °C), POME:TMP molar ratio (3.23:1-4.57:1), and reaction time (53-187 min) on the reverse transesterification were studied using a central composite design. All variables had an effect on product viscosity, being negatively affected by increases in the molar ratio and favored by increases in the reaction time and temperature, however, the latter two decreased product yield, due to the formation of fatty soap (FS). The best reaction conditions were a molar ratio of 3.50:1, a reaction temperature of 130 °C, and a reaction time of 160 min, operating at 150 mbar with a catalyst loading of 0.75% w/w. The biolubricant base stocks had a viscosity at 40 °C of 29.18 cSt, classifying it as an ISO VG 32 lubricant. At 100 °C, the viscosity was 6.24 cSt, with a viscosity index (VI) of 172, higher than that of a mineral lubricant, and a pour point (PP) of 12°C. The PE content was 79.9%, and the yield was 61.32%.

* Degree Work

**Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Chemical Engineering. Director: Fredy Augusto Avellaneda Vargas. PhD in Chemical, Environmental and Process Engineering.

Introducción

La transición gradual de materias primas de origen fósil hacia fuentes renovables está en curso (Bart et al., 2013), a causa de la creciente preocupación mundial por el medio ambiente y las cada vez más estrictas regulaciones ambientales (McNutt & He, 2016; Rizvi, 2011). Los lubricantes son sustancias que facilitan el movimiento relativo entre dos cuerpos sólidos, evitando el contacto directo entre superficies, al formar una película que aumenta la distancia entre las piezas del sistema, reduciendo la fricción y el desgaste entre ellas (Bart et al., 2013; Madanhire & Mbohwa, 2016; Václav & Václav, 1992; Zeng, 2013). Se componen normalmente por un 70-90% de una base lubricante y el restante aditivos que mejoran propiedades de lubricación, las bases lubricantes proceden principalmente de la destilación y refinación del petróleo crudo y contienen una mezcla de compuestos orgánicos y pequeñas cantidades de sustancias inorgánicas (Madanhire & Mbohwa, 2016). A causa de su origen, son escasamente degradables y están relacionados con la contaminación de suelos, el agua (solo 1 L de estos llega a contaminar 1 ML de agua potable) y la alteración del equilibrio del ecosistema debido a su impacto acumulativo que afecta flora y fauna (Aluyor & Ori-jesu, 2009; Madanhire & Mbohwa, 2016). Asimismo, están relacionados con graves enfermedades en el cuerpo humano (Krzemińska & Irzmańska, 2011; Nowak et al., 2019).

En respuesta a los múltiples problemas de los lubricantes que usan una base mineral, los biolubricantes; lubricantes que presentan una elevada biodegradabilidad, baja ecotoxicidad y son renovables (Bremmer & Plonsker, 2008; Cecilia et al., 2020); han recibido un interés creciente como potencial alternativa, ya que desempeñan un papel importante en la superación de dichos problemas (Cecilia et al., 2020; Syahir et al., 2017). Además, propician la reducción en aspectos como la demanda de recursos naturales limitados, la generación de desechos industriales y

emisiones peligrosas (Madanhire & Mbohwa, 2016). Las bases biolubricantes pueden ser: aceites naturales, usados tras procesos de extracción y purificación o, aceites sintéticos, obtenidos a partir de la modificación química de los componentes del aceite natural (Bart et al., 2013; Cecilia et al., 2020; Rizvi, 2011; Rudnick, 2020). Dentro de la amplia gama de modificación química a los aceites la transesterificación es uno de los métodos más usados, consiste en una reacción de alcoholisis en la que reaccionan un éster y un alcohol, para formar un nuevo éster y alcohol (Clayden et al., 2001; Yurkanis, 2008).

Los aceites vegetales son ésteres de ácidos monocarboxílicos, saturados e insaturados, unidos a una molécula de glicerol, denominados triglicéridos (Leung et al., 2010). Estos en su forma pura tienen alta biodegradabilidad y son lubricantes muy efectivos, sin embargo, presentan serias desventajas debido a la baja estabilidad oxidativa, térmica e hidrolítica y su comportamiento deficiente a bajas temperaturas, lo que limita su uso (Madanhire & Mbohwa, 2016; Rizvi, 2011; Rudnick, 2020). El glicerol no se desea en la estructura del triglicérido, por la presencia de un hidrógeno (β -hidrógeno) en el átomo de carbono en la posición β (ver Figura 1), que favorece la degradación de la molécula, debido a la susceptibilidad de los ésteres a reacciones de eliminación (Rudnick, 2020). Un enfoque para mejorar las propiedades del aceite es reemplazar la estructura del glicerol por un poliol más resistente, sin presencia de hidrógeno en el β -carbono (Rizvi, 2011; Rudnick, 2020), estos ésteres sintéticos (ésteres de poliol o PE) presentan una mayor estabilidad oxidativa, gran estabilidad térmica, alto índice de viscosidad y puntos de fluidez más bajos, conservando la alta biodegradabilidad (Madanhire & Mbohwa, 2016; Rizvi, 2011; Rudnick, 2020).

A su vez, la palma de aceite es la oleaginosa más productiva del planeta (Federación Nacional de Cultivadores de Palma de Aceite [Fedepalma], 2021), Colombia produjo una media nacional de 3.7 ton de aceite crudo de palma (CPO) por hectárea año en 2023 (PalmaSana y

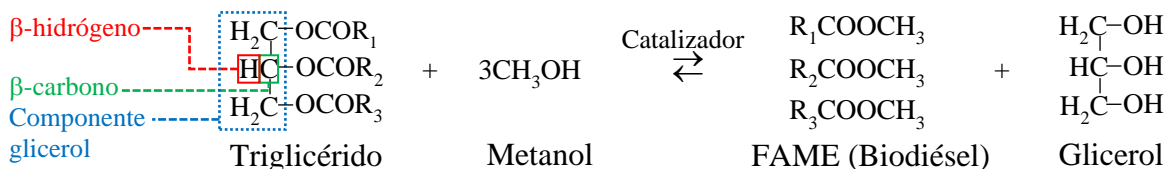
Productiva, 2024) y es el cuarto productor mundial de aceite de palma y primero en América latina, con una producción total de 1.9 millones de toneladas métricas en 2023, que representó el 2.4% de la producción mundial, superado por Indonesia, Malasia y Tailandia que en conjunto gobiernan el 87.4% de la producción mundial (United States Department of Agriculture, 2023).

Aprovechando el potencial de Colombia en producción de aceite de palma, y en relación con lo antes expuesto, esta investigación buscó responder a la pregunta ¿Cuáles son las condiciones de operación recomendables para la producción de una base biolubricante mediante transesterificación inversa a partir de aceite crudo de palma? Para ello, el aceite de palma pretratado se sometió primero a una reacción de transesterificación en la que se eliminó la estructura del glicerol y segundo, otra reacción de transesterificación, denominada transesterificación inversa (RTI), en la que se introdujo la estructura del polioliol trimetilolpropano (TMP), donde se obtuvieron los ésteres de polioliol de trimetilolpropano o base biolubricante, como se muestra en la Figura 1.

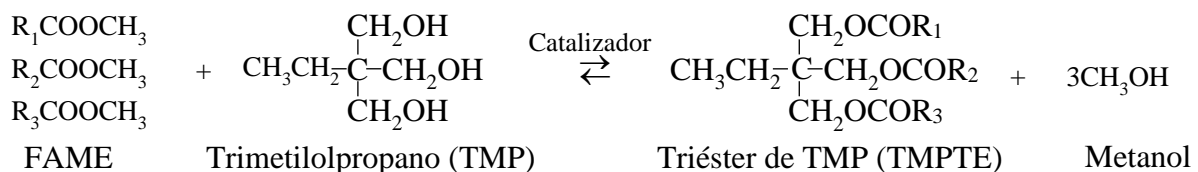
Figura 1

Reacciones de transesterificación

Reacción global de transesterificación de triglicéridos con metanol



Reacción global de transesterificación de FAME con TMP (transesterificación inversa)



1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Obtener una base biolubricante a partir de aceite crudo de palma mediante el método de transesterificación inversa.

1.2 Objetivos Específicos

- Obtener biodiésel a base de aceite crudo de palma mediante reacciones de transesterificación con la finalidad de ser usado como reactivo en la producción de la base biolubricante.

- Establecer las mejores condiciones para la obtención de una base biolubricante a partir del biodiésel de aceite de palma mediante el método de transesterificación inversa.

- Analizar algunas propiedades físicas y químicas de la base biolubricante obtenida para comparar con un lubricante comercial.

2. Estado del arte

La obtención de ésteres de poliol a partir de aceite de palma para usarlos como bases biolubricantes ha sido investigada y ha ganado interés en las últimas décadas.

Yunus et al. (2003) desarrollaron un método de síntesis de bases lubricantes a partir de ésteres metílicos de aceite de palma mediante transesterificación con trimetilolpropano en presencia de un catalizador. Encontraron que la temperatura y la presión de vacío impactan significativamente la reacción, mientras que la cantidad de catalizador y la relación molar no. Los ésteres obtenidos se caracterizaron como potenciales bases para biolubricantes y determinaron condiciones óptimas para el proceso.

Sulaiman et al. (2007) investigaron la transesterificación por lotes de ésteres metílicos de aceite de palma con trimetilolpropano. Encontraron que, a elevadas cantidades de catalizador aumentaba la conversión al compuesto de interés, y el contenido sólido del producto; además de una relación directa entre la presión de vacío y la formación de un mejor producto. La temperatura y la relación molar no tuvieron un efecto significativo sobre la reacción en el rango de estudio.

Chang et al. (2012) evaluaron los efectos del tipo de catalizador y de las principales variables operativas. El catalizador homogéneo generó mayor formación de jabones (sólidos) en comparación con el catalizador heterogéneo, aunque, el tiempo de reacción, temperatura y relación molar seleccionada como condiciones óptimas fueron mayores cuando se empleó el segundo.

Koh et al. (2014) estudiaron cómo la temperatura de reacción influye en la velocidad de reacción, determinando el orden de reacción y la energía de activación total requerida. Hallaron que el reactor de flujo oscilatorio mejora la mezcla y la transferencia de calor, permitiendo un ahorro de tiempo de más del doble en comparación con lo reportado por otros autores.

OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 21

Hamid et al. (2016) determinaron las condiciones óptimas de operación, la formación de jabón y triésteres de trimetilolpropano en un tiempo de reacción de 1 hora. Concluyeron que, para resultados similares a los de estudios previos, con el reactor de bucle pulsado se requiere menor carga de catalizador e intensidad de mezcla. Además, observaron que a mayor presión de vacío aumenta la tendencia de los ésteres metílicos de palma a evaporarse y que, a grandes cantidades de catalizador se genera una reacción de saponificación en la que se produce jabón graso.

Heikal et al. (2017) produjeron biolubricantes a partir de aceite de palma mediante dos etapas de transesterificación y posterior purificación, logrando un buen rendimiento en 4 horas. El punto de fluidez de los ésteres de trimetilolpropano de aceite de palma se consideró elevado, evidenciando la necesidad de un depresor. Pese a ello, propiedades de lubricación como viscosidad e índice de viscosidad fueron comparables a las presentadas por lubricantes convencionales.

Hamdam et al. (2018) interpretaron las propiedades nanotribológicas basándose en un enfoque de energía de activación térmica utilizando el modelo de jaula de Eyring. Midieron la fricción a escala nanométrica para el aceite de palma, biodiésel y base biolubricante del mismo, analizando a través de microscopía de fuerza lateral e imágenes de fluidos. Encontraron que la viscosidad dinámica disminuyó para el biodiésel, pero aumentó para la base biolubricante, no obstante, este último presenta un cambio de viscosidad-temperatura más gradual.

Aziz et al. (2020) estudiaron la cinética y termodinámica de la transesterificación asistida por microondas de ésteres metílicos de aceite de palma. Las condiciones de reacción empleadas fueron similares a las señaladas por otros autores como óptimas y el procesamiento de datos se realizó en el software MATLAB mediante el orden Runge-Kutta 4 y 5 (ode45). Determinaron las constantes de velocidad de reacción y la energía de activación, la cual se redujo en un 49% en comparación con la calefacción convencional.

OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 22

Wafiti et al. (2021) produjeron ésteres de trimetilolpropano utilizando lipasas inmovilizadas comerciales, obteniendo resultados comparables a los de transesterificación química. La reacción se realizó a menor temperatura, pero requirió más tiempo. Determinaron el índice de viscosidad, punto de fluidez y temperatura de degradación térmica inicial.

Los hallazgos expuestos han establecido condiciones óptimas para la obtención de bases lubricantes que maximizan el rendimiento y la calidad del producto. Asimismo, los avances en métodos de producción, como la transesterificación asistida por microondas o los reactores que favorecen la intensidad de mezcla o transferencia de calor, han mostrado una reducción significativa en la energía de activación requerida, la cantidad de jabón formado, tiempo de reacción necesario, y han favorecido la composición y estabilidad térmica del producto de interés.

La posibilidad de producir lubricantes a partir de aceite de palma a nivel industrial presenta una oportunidad significativa tanto desde una perspectiva económica como ambiental (United States Environmental Protection Agency, 2011). La abundante disponibilidad de aceite de palma (Sierra, 2023) y su bajo costo relativo (Voora et al., 2023) lo hacen una materia prima atractiva para la producción en masa. Estos hallazgos sugieren que es posible obtener biolubricantes con propiedades de viscosidad e índice de viscosidad comparables a los lubricantes convencionales, lo que refuerza el potencial de esta vía de investigación para proporcionar soluciones sostenibles y ambientalmente amigables.

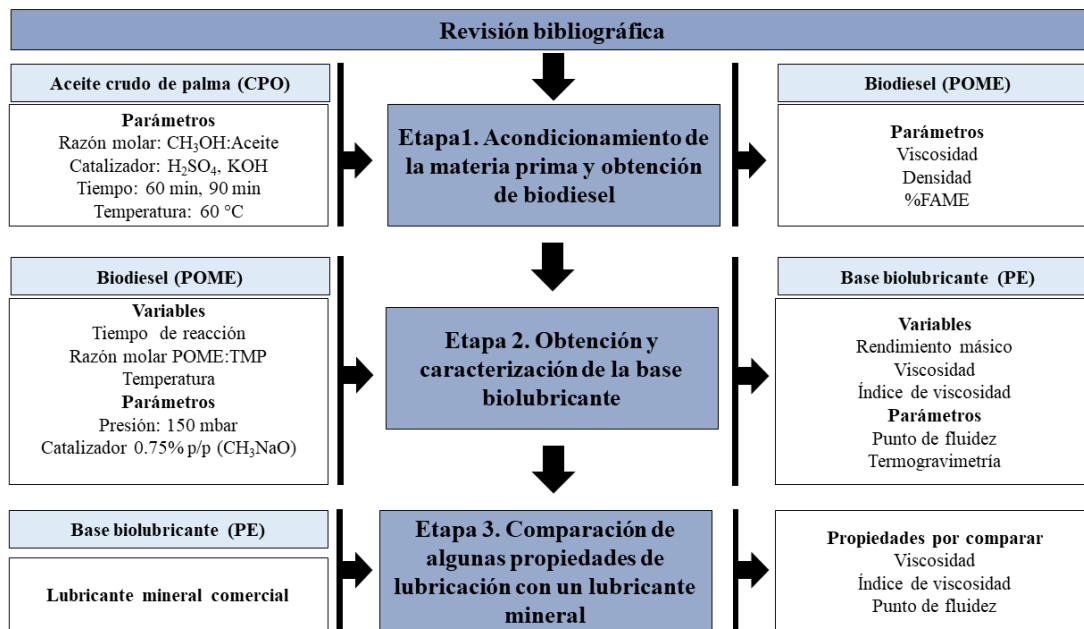
En Colombia, se han desarrollado algunos estudios exploratorios sobre la producción de bases biolubricantes a partir de otras materias primas, como la grasa residual avícola, el sebo bovino y el aceite de ricino (Ballesteros & Escandon, 2018; Camargo, 2022; Lagos & Rojas, 2018; Rivera & Tello, 2018).

