

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA PLANTA PILOTO DE
PRODUCCIÓN DE BIODIESEL DE MANERA CONTINUA**

CARLOS ALIRIO DÍAZ GONZÁLEZ

NÉSTOR ALONSO LÓPEZ BARRERA



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2005

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA PLANTA PILOTO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL DE MANERA CONTINUA

CARLOS ALIRIO DÍAZ GONZÁLEZ

NÉSTOR ALONSO LÓPEZ BARRERA

**Trabajo de grado para optar al título de
Ingeniero Mecánico**

Director

OMAR GELVEZ AROCHA
Ingeniero Mecánico

Codirector

JORGE LUÍS CHACÓN VELASCO
Ingeniero Mecánico

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA
BUCARAMANGA**

2005

DEDICATORIA

A mis padres, mi hijo y a Dios.

CARLOS ALIRIO DÍAZ GONZÁLEZ

DEDICATORIA

A Dios,
A mi padre que está en cielo,
A mi madre,
A mis hermanos,
Y a mis amigos.

NÉSTOR ALONSO LÓPEZ BARRERA

AGRADECIMIENTOS

A Dios por brindarme fortaleza y sabiduría,

A mis padres por el gran Amor que brinda a todo momento,

A mis hermanos por todo el apoyo recibido,

A mi compañero Néstor Alonso, por contar conmigo para la realización de este proyecto,

A los Ingenieros Omar Gelvez y Jorge Luis Chacón por su desinteresada colaboración para la elaboración de este proyecto.

A mis compañeros de Ingeniería Mecánica por el gran apoyo brindado a lo largo de mi carrera.

A todos mis amigos que siempre creyeron en mí.

Y a todos los que de una u otra forma colaboraron con la elaboración de este proyecto.

CARLOS ALIRIO DÍAZ GONZÁLEZ

AGRADECIMIENTOS

A Dios por brindarme fortaleza y sabiduría,

A mi madre por el gran Amor que brinda a todo momento,

A mis hermanos por todo el apoyo recibido,

A mi compañero Carlos Alirio, por contar conmigo para la realización de este proyecto,

A los Ingenieros Omar Gelvez y Jorge Luis Chacón por su desinteresada colaboración para la elaboración de este proyecto.

A mis compañeros de Ingeniería Mecánica por el gran apoyo brindado a lo largo de mi carrera.

A todos mis amigos que siempre creyeron en mí.

NÉSTOR ALONSO LÓPEZ BARRERA

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	17
1. GENERALIDADES	3
1.1 DEPENDENCIA DE LOS COMBUSTIBLES FOSILES A TRAVES DE LA HISTORIA	3
1.1.1 Combustibles fósiles para motores de combustión interna	5
1.1.2 Combustibles alternativos para motores de combustión interna	6
1.2 EL BIODIESEL	7
1.2.1 Definición	7
1.2.2 Revisión del estado del arte	7
1.2.3 Obtención	8
1.2.4 Proceso industrial	9
2. FASE EXPERIMENTAL PRELIMINAR PARA LA OBTENCION DE BIODIESEL	16
2.1 Montaje Experimental	16
2.1.1 Reactor discontinuo	16
2.1.2 Agitador	16
2.1.3 Control de temperatura	17
2.1.4 Decantación, Lavado y Purificación	18
2.2 Selección de variables	19
2.2.1 Calidad de materia prima:	20
2.2.2 Tipo y cantidad de alcohol:	20
2.2.3 Tipo y cantidad de catalizador:	20
2.2.4 Condiciones de reacción:	20
2.2.5 Indices de calidad del proceso	21
2.3 Resultados fase experimental	22
2.3.1 Indice de calidad 1: Conversión	22