3. Metodología

En la Figura 2 se presenta un esquema de la metodología llevada a cabo en el proyecto.

Figura 2

Esquema de la metodología usada en el proyecto



3.1 Caracterización y acondicionamiento de la materia prima

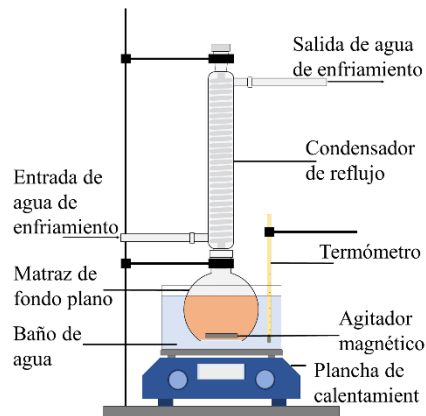
El aceite crudo de palma fue suministrado por la empresa Palnorte S.A.S. El índice de acidez (AV) se determinó de acuerdo con la norma española UNE-EN 660 (Asociación Española de Normalización y Certificación [AENOR], 2020); El índice de saponificación (SN) en base a la norma técnica colombiana NTC 335 (Instituto Colombiano de Normas Técnicas [ICONTEC], 2019) y la densidad según la norma UNE-EN ISO 6883 (AENOR, 2017). Debido al alto contenido de ácidos grasos libres presentes en el CPO, se debe tratar para disminuirlos hasta niveles aceptables para la reacción de transesterificación alcalina (Avellaneda, 2010; Jalaluddin et al., 2022), esto mediante un pretratamiento de esterificación ácida.

3.1.1 Esterificación ácida

La esterificación del CPO se hizo con metanol (CH_3OH) de grado analítico, en presencia de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 97 % de pureza como catalizador, la reacción se llevó a cabo en un reactor Batch compuesto por un balón de fondo plano de 1000 ml de capacidad, acoplado a un condensador de reflujo tipo Graham, para evitar pérdidas de metanol por evaporación, sumergido en un baño de calentamiento que permitió mantener la temperatura de reacción, y un agitador magnético que garantizó la homogeneidad de la mezcla reaccionante como se representa en la Figura 3.

Figura 3

Montaje experimental para las reacciones de esterificación y transesterificación



Se pesó el CPO en el balón, 500 g por cada corrida, se precalentó dentro del baño de calentamiento hasta alcanzar la temperatura de reacción, luego se agregó la mezcla $\text{CH}_3\text{OH}/\text{H}_2\text{SO}_4$ preparada con anterioridad y se acopló el condensador. Las condiciones de reacción fueron tomadas como las óptimas reportadas en la investigación de Pasqualino (2006): temperatura de reacción de 60 °C, relación molar $\text{CH}_3\text{OH}:\text{CPO}$ de 6:1, cantidad de catalizador de 0.5 %v/v (respecto al volumen de aceite) y tiempo de reacción de 60 min; la agitación se mantuvo en 500 rpm. El producto se dejó decantar durante 2 h para separar el aceite crudo de palma esterificado

(CEPO) de los residuos reaccionantes, posteriormente se lavó el CEPO con agua destilada a 90 °C, para neutralizar el catalizador y luego se secó en un horno a 110 °C durante 4 h, con el fin de eliminar el agua y metanol remanente. El producto de cada corrida se mezcló para su caracterización. El índice de acidez, índice de saponificación y densidad se determinaron según las normas ya mencionadas para el CPO.

3.1.2 Transesterificación alcalina

La reacción de transesterificación del CEPO se llevó a cabo con metanol de grado analítico, usando hidróxido de potasio (KOH) al 85 % de pureza como catalizador, en el mismo reactor que se usó para la reacción de esterificación, mostrado en la Figura 3. Las condiciones de reacción se tomaron como las mejores reportadas en la investigación de Amado y Palomo (2018): relación molar CH₃OH:CEPO de 6:1, carga de catalizador de 0.45 %p/p (respecto al peso del aceite) a una temperatura de 60 °C. El tiempo de reacción fue de 90 min y la agitación de 500 rpm.

Se pesaron 500 g de CEPO por cada corrida, el aceite se precalentó dentro del baño de calentamiento, cuando se alcanzó la temperatura de reacción se agregó la mezcla de CH₃OH/KOH preparada con anterioridad y se acopló el condensador de reflujo. Una vez se cumplió el tiempo de reacción el producto se dejó decantar durante 12 h, con el fin de separar el biodiésel (POME) del glicerol (fase densa), posteriormente se hicieron 3 lavados con agua acidulada (0.02 %v/v de ácido fosfórico) y 2 con agua destilada a temperatura ambiente, para neutralizar el catalizador. Por último, se llevó el POME a secar en un horno a 105 °C durante 4 h, con la finalidad de eliminar trazas de metanol y agua. El producto de cada corrida se mezcló para su caracterización y posterior uso en la reacción de transesterificación inversa.

El Índice de acidez del POME se determinó de acuerdo con la norma española UNE-EN 14104 (AENOR, 2021); la densidad según la norma UNE-EN ISO 3838 (AENOR, 2004) y el

contenido de FAME basados en la norma UNE-EN 14103 (AENOR, 2020b), usando un cromatógrafo AGILENT TECHNOLOGIES 7890A GC SYSTEM.

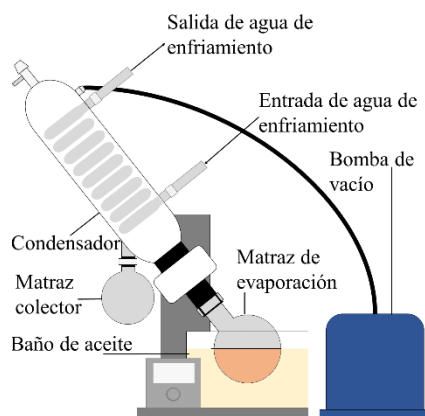
3.2 Obtención de la base biolubricante

3.2.1 Transesterificación inversa

El POME se hizo reaccionar con el poliol trimetilolpropano (Sigma-Aldrich) al 97 % de pureza, en presencia de metóxido de sodio (CH_3NaO) en solución con metanol al 30% v/v como catalizador; la reacción se llevó a cabo en el matraz de evaporación de un rotoevaporador Heidolph Hei-VAP Value Digital, equipado con una bomba de vacío que permitió la extracción del metanol presente en el catalizador y producido durante la reacción, como se representa en la Figura 4.

Figura 4

Montaje experimental para la reacción de transesterificación inversa



Se pesaron 50 g de POME en un vaso de precipitado, así mismo se pesó la cantidad de TMP de acuerdo con la razón molar del experimento en otro vaso y se llevó a precalentar en un baño a 90 °C durante 20 min. Posteriormente se midió la cantidad de catalizador fija de 0.75 %p/p (basado en la masa de reactivos) y se agregó al matraz de evaporación, luego se añadió el TMP precalentado y por último el POME precalentado. Se ajustó el matraz al rotoevaporador y se dejó precalentar la mezcla reaccionante a 90 °C durante 10 min y 180 rpm, luego se ajustó el baño a la

temperatura de reacción del experimento y la velocidad de rotación a 150 rpm. Una vez alcanzada la temperatura, se aplicó vacío gradualmente, para evitar desbordamiento, hasta llegar a 150 mbar de presión absoluta, alcanzadas las condiciones de reacción se midió el tiempo de acuerdo con el experimento.

Tras cumplirse el tiempo de reacción, se retiró el matraz de evaporación del rotoevaporador y se dejó que el producto alcanzara la temperatura ambiente, luego se llevó a centrifugar a 5200 rpm durante 10 min, con la finalidad de separar el jabón graso y el catalizador (fase precipitada) de la base biolubricante (fase sobrenadante) y se determinó la masa de cada fase por separado, por último, se almacenó la base en un frasco ámbar para su posterior caracterización.

3.2.2 *Diseño experimental y condiciones de reacción*

Se utilizó un diseño central compuesto (DCC) de tres factores para estudiar las variables de la reacción de transesterificación inversa, se estudiaron la temperatura de reacción, la razón molar POME:TMP, debido a que son variables de mayor impacto en la síntesis de ésteres de trimetilolpropano según investigaciones (Sulaiman et al., 2007; Yunus et al., 2003), y el tiempo de reacción cuyos efectos poco se han explorado. Los niveles se escogieron de acuerdo con regiones de estudio exploradas por investigaciones acerca de la producción de bases lubricantes de aceite de palma, estos se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1

Niveles de las variables del diseño experimental

Variable	unidad	Puntos del DCC				
		Axial (- α)	Factorial (-1)	Central (0)	Factorial (+1)	Axial (+ α)
Temperatura	°C	103	110	120	130	137
Razón molar	mol POME/ mol TMP	3.23	3.50	3.90	4.30	4.57
tiempo	min	53	80	120	160	187

Las variables respuesta evaluadas fueron la viscosidad a 40 y 100 °C, debido a que es la variable más importante de un lubricante y el rendimiento másico que es una medida de la eficiencia del proceso. Los efectos de las condiciones de reacción se determinaron mediante análisis de varianza (ANOVA), tomando un nivel de confianza del 95% ($p\text{-value} < 0.05$). La calidad del ajuste del modelo se evaluó mediante el coeficiente de determinación R^2 , y el coeficiente de determinación ajustado (R^2_{aj}), teniendo en cuenta que para fines de predicción se recomienda un R^2_{aj} de al menos un 70% (Pulido et al., 2008). Por su parte la reproducibilidad de los experimentos se evaluó con el coeficiente de variación (CV), en general, experimentos con un CV menor a 10% se consideran razonablemente reproducibles (Hamid et al., 2018). El análisis estadístico se llevó a cabo usando la herramienta estadística Minitab versión 21.4.0.

3.3 Caracterización de la base biolubricante

El rendimiento másico se determinó como la cantidad de masa, en porcentaje, de base biolubricante que se obtuvo por cantidad de masa de reactivos (POME y TMP). La cantidad de jabón graso formada se estimó como los mg de producto sólido obtenidos por gramo de reactivo, para ello se consideró jabón graso a toda la fase precipitada. La viscosidad cinemática a 100 °C se midió de acuerdo con el método estándar ASTM D445 (American Society for Testing and Materials [ASTM], 2023). La viscosidad dinámica a 40 °C se midió en un viscosímetro BROOKFIELD DV2T LV para 10 muestras y en un reómetro ANTON PAAR para restantes; luego, se determinó la viscosidad cinemática usando la densidad. El índice de viscosidad se calculó con base en el método ASTM D2270 (ASTM, 2016). El punto de fluidez se midió según el método ASTM D97 (ASTM, 2022). Por último, se escogieron dos lubricantes minerales comerciales y se compararon algunas propiedades con la base biolubricante, catalogados en la misma categoría ISO VG datada en la norma ASTM D2422 (ASTM, 2018).

4. Resultados

4.1 Acondicionamiento y caracterización de la materia prima

4.1.1 Aceite crudo de palma y aceite crudo de palma esterificado

La Tabla 2 presenta las propiedades del aceite crudo de palma (CPO) y el aceite crudo de palma esterificado (CEPO), en comparación con el CPO usado por Amado & Palomo (2018) para la producción de biodiésel, los requisitos de CPO según la norma técnica colombiana 431 (ICONTEC, 2017) y otros aceites naturales usados en la formulación de bases biolubricantes.

Tabla 2

Propiedades de CPO, CEPO y otros aceites naturales

Propiedad	AV ^a	SN ^b	Densidad	Viscosidad cinemática @40 °C	Punto de fluidez	Referencia
Unidad	mg KOH/g	mg KOH/g	g/ml	cSt	°C	
CPO	8.77	189	0.912 @30°C	55.24	27	Este estudio
CEPO	0.66	186	0.902 @30°C	52.20	27	Este estudio
CPO	4.78	193	0.910 @25°C	49.46	-	(Amado & Palomo, 2018)
CEPO	0.76	-	-	-	-	
Aceite de palma	6.35	-	0.913 @20°C	52.13	-	(Heikal et al., 2017)
CPO NTC 431	-	190-209	0.891-0.899 @50/20°C	-	-	(ICONTEC, 2017)
Aceite de soja	0.30 ^c	195 ^c	0.918 @15°C	32.80	-9 ^c	(Shrivastava et al., 2023)
Aceite de colza	0.55	180 ^c	0.913 @20°C	50.10	-29 ^c	(Laajimi et al., 2023)

Nota. ^a Índice de acidez; ^b Índice de saponificación; ^c Datos presentados por Gerbig et al. (2004).

El aceite de palma (*elaeis guineensis*) crudo a temperatura ambiente (30 °C) contiene dos fases, una fase semisólida debido a la presencia de estearina y otra fase líquida, consecuencia de la estructura curvada de la insaturación de las moléculas de ácidos grasos (Bart et al., 2013). Se

OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 30

compone de aproximadamente un 50 % de ácidos grasos (FA) saturados (palmítico, esteárico y mirístico); un 40 % de FA monoinsaturado (oleico) y un 10% de poliinsaturados (linoleico) (Bart et al., 2013; ICONTEC, 2017; Rizvi, 2011). Su alta composición en FA saturados y monoinsaturados es la responsable de las deficientes propiedades a bajas temperaturas, reflejado en su alto punto de fluidez (PP) (Rudnick, 2020), esto limita el uso en su forma pura como aceite base lubricante, en comparación con el aceite de colza y soja, los más utilizados en su forma pura. Sin embargo, esta composición le brinda mejores propiedades químicas como la estabilidad a la oxidación, al ser termodinámicamente más estables (Bart et al., 2013; Rudnick, 2020).

Como se evidencia en la Tabla 2, el CPO de este estudio muestra valores próximos a los requisitos de identificación de la NTC 431 y, a pesar de que el índice de saponificación (SN) y la densidad se encuentran levemente por fuera del rango de esta, no representa una variación considerable. La disminución del SN del CEPO con respecto a CPO se debe a la neutralización de ácidos grasos libres (FFA) en la etapa de esterificación, que los convierte en metilésteres (Avellaneda, 2010). El aceite de soja y colza tienen un peso molecular promedio superior al de palma, entre 870-900 g/mol frente a 849.19 g/mol del CPO, por lo que tienden a tener un menor SN, debido a que la longitud media de sus ácidos grasos es menor (Bart et al., 2013; Patterson, 2011). Por su parte, la densidad de los aceites vegetales a diferentes temperaturas no presenta mayor variación, como es de esperarse para fluidos de carácter líquido, los valores son consistentes con los observados por Gerbig et al. (2004) para varios aceites de origen vegetal a 20 °C.

La viscosidad del aceite crudo de palma es mayor con respecto al aceite de colza y soja, debido a la presencia de partículas semisólidas y su gran composición en ácidos grasos saturados. En general, la viscosidad a 40°C cataloga a la mayoría de los aceites naturales como lubricantes de grado ISO VG 32 o 46 (viscosidad cinemática 28.8-50.6 cSt) (Bart et al., 2013). La disminución

de la viscosidad del CEPO con respecto al CPO, se debe a la eliminación de FFA, estos actúan como modificadores de fricción y aumentan la viscosidad del aceite (Rizvi, 2011).

El CPO presentó un índice de acidez (AV) de 8.77 mg KOH/g, casi el doble que el usado por Amado & Palomo (2018). La NTC 431 no especifica un valor de AV para determinar la calidad del aceite crudo, pero sí delimita el máximo valor de acidez permitido (referida al ácido palmítico), el cual indica el contenido de FFA presentes en el aceite. Este parámetro de calidad debe ser menor a 5.0 % (ICONTEC, 2017) y esto se cumplió para el CPO usado con un valor de 4.0 %, sin embargo, en la producción de biodiésel por transesterificación alcalina el contenido de FFA debe ser mínimo, recomendándose un AV menor a 1 mg KOH/g para garantizar que no se desactive el catalizador durante la reacción debido a la formación de jabones (Freedman et al., 1984). El CEPO tuvo un valor de AV adecuado para la reacción de transesterificación, similar al valor obtenido por Amado & Palomo (2018), lo que garantizó que el uso de las condiciones de reacción seleccionadas en su investigación permitiera obtener un biodiésel (POME) con propiedades comparables.

4.2.1 Biodiésel de aceite de palma

La Tabla 3 exhibe algunas propiedades del biodiésel obtenido en el presente estudio, en investigaciones previas y los requisitos establecidos por la NTC 5444 (ICONTEC, 2020) para el uso de este como combustible o componente de mezclas con combustibles diésel. El POME cumplió con los parámetros de calidad de la NTC 5444 elegidos y mostró resultados semejantes con los de Amado & Palomo (2018), destacando la reproducibilidad de su metodología y condiciones de reacción óptimas. Además, es comparable con el POME de Heikal et al. (2017) para la síntesis de triésteres de trimetilolpropano (TMPTE), este tuvo un AV mayor debido a la ausencia de la etapa de pretratamiento. El alto contenido de FAME y excelentes propiedades del POME lo hacen un potencial sustituto del diésel y materia prima para la síntesis de TMPTE.

Tabla 3*Propiedades del biodiésel de palma*

Propiedad	AV	Densidad	Viscosidad cinemática @40 °C	%FAME	Referencia
Unidad	mg KOH/g	g/ml	cSt	%	
POME	0.07	0.863 @30°C	4.59	98.5	Este estudio
POME	0.08	0.879 @25°C	4.55	98.6	(Amado & Palomo, 2018)
POME	0.54	0.873 @20°C	4.59	98.5	(Heikal et al., 2017)
NTC 5444	0.5 máximo	0.860-0.900 @15°C	3.50-5.00	96.5 mínimo	(ICONTEC, 2020)

La viscosidad cinemática del POME muestra una drástica reducción con respecto a la presentada por su aceite de origen (Tabla 2), dicha propiedad se relaciona directamente con la longitud de la cadena y las estructuras que lo conforman, al eliminarse la estructura del glicerol (cadena de tres ramales) se forma una con metanol (cadena lineal), ocasionando el efecto mencionado (Knothe et al., 2010).

En la Tabla 4 se encuentran los perfiles de ácidos grasos del POME en este estudio, el de Heikal et al. (2017) y el de Yunus et al. (2003), usado para la obtención de bases biolubricantes.

Tabla 4*Composición de ácidos grasos de los ésteres metílicos a base de aceite de palma*

Ácido graso		Composición (%p/p)		
Nombre	Tipo	Este estudio (Colombia)	(Heikal et al., 2017) ^a (Egipto)	(Yunus et al., 2003) ^a (Malasia)
Mirístico	C14:0	1.10	1.00	1.50
Palmítico	C16:0	44.10	39.24	41.50
Esteárico	C18:0	4.40	4.36	2.70
Oleico	C18:1	40.70	42.52	40.60
Linoleico	C18:2	9.70	11.35	11.90

Nota. ^a La suma de las composiciones puede no ser igual al 100% debido a la presencia en menor medida de otros ácidos grasos.

El biodiésel tiene una composición en ésteres metílicos de FA equivalentes a los ácidos grasos presentes en el CPO, resultado de la alta conversión de triglicéridos a ésteres metílicos en la reacción de transesterificación alcalina. El perfil de FA en los aceites vegetales se define genéticamente, por su parte, las leves variaciones en las concentraciones de cada FA dentro del aceite se deben a las condiciones climáticas, incluida la cantidad de luz solar y el tipo de suelo (Rudnick, 2020), como se evidencia en los datos de la Tabla 4, provenientes de la misma planta, pero de diferentes regiones.

4.2 Obtención de la base biolubricante

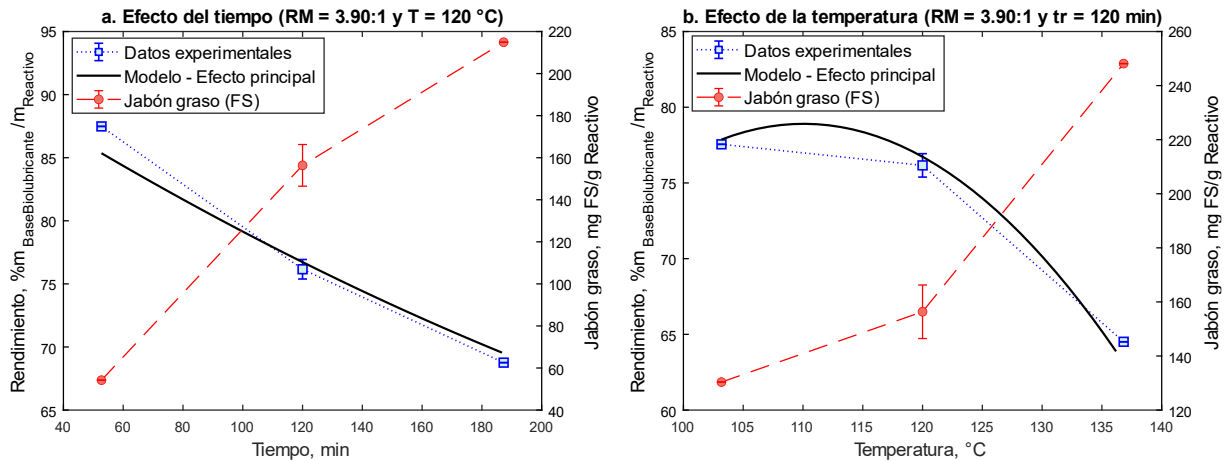
Las tablas de análisis de varianza y el modelo cuadrático de ajuste para el rendimiento másico, la viscosidad a 40 y 100 °C se encuentran en el apéndice A. Para cada uno de estos el R^2 fue de 95.71, 87.31 y 94.34 %; el R^2_{aj} de 90.20, 71.01 y 87.07 % respectivamente. En general, se cumple el criterio para considerar que el modelo es capaz de ajustar adecuadamente los datos experimentales y predecir datos satisfactoriamente en la región de estudio. El R^2_{aj} bajo de la viscosidad a 40 °C se debió posiblemente al uso de dos equipos de medición diferentes.

4.2.1 Efecto de las condiciones de reacción sobre la viscosidad y el rendimiento másico.

4.2.1.1 Efectos de las variables de reacción en el rendimiento másico. Las variables evaluadas que tuvieron un efecto significativo, de acuerdo con el análisis de varianza, sobre el rendimiento másico de la reacción fueron: el tiempo de reacción, que tuvo un efecto mayor, y la temperatura. La Figura 5 muestra el efecto del tiempo de reacción y la temperatura sobre el rendimiento másico y la cantidad de jabón graso (FS) formada, a una razón molar (RM) fija de 3.90:1 (POME:TMP), temperatura (T) de 120 °C para la Figura 5a y un tiempo de reacción (t_r) de 120 min para la Figura 5b.

Figura 5

Efecto del tiempo de reacción y la temperatura sobre el rendimiento másico y la cantidad de jabón graso



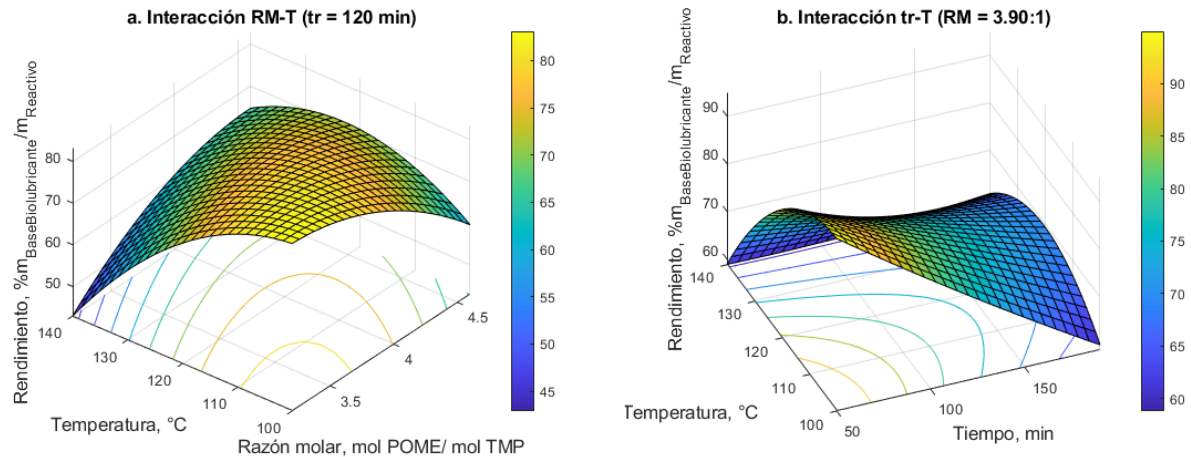
El rendimiento másico disminuyó como respuesta a un aumento del tiempo de reacción y temperatura, debido a la reacción de saponificación irreversible de FFA con el catalizador alcalino, que produce jabón graso como subproducto no deseado, los FFA proceden de una reacción de hidrólisis irreversible del POME (Hamid et al., 2016). La reacción de saponificación se da espontáneamente como una reacción competitiva a la transesterificación (Chang et al., 2012). Los FS estaban presentes en una fase coloidal, parcialmente disueltos en el producto de reacción antes de su separación (ver apéndice F), como ya lo han informado algunos investigadores (Chang et al., 2012; Hamid et al., 2016, 2018; Yunus et al., 2003).

Un aumento en el tiempo de reacción condujo a una mayor formación de jabón graso y, por lo tanto, un menor rendimiento, como se evidencia en la Figura 5a. La tendencia de la cantidad de FS en función del tiempo es típica de reacciones irreversibles, el contenido de FS entre 53 y 120 min aumenta de forma acelerada, mientras que de 120 a 137 min el aumento es menos pronunciado, debido a la disminución en la cantidad de reactivos para las reacciones colaterales

con el tiempo, que limitan la velocidad de producción de FS. Chang et al. (2012) en su estudio sobre la transesterificación de biodiésel de aceite de palma con alto contenido en ácido oleico (HO-POME) con trimetilolpropano (TMP) reporta esta tendencia, 5 min fueron suficientes para que el 38.91% del metóxido de sodio se convirtiera a FS y 120 min para alcanzar una conversión de 91.75%. Por esto, la reacción de transesterificación inversa (RTI) se debe hacer en el menor tiempo posible, en tiempos prolongados se puede llegar a una desactivación completa del catalizador.

El rendimiento no tuvo mayor variación entre 103-120 °C, sin embargo, disminuye notablemente cuando se trabaja a la temperatura más alta. Hamid et al. (2016) estudiaron el efecto de la temperatura sobre la formación de jabón graso en la RTI de HO-POME con trimetilolpropano en un reactor de bucle pulsado, observando un aumento hasta 130 °C, donde obtuvieron la mayor cantidad de FS, sin embargo, a la temperatura de 140 °C alcanzaron la menor cantidad, más tarde Hamid et al. (2018) usando un reactor Batch para este proceso, observa que a altas temperaturas la formación de FS disminuye, explicada por la probabilidad de eliminación de agua del sistema a temperaturas altas con el vacío, lo que restringe la reacción de hidrólisis irreversible. El aumento en la cantidad de jabón graso con la temperatura en el presente estudio puede atribuirse a la presión de vacío, 150 mbar pudo no ser suficiente para extraer agua a altas temperaturas, en comparación con los 20 mbar de operación en las investigaciones mencionadas (Hamid et al., 2016, 2018), lo que resultó en un favorecimiento a las reacciones colaterales.

Las interacciones tiempo de reacción-temperatura y razón molar-temperatura tuvieron un efecto significativo en el rendimiento, la Figura 6 muestra las superficies de respuesta que reflejan estas interacciones, simuladas a partir de la regresión cuadrática y manteniendo el tiempo de reacción (Figura 6a) y la razón molar (Figura 6b) en sus valores centrales.

Figura 6*Efectos de interacción sobre el rendimiento másico de la base lubricante*

Los parámetros interactivos razón molar-temperatura (Figura 6a) muestran que a temperaturas elevadas (130-137 °C), un aumento en la razón molar conduce a un mayor rendimiento. Las altas temperaturas favorecen la homogeneización de la mezcla reaccionante POME/TMP, lo que aumenta la transferencia de masa (Hamid et al., 2018), por otra parte, una razón molar alta permite mantener el sistema diluido (Yunus et al., 2004); con esta combinación de condiciones, la RTI sería notablemente dominante sobre las reacciones colaterales, esto puede explicar la tendencia del rendimiento en función de la razón molar a altas temperaturas.

A bajas temperaturas (103-110 °C) el rendimiento es alto cuando se opera a una razón molar cercana a la estequiométrica y un aumento en la razón molar disminuye el rendimiento, aunque el efecto se da en menor medida. Posiblemente a estas condiciones las reacciones colaterales son dominantes en el sistema, por lo que, si es más diluido, la transferencia de masa puede favorecer la formación de jabón graso, resultando en valores de rendimiento menores. A temperaturas medias, no existe una dependencia de la razón molar.

El rendimiento es mayor cuando el tiempo de reacción es corto y la temperatura es baja (Figura 6b), en estas condiciones la reacción de saponificación no ha avanzado, por lo que la cantidad de jabón graso en el producto es menor. A temperaturas entre 103-120 °C aproximadamente, si se aumenta el tiempo de reacción, el rendimiento disminuye de forma lineal, debido a que las reacciones colaterales (irreversibles) producen una mayor cantidad de FS, por tanto, la cantidad de producto líquido será menor. A temperaturas altas, el aumento en la transferencia de masa en la RTI puede llegar a contrarrestar el avance de las reacciones colaterales con el tiempo, de modo que el rendimiento se vuelve independiente del tiempo de reacción.

El rendimiento másico es una medida de cantidad de producto, sin embargo, para tener una medida de calidad y desempeño de la reacción de transesterificación inversa, es necesario otra variable respuesta, a continuación, se analizan las viscosidades cinemáticas a 40 y 100 °C.

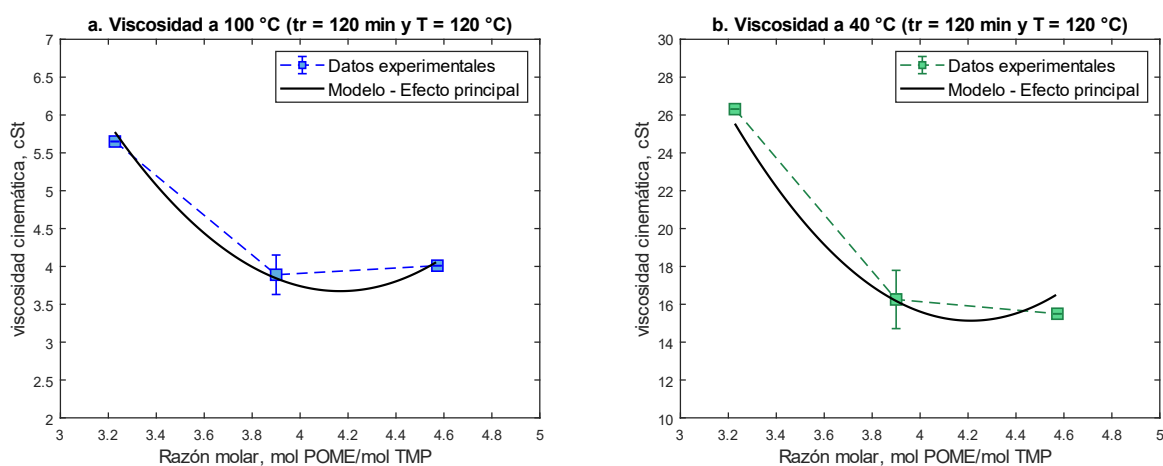
4.2.1.2 Efectos de las variables de reacción en la viscosidad de la base biolubricante.

De acuerdo con el análisis de varianza, para las viscosidades a 40 y 100 °C, todos los efectos principales fueron significativos, excepto el tiempo de reacción para las viscosidades a 40 °C. La viscosidad es la propiedad más importante en la caracterización de una base lubricante, ya que define su aplicación (Bart et al., 2013). En la síntesis de ésteres de poliol (PE) a base de POME, los mejores resultados en cuanto a contenido de triésteres de trimetilolpropano, que es el producto principal, se han catalogado como una base lubricante grado ISO VG 32 o 46 (28.8-50.6 cSt), además, su viscosidad a 100 °C cumple con el criterio normalmente aceptado (>4.1 cSt), rondando los 9 cSt (Hamid et al., 2016; Heikal et al., 2017; Koh et al., 2014; Mohd Nor et al., 2019; Yunus et al., 2005), por lo que un excelente rendimiento de la reacción de transesterificación inversa se puede traducir en un producto que se acerque o cumpla con estos criterios.

En la Figura 7 se expone la curva de efecto principal de viscosidad a 100 °C (Figura 7a) y 40 °C (Figura 7b) en función de la razón molar, la variable de mayor impacto sobre estas, y los promedios de la viscosidad observados experimentalmente en función de la razón molar, con el tiempo y la temperatura de reacción fijos en sus valores centrales.

Figura 7

Efecto de la razón molar sobre la viscosidad a 40 y 100 °C



Para garantizar el desplazamiento de la reacción global hacia productos se usa el POME en exceso, por lo que se espera que al aumentar la razón molar aumente el contenido de ésteres de poliol en el producto, por ende, la viscosidad. Sin embargo, la influencia del POME que no reaccionó (remanente) pudo tener un efecto adverso, funcionando como aditivo depresor de viscosidad. Como se observa, la viscosidad disminuye al aumentar la razón molar, esta tendencia se evidencia de 3.23:1 a 3.90:1, al seguir aumentando por encima de 3.90:1 esta parece perder su efecto hasta al menos 4.57:1. Yunus et al. (2003) estudiaron el efecto de esta variable sobre la producción de TMPTE a base de POME, concluyeron que una mayor razón molar conduce a una mayor producción de triésteres de trimetilolpropano, sin embargo, si se tenía en cuenta la cantidad de POME remanente, esta parecía anular el efecto sobre la composición de TMPTE en el producto,

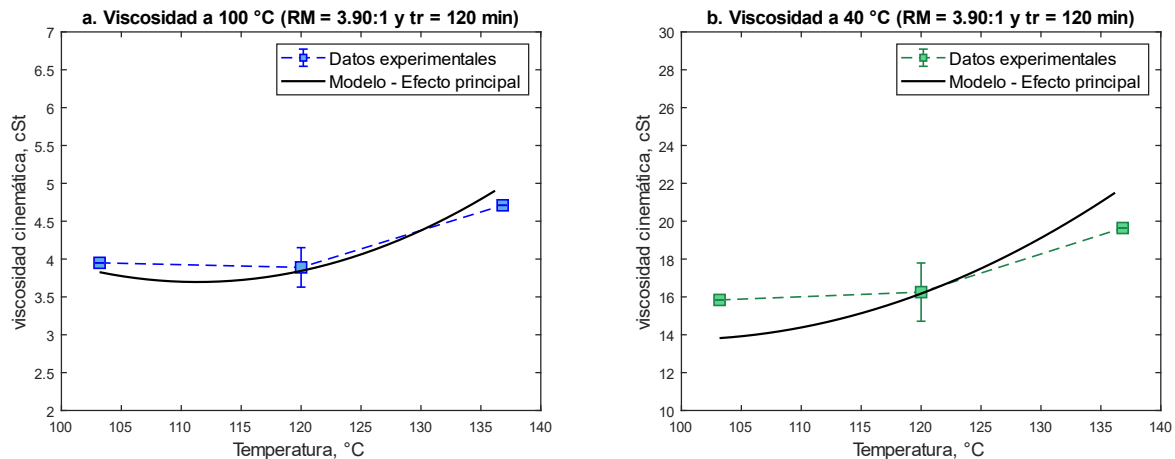
lo mismo se observa en los resultados de Sulaiman et al. (2007). La tendencia de la viscosidad a mantenerse constante entre 3.90:1 y 4.57:1 puede obedecer a una relación entre productos de reacción (monoésteres, diésteres y triésteres de trimetilolpropano) y POME remanente, sin embargo, se requiere conocer la composición del producto mediante un análisis de cromatografía.

Eventualmente se espera que a valores aún más altos de razón molar la viscosidad disminuya, debido al alto contenido de POME en el producto, por lo que el modelo pierde sentido a valores de RM mayores a 4.57:1. Operando con una carga de relación molar baja se obtiene un producto de mayor viscosidad, con potencial para cumplir con los criterios mencionados, esto evitaría etapas de separación de POME remanente posteriores. Sin embargo, la evaporación y arrastre de POME con el vacío, puede generar una disminución en la concentración de POME en el reactor, que hace que el equilibrio se desplace hacia reactivos, favoreciendo la formación del intermedio diésteres de trimetilolpropano (TMPDE), como ya lo informaron Yunus et al. (2003), por lo que una RM de 3.23:1 aunque generaría un producto con una viscosidad alta y un remanente de POME bajo, se encuentra demasiado cerca del límite operacional (3:1) estequiométrico.

En la Figura 8 se exponen las líneas del efecto principal de la temperatura de reacción y los valores experimentales en función de la temperatura a condiciones de razón molar y tiempo de reacción centrales. El efecto indica que la viscosidad aumenta con la temperatura de reacción, esto se traduce en una mayor concentración de ésteres de poliol en el producto. Entre 103-120 °C no hubo una variación considerable en la viscosidad, a temperaturas bajas se observó una baja solubilidad del TMP en el POME, lo que pudo limitar la transferencia de masa efectiva para la reacción de transesterificación inversa. Yunus et al. (2003) observaron que la cantidad de ésteres de poliol se mantenía constante en este rango de temperaturas, sin embargo, a temperaturas entre 120-140 °C, notaron un aumento marginal en el contenido de PE.

Figura 8

Efecto de la temperatura de reacción sobre la viscosidad a 40 y 100 °C



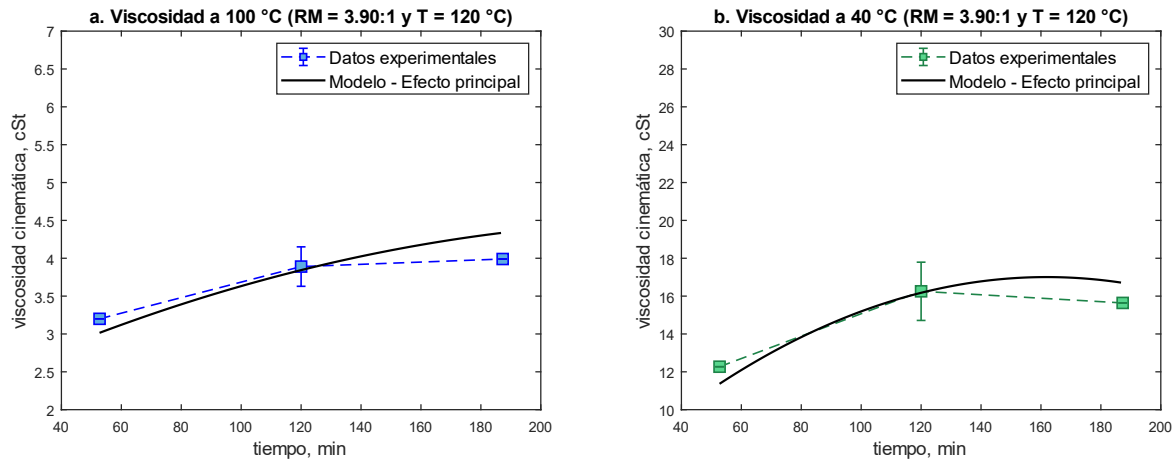
Las reacciones de transesterificación tienen dependencia de la temperatura, por lo que se puede mejorar el rendimiento de TMPTE aumentándola, permitiendo una mayor entrega de energía para superar la energía mínima de activación de la reacción (Koh et al., 2014), así mismo, las altas temperaturas permiten una mezcla POME/TMP homogénea, dando lugar a una transferencia de masa efectiva, que se ve reflejado en una mejor eficiencia de la reacción (Hamid et al., 2018), esto explica la tendencia de la viscosidad en el rango de 120-137 °C, donde notablemente la viscosidad aumenta, debido a una mayor concentración de PE en el producto. Aunque a temperaturas altas se consigue un producto de mayor viscosidad no se recomienda operar a estas condiciones, ya que el POME se puede evaporar y ser arrastrado por el vacío, lo que da lugar a una mayor formación de TMPDE, como lo han informado algunos investigadores (Hamid et al., 2018; Yunus et al., 2003), quienes recomiendan operar entre 120-130 °C.

La Figura 9 presenta el efecto del tiempo de reacción sobre la viscosidad, se muestran los gráficos de efecto principal ajustado por el modelo estadístico, y los valores obtenidos

experimentalmente, la razón molar y la temperatura se encuentran en sus valores centrales. Para la viscosidad a 40 °C el análisis de varianza determinó que el tiempo no tuvo un efecto significativo.

Figura 9

Efecto del tiempo de reacción sobre la viscosidad a 40 y 100 °C



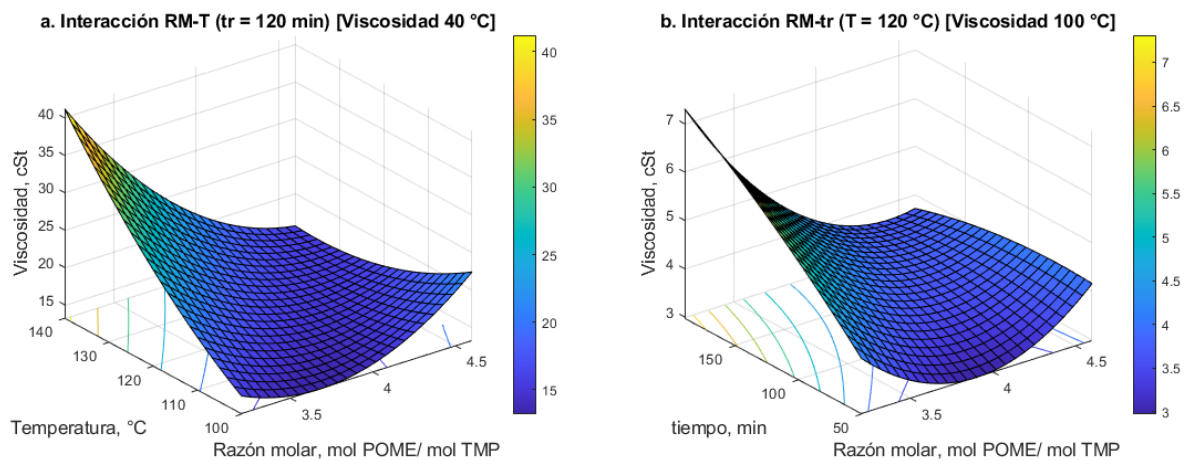
Se evidencia una tendencia de aumento de la viscosidad con el tiempo de reacción en los primeros intervalos de tiempo, sin embargo, como lo muestran las observaciones experimentales, después de 120 min el efecto se vuelve insignificante. Los resultados indican que, a estas condiciones, 120 min son suficientes para alcanzar el valor más alto de viscosidad, posiblemente debido a establecimiento del equilibrio químico, a la alta conversión del catalizador conforme avanza el tiempo o a la acumulación de metanol en el sistema, que ralentizan la reacción de transesterificación inversa. Yunus et al. (2004) en su estudio cinético demuestran el mecanismo de reacción de la RTI de POME con TMP catalizada con metóxido de sodio, en los primeros tiempos de reacción, los PE dominantes son TMPDE y TMPME (monoéster de trimetilolpropano), por lo que la viscosidad sería menor, en la tercera etapa de reacción se forman TMPTE, con el tiempo este aumenta en gran medida la concentración total de PE, lo que da como resultado un producto de mayor viscosidad.

Hamid et al. (2018) prevén que el metanol puede quedar atrapado en la mezcla de reacción, además la presencia de jabón graso dificulta su salida del sistema; la acumulación de este con el tiempo llega a ralentizar la tercera etapa de reacción, esto provoca una mayor concentración de PE intermedios y POME remanente en el producto (Sulaiman et al., 2007; Yunus et al., 2003). En este estudio se observó una baja o nula extracción de metanol después de cierto tiempo de iniciada la reacción, atribuida a la baja presión de succión y a lo previsto por Hamid et al. (2018). Por esto, no se recomiendan tiempos cortos de reacción, ya que el producto tendría baja concentración del PE principal, pero tampoco tiempos de reacción prologados, debido a la posible acumulación de metanol, se sugiere que tiempos de reacción intermedios, entre 80-160 min, son suficientes.

Los efectos de interacción estadísticamente significativos fueron razón molar-temperatura para viscosidades a 40 °C y tiempo de reacción-razón molar para viscosidades a 100 °C. La Figura 10 expone las superficies de respuesta simuladas a partir de los modelos estadísticos, que reflejan dicha interacción, el tiempo de reacción se mantuvo en 120 min para el efecto de la viscosidad a 40 °C (Figura 10a) y la temperatura a 120 °C para las viscosidades a 100 °C (Figura 10b).

Figura 10

Efectos de interacción para viscosidades a 40 °C y 100 °C



OBTENCIÓN DE UNA BASE BIOLUBRICANTE A PARTIR DE ACEITE DE PALMA 43

La superficie de interacción razón molar-temperatura (Figura 10a) muestra que, a razones molares bajas y temperaturas altas, se obtiene un producto con una viscosidad mayor, esto complementa la hipótesis de que a temperaturas altas la reacción de transesterificación inversa es dominante sobre las reacciones colaterales. El efecto de la temperatura es más notable a razones molares bajas, como ya se ha mencionado, por el posible efecto de dilución del POME remanente, a mayores razones molares se obtiene menores viscosidades. A altas razones molares (4.30:1-4.57:1) el efecto de la temperatura parece tener un efecto despreciable sobre la viscosidad, al igual, a temperaturas bajas, la razón molar tiene un impacto menor, en todo caso, las viscosidades a estas temperaturas están lejos de la categoría ISO VG deseada (32 o 46). Se recomienda operar a razones molares bajas, y temperaturas altas, para obtener un producto más viscoso, sin embargo, se deben tener en cuenta las limitaciones operacionales, no operar con razones molares muy próximas a la estequiométrica, ni a temperaturas demasiado elevadas.

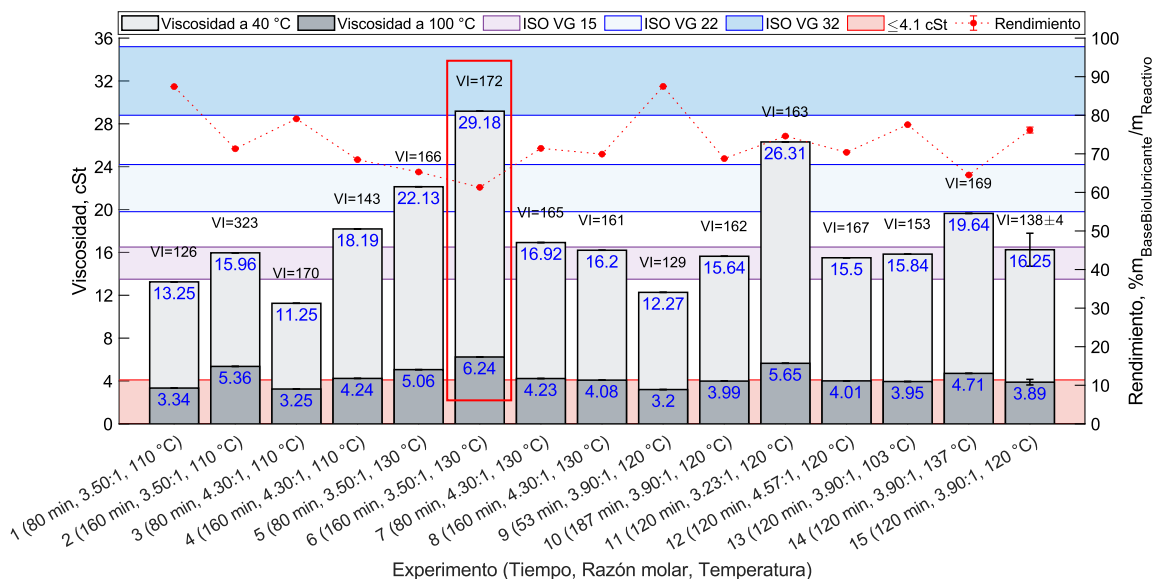
En la interacción razón molar-tiempo de reacción para las viscosidades a 100 °C (Figura 10b), se deduce que, para obtener un producto con una alta viscosidad a 100 °C, la operación se debe llevar a cabo a tiempos de reacción prolongados y razones molares bajas, debido a la mayor concentración de PE en el producto no purificado que se alcanza operando a estas condiciones. Además, a altas razones molares (4.30:1-4.57:1) el tiempo puede tener un efecto insignificante sobre la viscosidad y a tiempo cortos la razón molar tendría un efecto menor, resultando en ambos casos viscosidades por debajo o muy cerca de las deseadas (>4.1 cSt). Por ello, se recomienda operar a razones molares bajas y en tiempos de reacción relativamente prolongados para obtener una viscosidad aceptable a 100 °C, teniendo en cuenta las restricciones de operación que ya se han mencionado.

4.2.1 Selección de las mejores condiciones de operación y la mejor base lubricante producida.

La Figura 11 presenta los resultados que se obtuvieron en los 17 experimentos del diseño experimental, en cuanto a rendimiento, viscosidad a 40 y 100 °C e índice de viscosidad (VI).

Figura 11

Resultados del diseño experimental



Nota. El experimento 15 es el promedio de las tres réplicas hechas al punto central, el coeficiente de variación fue de 1.02, 6.70, 9.47 y 2.90 % para el rendimiento másico, viscosidad a 100 °C, a 40°C e índice de viscosidad, respectivamente. Estos valores son satisfactorios, dan una buena calificación de la reproducibilidad de la metodología.

Para escoger de entre las condiciones de reacción estudiadas el mejor tratamiento, se priorizó la viscosidad y el índice de viscosidad, optando por los valores más altos. Esto llevó a elegir el experimento 6 como la mejor base biolubricante, cuyas condiciones de reacción fueron: razón molar POME:TMP de 3.50:1, temperatura de reacción de 130 °C y tiempo de reacción de 160 min. Su viscosidad a 40 °C de 29.18 cSt lo cataloga como una base lubricante ISO VG 32, a

100 °C presenta una viscosidad de 6.24 cSt, superior a la recomendada a esta temperatura (>4.1 cSt) y un índice de viscosidad de 172. Esta combinación de condiciones favoreció las reacciones colaterales, como ya se ha discutido, dando un rendimiento másico de 61.32 % (% masa de base biolubricante/ masa de reactivos), resultado de la formación de 273.23 mg de FS/ g reactivo.

En términos generales las 17 bases biolubricantes sintetizadas presentaron un VI destacable, típico de bases de aceites naturales, superiores a las de origen mineral, cuyo valor ronda entre 90-100 (Rudnick, 2020), sin embargo, la mayoría presentó viscosidades muy bajas. Otros tratamientos que presentaron excelentes resultados fueron el experimento 5, este difiere de las condiciones de reacción del experimento 6 en el tiempo de reacción y se puede catalogar como una base lubricante ISO VG 22; y el experimento 11 que a pesar de tener una mejor relación propiedades deseadas / rendimiento, su razón molar se encuentra cerca de un límite operacional.

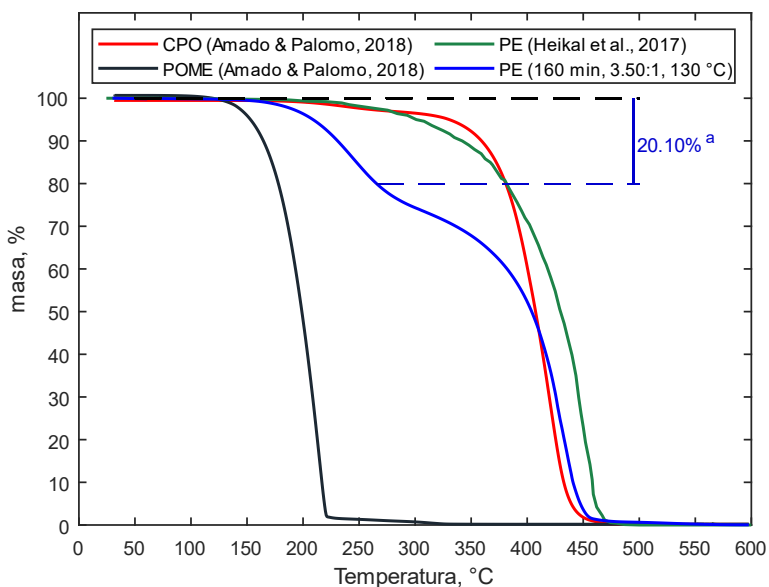
Para estimar la cantidad de ésteres de poliol presentes en la base lubricante seleccionada se hizo una prueba de cromatografía de gases (GC), se determinó que el 21.10 %p/p del producto era POME sin reaccionar, el 79.19 %p/p se asumió como PE. Esto se confirmó con una prueba de termogravimetría (TGA), como se muestra en la Figura 12, además se presentan las curvas de TGA para el material base (CPO), el POME del estudio de Amado & Palomo (2018) y el PE sintetizado por Heikal et al. (2017) proveniente de la misma materia prima.

La curva TGA para la base biolubricante (o PE) seleccionada presenta dos etapas de degradación térmica bajo una atmósfera inerte, la primera etapa atribuida al exceso de POME y la segunda correspondiente a los ésteres de poliol, terminada en 448 °C. Existe una mejora notable en la estabilidad térmica con respecto al POME, se infiere que con respecto al CPO también, sin embargo, la presencia de POME remanente impide un análisis más detallado. Heikal et al. (2017) afirman que una de las ventajas más significativa de la transesterificación inversa con un poliol, es

la mejora en la estabilidad térmica del lubricante a altas temperaturas, debido a la ausencia del β -hidrógeno que evita la autopolimerización para formar ácidos grasos libres, evidenciado en la curva TGA de su PE, con respecto a sustancias de su mismo origen (CPO y POME).

Figura 12

Curvas termogravimétricas



Nota. ^a Este valor corresponde a la masa del POME presente en el PE, determinada mediante GC.

La Tabla 5 presenta algunas propiedades de bases biolubricantes provenientes de aceite de palma, sintetizada en este estudio y por diversos investigadores. En los estudios seleccionados se elimina el POME remanente mediante destilación fraccionada al vacío, por lo que la viscosidad es notablemente más alta. En general, las propiedades de la base biolubricante obtenida con una presión de succión significativamente más baja, una menor razón molar y carga de catalizador, son comparables con las obtenidas en dichas investigaciones. Estas condiciones parecen ser ventajosas, ya que podrían implicar menor consumo de energía y cantidad de materias primas e insumos.

Tabla 5*Propiedades de bases biolubricantes a base de aceite de palma*

Propiedad	Unidad	Este estudio	(Yunus et al., 2005)	(Heikal et al., 2017)
Viscosidad @100 °C	cSt	6.24	9.80	7.58 10.87
Viscosidad @40 °C	cSt	29.18	49.7	38.25 50.33
VI	-	172	187	171 214
Punto de fluidez	°C	12	-1	5
TMPTE	%	79.9 (%PE)	93.2	97.4 97.8
Condiciones				
tiempo	min	160	60	240
Razón molar	mol POME /mol TMP	3.50:1	3.90:1	3.90:1
Temperatura	°C	130	120	130
Presión	mbar	150	20	66.6 13.3
%Catalizador	% p/p	0.75	0.90	0.90
Catalizador	-	CH ₃ NaO	CH ₃ NaO	CH ₃ NaO
Agitación	rpm	150	-	-
Mecanismo de reacción		RTI	RTI	RTI

Una de las mejoras más notables en lo que respecta a la materia prima base, el CPO, es el punto de fluidez (PP), sin embargo, sigue siendo un valor deficiente. La modificación química al aceite natural suprime la cristalización del triacilglicerol, pero no es suficiente para cumplir con los criterios a bajas temperaturas, en general, con los polioles no hay mucha mejora en los PP (Rudnick, 2020). La diferencia entre el PP más alto con respecto a las otras investigaciones puede deberse a la presencia de POME, en su estado puro este comienza a cristalizar cerca de los 15 °C. Por estos motivos, para su uso como base lubricante se recomienda la etapa de purificación del producto, ya que el remanente de POME puede afectar negativamente las propiedades de lubricación.

4.2.1 Comparación de las propiedades de la base biolubricante y algunas comerciales.

La Tabla 6 presenta las propiedades principales de dos lubricantes hidráulicos comerciales elaborados a partir de bases parafínicas y que contienen aditivos. Cuentan con igual clasificación de grado de viscosidad (ISO VG 32) a la base biolubricante seleccionada en esta investigación. Estos lubricantes se recomiendan para su uso en sistemas donde hay gran formación de depósitos, lodos y oxidación, donde se requiera separar pequeñas cantidades de agua y una excelente protección contra el desgaste. Se pueden usar en bombas de agua, equipos de minería, compresores de aire y en diversas máquinas en la industria del plástico (Biomax, 2019; Lubral, 2020).

Tabla 6

Base biolubricante y lubricantes minerales

Propiedad	Viscosidad cinemática @40 °C	Índice de viscosidad	Punto de fluidez (PP)
Unidad	cSt	-	°C
Este estudio	29.18	172	12
Lubral	32.00	102	-20
Biomax	33.00	105	-25

La viscosidad e índice de viscosidad son las propiedades más importantes de un lubricante (Bart et al., 2013). El alto VI de la base biolubricante indica una mejor relación viscosidad-temperatura en comparación con los lubricantes minerales, característica imprescindible para la gran mayoría de aplicaciones, donde las condiciones de operación son variables y se requiere incrementar la eficiencia energética, es decir, para una misma aplicación un VI alto implica una mejor calidad y desempeño del lubricante (Noria Corporation, 2013). El alto PP del biolubricante es una considerable desventaja, ya que acota su uso a temperaturas de operación o ambientales altas; este debe ser al menos 10 °C menor a la temperatura de operación prevista (Bart et al., 2013).

5. Conclusiones

La base biolubricante obtenida mediante transesterificación a partir de aceite crudo de palma mostró una viscosidad a 40 °C equivalente a la de un lubricante ISO VG 32. Comparada con un lubricante mineral, su índice de viscosidad es superior; pero el punto de fluidez es deficiente. Sin eliminar el reactivo en exceso, la viscosidad es menor y el punto de fluidez más alto que otras bases biolubricantes del mismo origen, pero el índice de viscosidad es comparable.

El biodiésel derivado de aceite crudo de palma esterificado, de origen colombiano, mostró cumplimiento con las especificaciones de la norma NTC 5444 en propiedades como densidad, viscosidad cinemática a 40°C, índice de acidez y %FAME. Estas propiedades aseguraron la calidad del biodiésel producido para su uso como reactivo en la producción de la base biolubricante, demostrando que el aceite crudo de palma es una materia prima eficaz para la obtención de biodiésel de alta calidad.

Las mejores condiciones para obtener una base biolubricante fueron: razón molar POME:TMP de 3.50:1, temperatura de 130 °C y un tiempo de reacción de 160 min; operando a presión de succión de 150 mbar y carga de catalizador de 0.75 %p/p. A estas condiciones se produjo una base lubricante catalogada como ISO VG 32, pero también se formaron 273.23 mg de jabón graso por gramo de reactivo, resultando en un rendimiento másico del 61.32 %.

La base biolubricante obtenida presentó un índice de viscosidad significativamente superior en comparación con un lubricante comercial de base mineral del mismo grado de viscosidad. No obstante, el punto de fluidez deficiente sugiere que el biolubricante sin modificaciones no es adecuado para aplicaciones a temperaturas bajas y moderadas, esto resalta la necesidad de aditivos, especialmente depresores del punto de fluidez.

6. Recomendaciones

Para estudios posteriores, se recomienda optimizar el proceso de obtención de la base biolubricante, usando como variables respuesta el contenido de triéster de trimetilolpropano y la cantidad de jabón graso formado, con la finalidad de maximizar la cantidad de triéster y minimizar la cantidad del producto indeseado.

Se sugiere emplear métodos de separación más adecuados para eliminar el catalizador y jabón graso de la base biolubricante, tales como filtrado al vacío.

Se recomienda la incorporación de una etapa adicional de eliminación de biodiésel remanente para las mejores bases biolubricantes y realizar otras caracterizaciones como: punto de inflamación, estabilidad oxidativa, estabilidad térmica, entre otras.

Explorar el uso de aditivos específicos para mejorar el punto de fluidez del biolubricante, para asegurar que el lubricante mantenga su funcionalidad en bajas temperaturas.

Llevar a cabo un análisis de ciclo de vida para evaluar el impacto ambiental de la producción y uso del biolubricante en comparación con lubricantes de base mineral. Además, realizar un estudio económico preliminar para evaluar la viabilidad comercial y los beneficios económicos de la adopción de biolubricantes en la industria.

Referencias Bibliográficas

- Aluyor, E., & Ori-jesu, M. (2009). Biodegradation of mineral oils – A review. *African Journal of Biotechnology*, 8(6).
https://academicjournals.org/article/article1379770460_Aluyor%20and%20Ori-jesu.pdf
- Amado, K. J., & Palomo, D. (2018). *Obtención, caracterización y análisis de biodiésel a partir de aceite crudo de palma africana* [Universidad Industrial de Santander].
<https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/39020>
- American Society for Testing and Materials. (2016). *Standard Practice for Calculating Viscosity Index from Kinematic Viscosity at 40 °C and 100 °C* (ASTM D2270-10).
- American Society for Testing and Materials. (2018). *Standard Classification of Industrial Fluid Lubricants by Viscosity System* (ASTM D2422-97).
- American Society for Testing and Materials. (2022). *Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products* (ASTM D97-17b).
- American Society for Testing and Materials. (2023). *Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)* (ASTM D445-23).
- Asociación Española de Normalización y Certificación. (2004). *Petróleo crudo y productos petrolíferos líquidos o sólidos. Determinación de la densidad o de la densidad relativa. Métodos del picnómetro de tapón capilar y del picnómetro bicapilar graduado*. (UNE-EN ISO 3838).

- Asociación Española de Normalización y Certificación. (2017). *Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación de la masa convencional por volumen (peso libre en el aire)*. (UNE-EN ISO 6883).
- Asociación Española de Normalización y Certificación. (2020a). *Aceites y grasas de origen animal y vegetal Determinación del índice de acidez y de la acidez* (UNE EN ISO 660).
- Asociación Española de Normalización y Certificación. (2020b). *Derivados de aceites y grasas. Ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME). Determinación de los contenidos en éster y en éster metílico del ácido linolénico*. (UNE-EN 14103).
- Asociación Española de Normalización y Certificación. (2021). *Derivados de aceites y grasas. Ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME). Determinación del índice de acidez*. (UNE-EN 14104).
- Avellaneda, F. A. (2010). *Producción y caracterización de biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal* [Universitat Rovira i Virgili]. <http://hdl.handle.net/10803/8588>
- Aziz, N. A. M., Hamid, H. A., Yunus, R., Abbas, Z., Omar, R., Rashid, U., & Syam, A. M. (2020). Kinetics and thermodynamics of synthesis of palm oil-based trimethylolpropane triester using microwave irradiation. *Journal of Saudi Chemical Society*, 24(8), 552–566. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2020.05.006>
- Ballesteros, M., & Escandon, D. (2018). *Síntesis y carecterización de una base biolubricante a partir de aceite de ricino trimetilolpropano* [Universidad Industrial de Santander]. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/39059>
- Bart, J., Gucciardi, E., & Cavallaro, S. (2013). *Biolubricants : Science and Technology* (1a ed.). Elsevier Science & Technology.

- Biomax. (2019). *Uno Lubricantes*. <https://www.biomax.co/wp-content/uploads/2019/05/ficha-tecnica-24.pdf>
- Bremmer, B., & Plonsker, L. (2008). Bio-based Lubricants: A Market Opportunity Study Update. *United Soybean Board*.
- Camargo, C. (2022). *Obtención de una base biolubricante a partir de aceites transesterificados de las grasas animales (sebos) provenientes de la industria bovina* [Universidad Industrial de Santander]. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/9859>
- Cecilia, J. A., Ballesteros Plata, D., Alves Saboya, R. M., de Luna, F. M., Cavalcante, C. L., & Rodríguez-Castellón, E. (2020). An overview of the biolubricant production process: Challenges and future perspectives. *Processes*, 8(3). <https://doi.org/10.3390/pr8030257>
- Chang, T.-S., Masood, H., Yunus, R., Rashid, U., Choong, T. S. Y., & Biak, D. R. A. (2012). Activity of calcium methoxide catalyst for synthesis of high oleic palm oil based trimethylolpropane triesters as lubricant base stock. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(15), 5438–5442. <https://doi.org/10.1021/ie2028365>
- Clayden, J., Greeves, N., Warren, S., & Wothers, P. (2001). *Organic chemistry* (1a ed.). Oxford University Press.
- Federación Nacional de Cultivadores de Palma de Aceite. (2021, junio 30). *La palma de aceite en Colombia*. <https://repositorio.fedepalma.org/handle/123456789/141268#page=1>
- Freedman, B., Pryde, E. H., & Mounts, T. L. (1984). Variables affecting the yields of fatty esters from transesterified vegetable oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 61(10), 1638–1643. <https://doi.org/10.1007/BF02541649>

- Gerbig, Y., Ahmed, S. I. -U., Gerbig, F. A., & Haefke, H. (2004). Suitability of vegetable oils as industrial lubricants. *Journal of Synthetic Lubrication*, 21(3), 177–191. <https://doi.org/10.1002/jsl.3000210302>
- Hamdan, S. H., Chong, W. W. F., Ng, J.-H., Chong, C. T., & Zhang, H. (2018). Nano-tribological characterisation of palm oil-based trimethylolpropane ester for application as boundary lubricant. *Tribology International*, 127, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2018.05.036>
- Hamid, H. A., Yunus, R., Rashid, T. D. U., Choong, T., Ali, S., & Muhammad Syam, A. (2018). Synthesis Study of High Oleic Palm Oil-based Trimethylolpropane Triesters: Response Surface Methodology Based Optimization. *Chiang Mai Journal of Science*, 45.
- Hamid, H. A., Yunus, R., Rashid, U., Choong, T. S. Y., Ali, S., & Syam, A. M. (2016). Synthesis of high oleic palm oil-based trimethylolpropane esters in a vacuum operated pulsed loop reactor. *Fuel*, 166, 560–566. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.11.022>
- Heikal, E. K., Elmelawy, M. S., Khalil, S. A., & Elbasuny, N. M. (2017). Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils. *Egyptian Journal of Petroleum*, 26(1), 53–59. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2016.03.003>
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas. (2017). *Grasas y aceites. Aceite crudo de palma africana (elaeis guineensis)*. (NTC 341).
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas. (2019). *Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de saponificación*. (NTC 335).
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas. (2020). *Biodiesel para uso en motores diésel. Especificaciones*. (NTC 5444).
- Jalaluddin, J., Ginting, Z., Maliki, S., Setiawan, A., & Zulfa, Z. (2022). Biodiesel Production from Crude Palm Oil Using Kapok Skin KOH (Ceiba Pentandra) Catalyst as Solid Green Catalyst.

Journal of Ecological Engineering, 23(5), 286–292.

<https://doi.org/10.12911/22998993/147404>

Knothe, G., Van Gerpen, J., & Krahl, J. (2010). *Biodiesel Handbook (2nd Edition)* (2a ed.). AOCS Press. [https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpBHE00008/biodiesel-handbook-](https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpBHE00008/biodiesel-handbook-2nd/biodiesel-handbook-2nd)

[2nd/biodiesel-handbook-2nd](https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpBHE00008/biodiesel-handbook-2nd/biodiesel-handbook-2nd)

Koh, M. Y., Mohd. Ghazi, T. I., & Idris, A. (2014). Synthesis of palm based biolubricant in an oscillatory flow reactor (OFR). *Industrial Crops and Products*, 52, 567–574.

<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.10.042>

Krzemińska, S., & Irzmańska, E. (2011). Zagrozenie olejami mineralnymi na stanowiskach pracy oraz nowe rozwiazania polimerowych materiałów ochronnych w wybranych środkach ochrony indywidualnej [Exposure to mineral oils at worksites and novel polymer protective materials solutions in selected personal protective equipment]. *Medycyna pracy*, 62(4), 435–443.

Laajimi, H., Zorainy, M. Y., Schieppati, D., & Boffito, D. C. (2023). Sonocatalytic Biodiesel Transesterification to Produce a Lubricant. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 62(1), 267–278. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.2c03766>

Lagos, L., & Rojas, G. (2018). *Obtención de un biolubricante por catálisis heterogénea mediante la transesterificación del aceite de higuierilla con trimetilolpropano* [Universidad Industrial de Santander]. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/39016>

Leung, D. Y. C., Wu, X., & Leung, M. K. H. (2010). A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Applied Energy*, 87(4), 1083–1095.

<https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.10.006>

- Lubral. (2020). *Aceite Hidráulico Alto Desempeño ISO VG 32*.
<https://tienda.lubral.com/products/lubral-hidraulico-alto-desempeno>
- Madanhire, I., & Mbohwa, C. (2016). *Mitigating Environmental Impact of Petroleum Lubricants*. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-31358-0>
- McNutt, J., & He, Q. (Sophia). (2016). Development of biolubricants from vegetable oils via chemical modification. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 36, 1–12.
<https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.02.008>
- Mohd Nor, N., Derawi, D., & Salimon, J. (2019). *Esterification and evaluation of palm oil as biolubricant base Stock*.
https://www.researchgate.net/publication/354006508_Esterification_and_Evaluation_of_Palm_Oil_as_Biolubricant_Base_Stock
- Noria Corporation. (2013). *No ignore el índice de viscosidad cuando seleccione un lubricante*.
<https://noria.mx/lube-learn/lubricacion-maquinaria-lube-learn/certificacion-mlti/no-ignore-el-indice-de-viscosidad-cuando-seleccione-un-lubricante/>
- Nowak, P., Kucharska, K., & Kamiński, M. (2019). Ecological and health effects of lubricant oils emitted into the environment. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 16(16), 3002. <https://doi.org/10.3390/ijerph16163002>
- PalmaSana y Productiva. (2024). 2023: récord en productividad de aceite de palma en Colombia. *El Palmicultor*. <https://elpalmicultor.fedepalma.org/2023-record-en-productividad-de-aceite-de-palma-en-colombia/>
- Pasqualino, J. C. (2006). *Cynara cardunculus as an alternative crop for biodiesel production* [Universitat Rovira i Virgili]. <http://hdl.handle.net/10803/8545>

- Patterson, H. B. W. (2011). Quality and Control. En *Hydrogenation of Fats and Oils* (pp. 329–350). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-1-893997-93-6.50018-X>
- Pulido, H. G., De La Vara Salazar, R., Carrasco, A. C., & Sánchez, M. O. (2008). *Análisis y diseño de experimentos*.
- Rivera, D. A., & Tello, P. A. (2018). *Obtención de biolubricantes a partir de una grasa residual de la industria avícola* [Universidad Industrial de Santander]. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/38999>
- Rizvi, S. Q. A. (2011). *A Comprehensive Review of Lubricant Chemistry, Technology, Selection, and Design*.
- Rudnick, L. R. (2020). *Synthetics, Mineral Oils, and Bio-Based Lubricants*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781315158150>
- Shrivastava, S., Prajapati, P., Virendra, Srivastava, P., Lodhi, A. P. S., Kumar, D., Sharma, V., Srivastava, S. K., & Agarwal, D. D. (2023). Chemical transesterification of soybean oil as a feedstock for stable biodiesel and biolubricant production by using Zn Al hydrotalcites as a catalyst and perform tribological assessment. *Industrial Crops and Products*, 192, 116002. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.116002>
- Sierra, Y. (2023). Supply chain report investigates deforestation tied to palm growing in Colombia. *Mongabay*. <https://news.mongabay.com/2023/08/supply-chain-report-investigates-deforestation-tied-to-palm-growing-in-colombia/>
- Sulaiman, S., Luqman Chuah, A., & Fakhru'l-Razi, A. (2007). Batch production of trimethylolpropane ester from palm oil as lubricant base stock. *Journal of Applied Sciences*, 7. <https://doi.org/10.3923/jas.2007.2002.2005>

- Syahir, A. Z., Zulkifli, N. W. M., Masjuki, H. H., Kalam, M. A., Alabdulkarem, A., Gulzar, M., Khuong, L. S., & Harith, M. H. (2017). A review on bio-based lubricants and their applications. *Journal of Cleaner Production*, *168*, 997–1016. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.09.106>
- United States Department of Agriculture. (2023, diciembre 11). *Production - Palm Oil*. <https://fas.usda.gov/data/production/commodity/4243000>
- United States Environmental Protection Agency. (2011). *Environmentally Acceptable Lubricants*. https://www3.epa.gov/npdes/pubs/vgp_environmentally_acceptable_lubricants.pdf
- Václav, Š., & Václav, V. (1992). *Lubricants and special fluids* (Vol. 23). ELSEVIER.
- Voora, V., Bermúdez, S., Joy, J., Larrea, C., & Luna, E. (2023). Palm oil prices and sustainability. *International Institute for Sustainable Development*. <https://www.iisd.org/system/files/2023-06/2023-global-market-report-palm-oil.pdf#:~:text=URL%3A%20https%3A%2F%2Fwww.iisd.org%2Fsystem%2Ffiles%2F2023>
- Wafti, N. S. A., Yunus, R., Lau, H. L. N., Yaw, T. C. S., & Aziz, S. A. (2021). Immobilized lipase-catalyzed transesterification for synthesis of biolubricant from palm oil methyl ester and trimethylolpropane. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, *44*(11), 2429–2444. <https://doi.org/10.1007/s00449-021-02615-6>
- Yunus, R., Fakhru'I-Razi, A., Ooi, T. L., Biak, D. R. A., & Iyuke, S. E. (2004). Kinetics of transesterification of palm-based methyl esters with trimethylolpropane. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, *81*(5), 497–503. [https://doi.org/10.1007/s11746-004-0930-](https://doi.org/10.1007/s11746-004-0930-7)

- Yunus, R., Fakhru'l-Razi, A., Ooi, T. L., Iyuke, S., & Idris, A. (2003). Development of optimum synthesis method for transesterification of palm oil methyl esters and trimethylolpropane to environmentally acceptable palm oil-based lubricant. *J. Oil Palm Res.*, *15*, 35–41.
- Yunus, R., Fakhru'l-Razi, A., Ooi, T., Omar, R., & Idris, A. (2005). Synthesis of Palm Oil Based Trimethylolpropane Esters with Improved Pour Points. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *42*(22), 8178–8183. <https://doi.org/10.1021/ie050530+>
- Yurkanis, P. B. (2008). *Química orgánica* (5a ed.). Pearson Educación.
- Zeng, H. (2013). *Polymer adhesion, friction, and lubrication*. John Wiley & Sons, Incorporated. <http://ebookcentral.proquest.com/lib/bibliouis-ebooks/detail.action?docID=1124639>

Apéndices

Apéndice A. Análisis de varianza para el rendimiento másico y viscosidades

A.1. Análisis de varianza para el rendimiento másico

Figura 13

Informe estadístico de Minitab para el rendimiento másico

ANOVA Rendimiento

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	9	799.587	88.843	17.36	0.001
Lineal	3	562.990	187.663	36.68	0.000
tr	1	296.487	296.487	57.95	0.000
RM	1	0.901	0.901	0.18	0.687
T	1	265.603	265.603	51.91	0.000
Cuadrado	3	88.361	29.454	5.76	0.026
tr*tr	1	0.686	0.686	0.13	0.725
RM*RM	1	34.285	34.285	6.70	0.036
T*T	1	56.584	56.584	11.06	0.013
Interacción de 2 factores	3	148.235	49.412	9.66	0.007
tr*RM	1	7.980	7.980	1.56	0.252
tr*T	1	56.339	56.339	11.01	0.013
RM*T	1	83.916	83.916	16.40	0.005
Error	7	35.816	5.117		
Falta de ajuste	5	34.619	6.924	11.57	0.081
Error puro	2	1.197	0.598		
Total	16	835.403			

Ecuación de regresión en unidades no codificadas

$$\begin{aligned} \% \text{Rendimiento, \%} &= 168 - 1.194 \text{ tr} - 19.7 \text{ RM} + 0.89 \text{ T} + 0.000155 \text{ tr}^* \text{tr} - 10.98 \text{ RM}^* \text{RM} \\ &\quad - 0.02201 \text{ T}^* \text{T} + 0.0624 \text{ tr}^* \text{RM} + 0.00663 \text{ tr}^* \text{T} + 0.810 \text{ RM}^* \text{T} \end{aligned}$$

Resumen del modelo

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
2.26198	95.71%	90.20%	68.13%

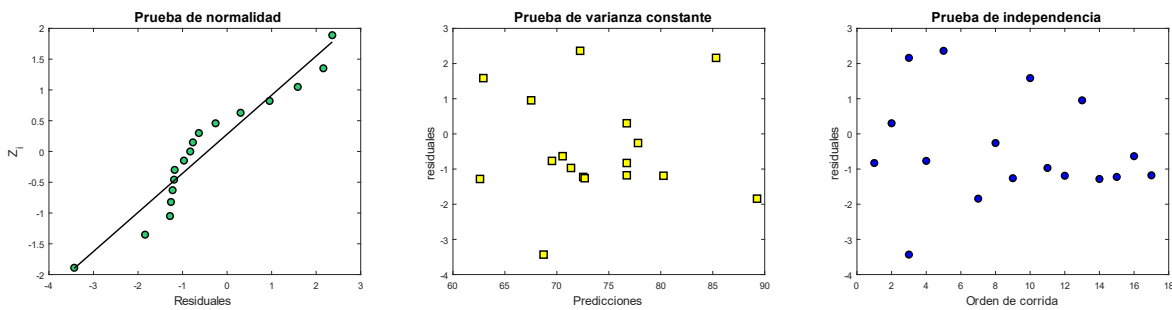
Tabla 7

Resultados de rendimiento del diseño experimental y predicciones del modelo

tr, min	RM, mol/mol	T, °C	Experimental	Predicción	error relativo, %
			Rendimiento, %	Rendimiento, %m/m	
80	3.50	110	87.42	89.26	-2.10
160	3.50	110	71.31	72.53	-1.71
80	4.30	110	79.07	80.26	-1.50
160	4.30	110	68.48	67.53	1.39
80	3.50	130	65.29	68.72	-5.25
160	3.50	130	61.32	62.60	-2.09
80	4.30	130	71.42	72.68	-1.76
160	4.30	130	69.92	70.55	-0.90
53	3.90	120	87.48	85.32	2.47
187	3.90	120	68.76	69.53	-1.12
120	3.23	120	74.60	72.24	3.16
120	4.57	120	70.39	71.36	-1.38
120	3.90	103	77.55	77.81	-0.34
120	3.90	137	64.51	62.92	2.46
120	3.90	120	75.90	76.73	-1.09
120	3.90	120	75.55	76.73	-1.56
120	3.90	120	77.03	76.73	0.39

Figura 14

Verificación de supuestos para el rendimiento másico



Nota. Para la normalidad se confirmó el supuesto mediante la prueba de Shapiro-Wilks.

A.2. Análisis de varianza para la viscosidad a 40°C

Figura 15

Informe estadístico de Minitab para la viscosidad a 40 °C

ANOVA viscosidad 40 °C

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	9	304.736	33.860	5.35	0.019
Lineal	3	205.354	68.451	10.82	0.005
tr	1	34.356	34.356	5.43	0.053
RM	1	95.569	95.569	15.11	0.006
T	1	75.429	75.429	11.93	0.011
Cuadrado	3	54.026	18.009	2.85	0.115
tr*tr	1	6.359	6.359	1.01	0.349
RM*RM	1	32.904	32.904	5.20	0.057
T*T	1	3.846	3.846	0.61	0.461
Interacción de 2 factores	3	45.356	15.119	2.39	0.154
tr*RM	1	1.566	1.566	0.25	0.634
tr*T	1	1.378	1.378	0.22	0.655
RM*T	1	42.412	42.412	6.71	0.036
Error	7	44.272	6.325		
Falta de ajuste	5	39.536	7.907	3.34	0.246
Error puro	2	4.736	2.368		
Total	16	349.008			

Ecuación de regresión en unidades no codificadas

$$\text{Viscosidad}_{40, \text{cSt}} = -49 + 0.386 \text{ tr} - 18.1 \text{ RM} + 1.23 \text{ T} - 0.000473 \text{ tr}^* \text{tr} + 10.75 \text{ RM}^* \text{RM} + 0.00574 \text{ T}^* \text{T} - 0.0277 \text{ tr}^* \text{RM} - 0.00104 \text{ tr}^* \text{T} - 0.576 \text{ RM}^* \text{T}$$

Resumen del modelo

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
2.51488	87.31%	71.01%	2.34%

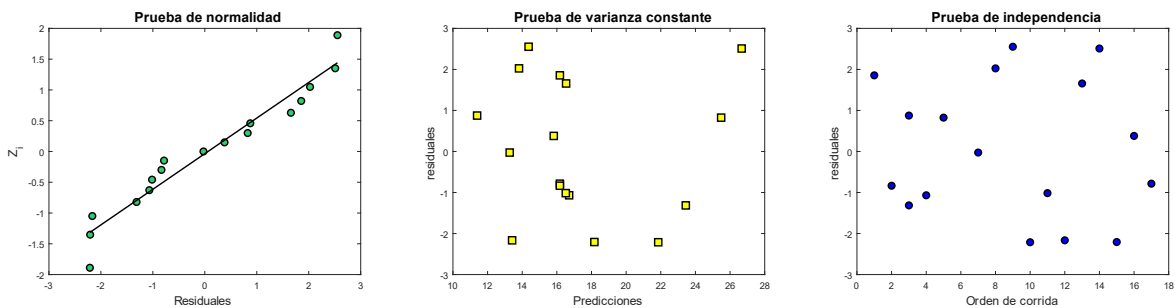
Tabla 8

Resultados de viscosidad a 40 °C del diseño experimental y predicciones del modelo

tr, min	RM, mol/mol	T, °C	Experimental	Predicción	error relativo, %
			Viscosidad, cSt	Viscosidad, cSt	
80	3.50	110	13.25	13.28	-0.23
160	3.50	110	15.96	18.17	-13.85
80	4.30	110	11.25	13.42	-19.29
160	4.30	110	18.19	16.53	9.13
80	3.50	130	22.13	23.44	-5.92
160	3.50	130	29.18	26.67	8.60
80	4.30	130	16.92	14.37	15.07
160	4.30	130	16.20	15.82	2.35
53	3.90	120	12.27	11.39	7.17
187	3.90	120	15.64	16.71	-6.84
120	3.23	120	26.31	25.49	3.12
120	4.57	120	15.50	16.52	-6.58
120	3.90	103	15.84	13.81	12.82
120	3.90	137	19.64	21.85	-11.25
120	3.90	120	18.03	16.17	10.32
120	3.90	120	15.39	16.17	-5.07
120	3.90	120	15.34	16.17	-5.41

Figura 16

Verificación de supuestos para la viscosidad a 40 °C



A.3. Análisis de varianza para la viscosidad a 100°C

Figura 17

Informe estadístico de Minitab para la viscosidad a 100 °C

ANOVA viscosidad 100 °C

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	9	11.0271	1.22524	12.97	0.001
Lineal	3	7.2702	2.42340	25.66	0.000
tr	1	2.1133	2.11329	22.37	0.002
RM	1	3.5457	3.54566	37.54	0.000
T	1	1.6112	1.61124	17.06	0.004
Cuadrado	3	2.1747	0.72489	7.67	0.013
tr*tr	1	0.0393	0.03928	0.42	0.540
RM*RM	1	1.6109	1.61093	17.05	0.004
T*T	1	0.4463	0.44631	4.72	0.066
Interacción de 2 factores	3	1.5823	0.52743	5.58	0.028
tr*RM	1	0.6962	0.69620	7.37	0.030
tr*T	1	0.4901	0.49005	5.19	0.057
RM*T	1	0.3960	0.39605	4.19	0.080
Error	7	0.6612	0.09446		
Falta de ajuste	5	0.5254	0.10508	1.55	0.437
Error puro	2	0.1358	0.06790		
Total	16	11.6884			

Ecuación de regresión en unidades no codificadas

$$\begin{aligned} \text{Viscosidad}_{100, \text{cSt}} = & 23.8 + 0.1649 \text{ tr} - 10.95 \text{ RM} - 0.144 \text{ T} - 0.000037 \text{ tr*tr} \\ & + 2.380 \text{ RM*RM} + 0.001954 \text{ T*T} - 0.01844 \text{ tr*RM} - 0.000619 \text{ tr*T} \\ & - 0.0556 \text{ RM*T} \end{aligned}$$

Resumen del modelo

S	R-cuadrado	R-cuadrado(ajustado)	R-cuadrado (pred)
0.307341	94.34%	87.07%	63.10%

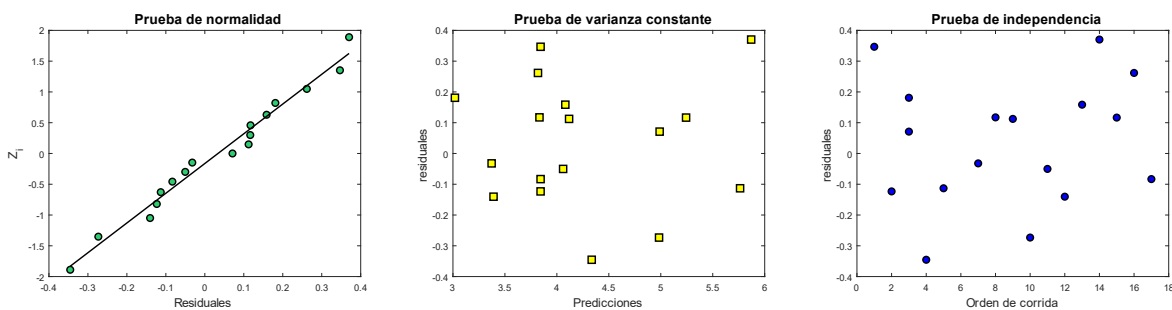
Tabla 9

Resultados de viscosidad a 100 °C del diseño experimental y predicciones del modelo

tr, min	RM. mol/mol	T, °C	Experimental	Predicción	error relativo, %
			Viscosidad, cSt	Viscosidad, cSt	
80	3.50	110	3.34	3.37	-0.90
160	3.50	110	5.36	5.24	2.24
80	4.30	110	3.25	3.39	-4.31
160	4.30	110	4.24	4.08	3.77
80	3.50	130	5.06	4.99	1.38
160	3.50	130	6.24	5.87	5.93
80	4.30	130	4.23	4.12	2.60
160	4.30	130	4.08	3.82	6.37
53	3.90	120	3.20	3.02	5.63
187	3.90	120	3.99	4.34	-8.77
120	3.23	120	5.65	5.76	-1.95
120	4.57	120	4.01	4.06	-1.25
120	3.90	103	3.95	3.83	3.04
120	3.90	137	4.71	4.98	-5.73
120	3.90	120	4.19	3.84	8.35
120	3.90	120	3.76	3.84	-2.13
120	3.90	120	3.72	3.84	-3.23

Figura 18

Verificación de supuestos para la viscosidad a 100 °C



Apéndice B. Cálculos estequiométricos.

B.1. Reacción de esterificación: Los cálculos estequiométricos para la reacción de esterificación se determinaron de la siguiente forma.

Cantidad de metanol: La cantidad de metanol requerido para llevar a cabo la reacción de esterificación se determinó con la ecuación 1, para una razón molar CH₃OH:CPO de 6:1.

$$V_{CH_3OH} = m_{CPO} \left(\frac{1 \text{ mol CPO}}{849.1929 \text{ g CPO}} \right) \left(\frac{6 \text{ mol CH}_3\text{OH}}{1 \text{ mol CPO}} \right) \left(\frac{32.04 \text{ g CH}_3\text{OH}}{1 \text{ mol CH}_3\text{OH}} \right) \left(\frac{1 \text{ ml CH}_3\text{OH}}{0.792 \text{ g CH}_3\text{OH}} \right) \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde:

V_{CH_3OH} = Volumen en ml de metanol.

m_{CPO} = masa en g de aceite crudo de palma.

Cantidad de ácido sulfúrico: La cantidad de ácido sulfúrico, como catalizador, requerido para la reacción de esterificación, con una carga de catalizador de 0.5 %v/v (basado en el volumen de aceite) se determinó de acuerdo con la ecuación 2.

$$V_{H_2SO_4} = m_{CPO} \left(\frac{1 \text{ ml CPO}}{0.912 \text{ g CPO}} \right) \left(\frac{0.5 \text{ ml H}_2\text{SO}_4}{100 \text{ ml CPO}} \right) \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde:

$V_{H_2SO_4}$ = Volumen en ml de ácido sulfúrico.

m_{CPO} = masa en g de aceite crudo de palma.

B.2. Reacción de transesterificación: Los cálculos de las cantidades requeridas para la reacción de transesterificación se calcularon como sigue.

Cantidad de metanol: La cantidad de metanol requerido para llevar a cabo la reacción de transesterificación se determinó con la ecuación 3, para una razón molar $\text{CH}_3\text{OH}:\text{CEPO}$ de 6:1.

$$V_{\text{CH}_3\text{OH}} = m_{\text{CEPO}} \left(\frac{1 \text{ mol CPO}}{849.1929 \text{ g CPO}} \right) \left(\frac{6 \text{ mol CH}_3\text{OH}}{1 \text{ mol CPO}} \right) \left(\frac{32.04 \text{ g CH}_3\text{OH}}{1 \text{ mol CH}_3\text{OH}} \right) \left(\frac{1 \text{ ml CH}_3\text{OH}}{0.792 \text{ g CH}_3\text{OH}} \right) \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde:

$V_{\text{CH}_3\text{OH}}$ = Volumen de metanol en ml.

m_{CEPO} = masa en g de aceite crudo de palma esterificado.

Cantidad de hidróxido de sodio: La masa de hidróxido de potasio (KOH), como catalizador, requerido para la reacción de transesterificación, se determinó con la ecuación 4, para una carga de 0.45 %p/p (basado en el peso del aceite).

$$m_{\text{KOH}} = m_{\text{CEPO}} \left(\frac{0.45 \text{ g KOH}}{100 \text{ g CEPO}} \right) \left(\frac{100 \text{ g}}{87 \text{ g}} \right) + \frac{AV \times m_{\text{CEPO}}}{1000} \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde:

m_{KOH} = masa en g de hidróxido de potasio.

m_{CEPO} = masa en g de aceite crudo de palma esterificado.

AV = Índice de acidez del aceite crudo de palma esterificado.

B.3. Reacción de transesterificación inversa: Las cantidades requeridas para la reacción de transesterificación inversa se hicieron como se presenta a continuación:

Cantidad de trimetilpropano: La cantidad de trimetilpropano (TMP) requerido para la reacción de transesterificación inversa se calculó con la ecuación 5.

$$m_{TMP} = m_{POME} \left(\frac{1 \text{ mol } POME}{M_{POME}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol } TMP}{RM} \right) \left(\frac{134.1736 \text{ g } TMP}{1 \text{ mol } TMP} \right) \left(\frac{100 \text{ g}}{97 \text{ g } TMP} \right) \quad (\text{Ec. 5})$$

Donde:

m_{TMP} = masa en g de trimetilpropano.

m_{POME} = masa en g de biodiésel de aceite de palma.

M_{POME} = peso molecular del biodiésel de aceite de palma.

RM = razón molar de POME:TMP en mol POME/ mol TMP.

Cantidad de metóxido de sodio: La cantidad de la solución de metóxido de sodio (CH_3NaO) sodio al 30 %v/v en metanol que se requiere para la reacción de transesterificación inversa, con una carga de 0.75 %p/p (basado en la masa de los reactivos) se determinó con la ecuación 6.

$$V_{CH_3NaO} = (m_{POME} + m_{TMP}) \left(\frac{0.75 \text{ g } CH_3NaO}{100 \text{ g}} \right) \left(\frac{1 \text{ ml}}{0.97 \text{ g}} \right) \quad (\text{Ec. 6})$$

Donde:

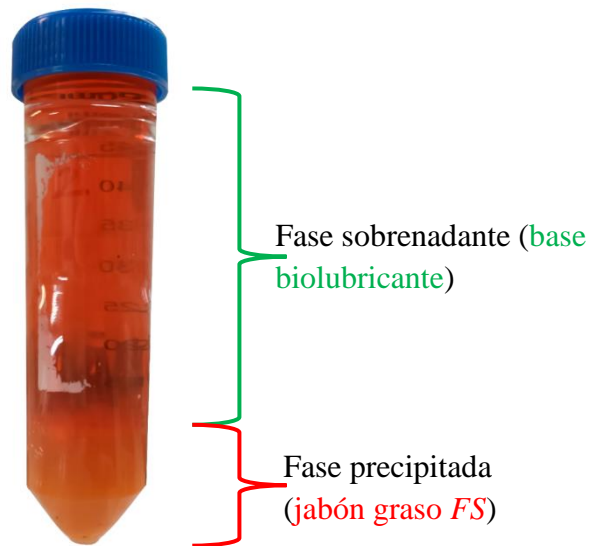
V_{CH_3NaO} = Volumen en ml de la solución de metóxido de sodio.

Apéndice C. Determinación del rendimiento másico y la cantidad de jabón graso.

La Figura 19 muestra el producto de la reacción de transesterificación inversa después del proceso de centrifugado.

Figura 19

Producto de reacción después de la centrifugación



Rendimiento másico: el rendimiento másico se determinó con la ecuación 7.

$$\%Rendimiento = \frac{m_{Liquido}}{m_{POME} + m_{TMP}} * 100 \quad (\text{Ec. 7})$$

Donde:

$m_{Liquido}$ = masa en g de la fase sobrenadante después de la centrifugación

Jabón graso: La cantidad de jabón graso formado se calculó de acuerdo con la ecuación 8.

$$FS = \left(\frac{m_{Sólido}}{m_{POME} + m_{TMP}} \right) \left(\frac{1000 \text{ mg FS}}{1 \text{ g FS}} \right) \quad (\text{Ec. 8})$$

Donde:

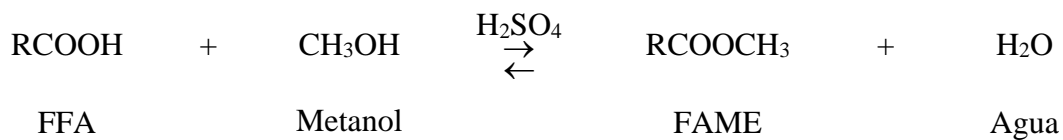
$m_{Sólido}$ = masa en g de la fase precipitada después de la centrifugación.

Apéndice D. Reacciones químicas del proceso.

D.1. Reacción de esterificación: El método más empleado y simple para disminuir el contenido de ácidos grasos libres (FFA) en un aceite es la esterificación de Fisher, en la que se emplea un ácido como catalizador, el más usado es el ácido sulfúrico (Mazo et al., 2007), esta reacción se presenta en la Figura 20, los ácidos grasos libres reaccionan con el metanol (alcohol más utilizado) dando como resultado ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) y agua (Russell Trent, 1945).

Figura 20

Reacción de esterificación

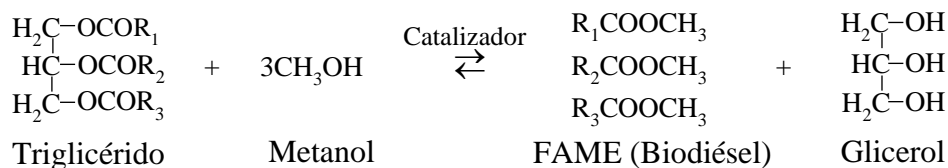


D.2. Reacción de transesterificación: La transesterificación de aceites naturales es el proceso mediante el cual los triglicéridos reaccionan con un alcohol monohídrico, generalmente metanol, en presencia de un catalizador ácido, básico o enzimático; para formar ésteres alquílicos de ácidos grasos y glicerol (Leung et al., 2010). Esta reacción reversible implica tres reacciones paso a paso en la que el triglicérido se convierte a diglicérido, el diglicérido a monoglicérido y este por último a glicerol; la estequiometría de la reacción global requiere un mol de triglicérido por tres moles de alcohol, para producir una mezcla de tres moles de los respectivos ésteres alquílicos de ácidos grasos y un mol de glicerol (Freedman et al., 1986; Leung et al., 2010). La Figura 21, presenta la transesterificación de triglicéridos con metanol, para obtener ésteres metílicos de ácidos grasos y las etapas de reacción.

Figura 21

Reacciones de transesterificación y etapas de reacción

Reacción global

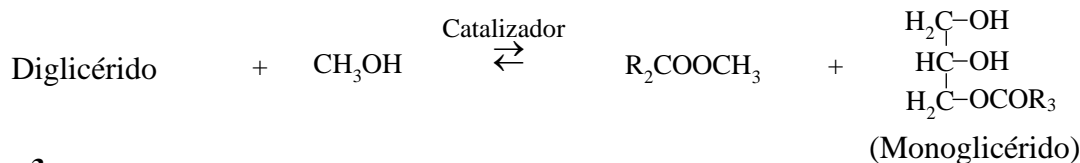


Etapas de reacción

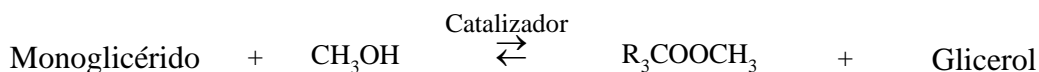
Etapas 1



Etapas 2



Etapas 3

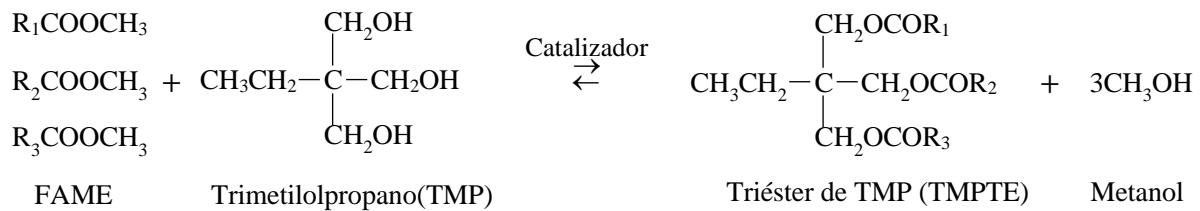


D.3. Reacción de transesterificación inversa: Es el proceso inverso a la transesterificación del triglicérido con metanol (primera etapa de transesterificación) los ésteres metílicos de ácidos grasos reaccionan con el poliol para producir el éster de poliol y metanol (Heikal et al., 2017). La reacción de transesterificación de FAME con el poliol (trimetilolpropano en este caso) se lleva a cabo en tres etapas de reacción serie-paralelo reversible elemental, debido a la presencia de tres grupos hidroxilo (-OH) en el trimetilolpropano (TMP) que deben sustituirse por un grupo éster presente en el FAME (RCOO-), los productos que se obtienen son metanol, productos intermedios como monoésteres y diésteres de TMP y el producto principal triésteres de trimetilolpropano (Hamid et al., 2012), como se muestra en la Figura 22.

Figura 22

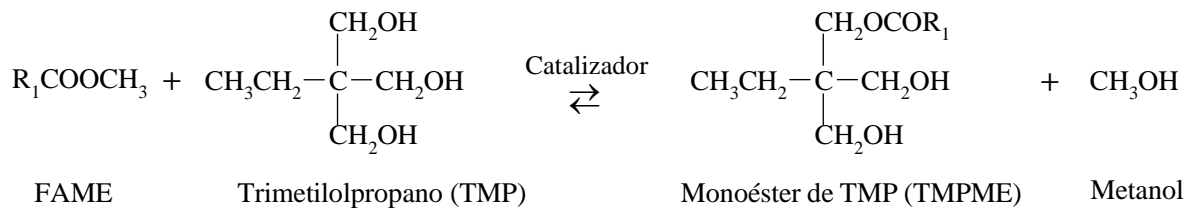
Reacciones de transesterificación inversa y etapas de reacción

Reacción global

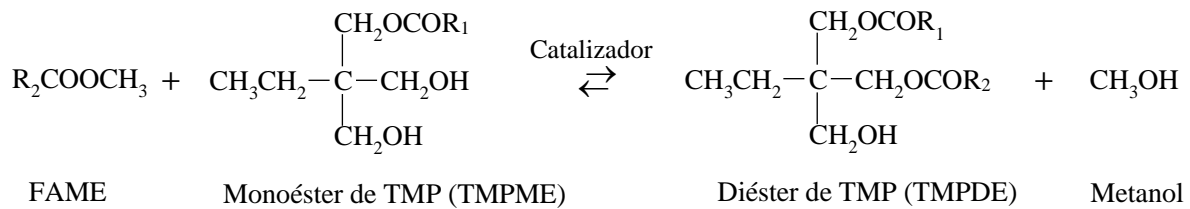


Etapas de reacción

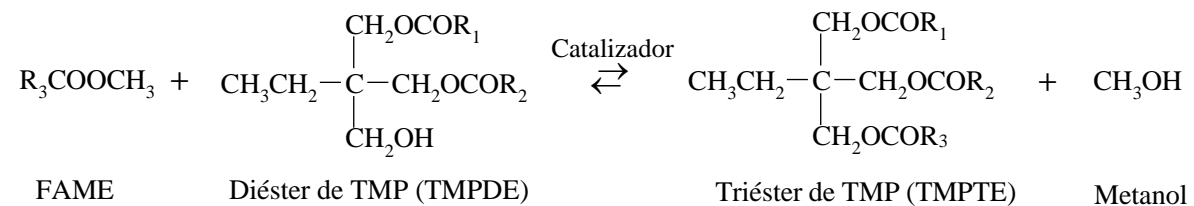
Etapas 1



Etapas 2



Etapas 3



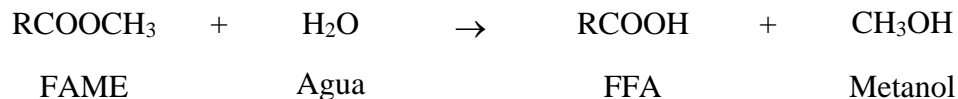
Según la estequiometría de la reacción global de transesterificación de FAME con trimetilolpropano, se requieren tres moles de FAME por cada mol de trimetilolpropano para producir tres moles de metanol y un mol del éster de poliol (triéster de trimetilolpropano) (Hamid et al., 2012; Yunus et al., 2004).

D.4. Reacciones colaterales a la transesterificación inversa: Las dos reacciones irreversibles, colaterales a la reacción de transesterificación inversa, como las presenta Hamid et al. (2016) se muestran en la Figura 23. La reacción de hidrólisis se da por la presencia de agua en el sistema, reaccionando con los ésteres metílicos de ácidos grasos para producir ácidos grasos libres y metanol, a su vez, los FFA reaccionan con el catalizador para formar jabón graso y metanol. Estas reacciones no solo disminuyen el rendimiento del producto, también dificultan la purificación del producto (Knothe et al., 2010).

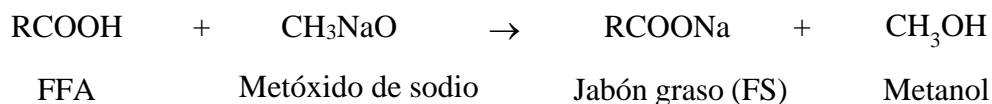
Figura 23

Reacciones colaterales a la transesterificación inversa

Reacción de hidrólisis



Reacción de saponificación



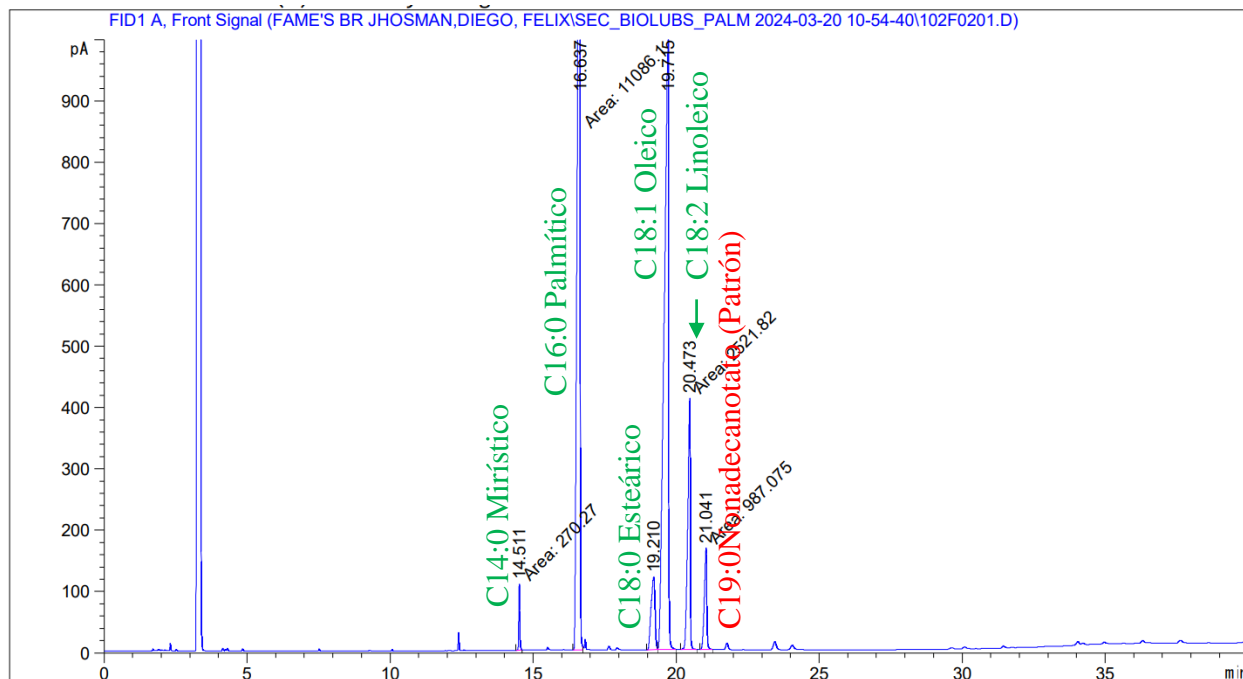
Referencias

- Knothe, G., Van Gerpen, J., & Krahl, J. (2010). *Biodiesel Handbook (2nd Edition)* (2a ed.). AOCS Press. <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpBHE00008/biodiesel-handbook-2nd/biodiesel-handbook-2nd>
- Leung, D. Y. C., Wu, X., & Leung, M. K. H. (2010). A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Applied Energy*, 87(4), 1083–1095. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.10.006>
- Mazo, P., Galeano, L., Restrepo, G., & Ríos, L. (2007). esterificación de los ácidos grasos libres (ffa) del aceite crudo de palma. calentamiento convencional vs microondas. *Scientia et Technica*, 1(35). <https://revistas.utp.edu.co/index.php/revistaciencia/article/view/5481>
- Rusell Trent, W. (1945). *Process of treating fatty glycerides*.
- Yunus, R., Fakhru'I-Razi, A., Ooi, T. L., Biak, D. R. A., & Iyuke, S. E. (2004). Kinetics of transesterification of palm-based methyl esters with trimethylolpropane. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 81(5), 497–503. <https://doi.org/10.1007/s11746-004-0930-7>

Apéndice E. Cromatografía para el biodiésel y la base biolubricante seleccionada.

Figura 24

Cromatograma de los ésteres metílicos de ácidos grasos



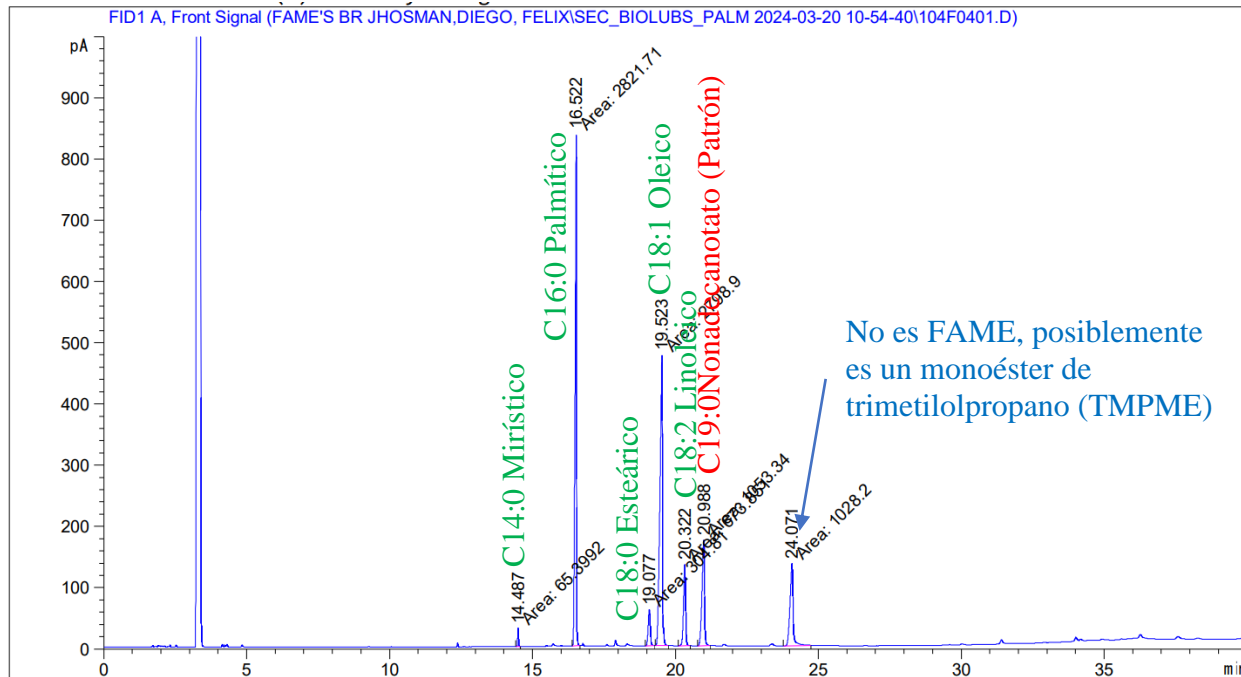
Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.511	MF	0.0417	270.26953	107.94149	1.01944
2	16.637	MF	0.0963	1.10861e4	1918.38904	41.81624
3	19.210	BV	0.1182	1139.46130	118.44540	4.29798
4	19.715	VB	0.1250	1.05068e4	1039.10046	39.63100
5	20.473	MM	0.1024	2521.82422	410.53955	9.51216
6	21.041	MM	0.0995	987.07507	165.37599	3.72318

Totals : 2.65116e4 3759.79194

Figura 25

Cromatograma de la base biolubricante seleccionada (experimento 6)



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.487	MM	0.0361	65.39921	30.17360	0.74774
2	16.522	MF	0.0562	2821.71118	836.35443	32.26209
3	19.077	MM	0.0870	304.80997	58.42253	3.48505
4	19.523	MM	0.0983	2798.89941	474.47281	32.00127
5	20.322	MM	0.0847	673.85059	132.59589	7.70448
6	20.988	MM	0.1017	1053.34045	172.59010	12.04339
7	24.071	MM	0.1274	1028.20215	134.48561	11.75597

Totals : 8746.21296 1839.09497

Apéndice F. Registros fotográficos

Figura 26

Montajes experimentales



Figura 27

Producto antes y después de la centrifugación, y jabón graso



Figura 28

Aceite crudo de palma, biodiésel y base biolubricante