2.3.2 Índice de calidad 2: Viscosidad Cinemática	25
3. DISEÑO DE LA PLANTA PILOTO	28
3.1 Diseño del Reactor	28
3.1.1 Parámetros de entrada	29
3.1.2 Primera etapa del diseño. Determinación de flujos masicos y volumen del reactor	29
3.1.3 Segunda etapa del diseño.	
Dimensionamiento y selección del material de construcción	31
3.2 Diseño del decantador.	35
3.3 Otros equipos.	37
3.3.1 Lavado.	38
3.3.2 Purificado.	38
3.3.3 Alimentación del reactor.	39
3.3.4 Soporte de los tanques de alimentación	41
3.3.5 Sistema eléctrico	42
3.4 Montaje y Puesta en funcionamiento de la planta piloto.	42
4. PRUEBAS EXPERIMENTALES DE LA PLANTA PILOTO	45
4.1 Prueba de producción	45
4.1.1 Rendimiento.	45
4.1.2 Consumo de potencia.	46
4.1.3 Costos de operación	47
4.2 Pruebas Fisicoquímicas.	50
4.2.1 Pruebas cromatograficas.	52
5 PRUEBAS EXPERIMENTALES EN MOTORES DE COMBUSTIÓN INTERNA	53
5.1 Equipo utilizado.	53
5.2. Pruebas de emisiones.	55
5.2.1 Graficas comparativas de emisiones.	57
5.3 Prueba de potencia y torque.	60
5.3.1 Graficas comparativas de torque y potencia.	62

CONCLUSIONES	63
RECOMENDACIONES	65
BIBLIOGRAFÍA	66

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Reacción de Transesterificación	8
Figura 2. Proceso para la obtención de Biodiesel.	9
Figura 3. Esquema reactor CSTR.	14
Figura 4. Reactor discontinuo y agitador fase experimental.	17
Figura 5. Control de temperatura fase experimental.	18
Figura 6. Montaje experimental.	19
Figura 7. Pruebas Fase experimental.	22
Figura 8. Grafica representativa de tendencia fase experimental.	24
Figura 9. Viscosímetro saybolt	25
Figura 10. Destilador.	26
Figura 11. Reactor CSTR proyecto.	34
Figura 12. Grafica de parámetros diseño decantador.	36
Figura 13. Decantador.	37
Figura 14. Tanque de purificado.	39
Figura 15. Tanques de almacenamiento.	41
Figura 16. Montaje final.	43
Figura 17. Sistema de control y eléctrico.	44
Figura 18. Biodiesel producido.	45
Figura 19. Cromatografo.	52
Figura 20. Motor Kia.	53
Figura 21. Prototipo Diagma D100.	54
Figura 22. Analizador De Gases.	55
Figura 23. Opacimetro.	55
Figura 23a. Visor software utilizado en emisiones	56
Figura 24. Grafica Nivel Co.	58
Figura 25. Grafica Nivel Co ₂ .	58

Figura 26. Grafica Nivel De O ₂ .	59
Figura 27. Grafica Material Particulado.	59
Figura 28. Grafica Relación A/F.	60
Figura 29. Visor Software Utilizado Potencia Y Torque.	61
Figura 30. Curva De Potencia Vs Rpm	62
Figura 31. Curva De Torque Vs Rpm	62

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Contenido de ácidos grasos en aceites de palma, palmiste y oleína de palma (%)	11
Tabla 2. Resultados Pruebas Fase Experimental	22
Tabla 3. Composición del aceite de palma.	24
Tabla 4. Resultados pruebas de viscosidad.	26
Tabla 5. Lecturas de punto de ebullición.	27
Tabla 6. Parámetros diseño decantador.	35
Tabla 7. Consumo de Potencia Horario	47
Tabla 8. Costos Anualizados de Producción	50
Tabla 9. Pruebas biodiesel.	51
Tabla 10. Resultados prueba motor emisiones 1.	57
Tabla 11. Resultados prueba motor emisiones 2.	57
Tabla 12. Resultado prueba motor potencia y torque.	61

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Normas utilizadas en pruebas fisicoquimicas	68
Anexo B. Estándares Internacionales del biodiesel	86
Anexo C. Planos Planta Piloto	87
Anexo D. Resultados Prueba Cromatográfica	106

GLOSARIO

Aceite de palma: Aceite que se obtiene a partir del mesocarpio del fruto de la palma de aceite. Del aceite de palma se obtienen dos fracciones: la oleína (fracción líquida) y la estearina (fracción sólida), cada una de ellas con propiedades y usos alimenticios diferentes.

Ácidos grasos: Nombre común de un grupo de ácidos orgánicos, con un único grupo carboxilo (COOH), entre los que se encuentran los ácidos saturados (hidrogenados) de cadena lineal producidos por la hidrólisis de las grasas. El grupo incluye asimismo todos los demás ácidos saturados de cadena lineal e incluso ácidos con cadena ramificada o estructura cíclica. Los ácidos grasos pueden ser también no saturados o insaturados, es decir, pueden presentar dobles enlaces.

Ester: Compuesto formado (junto con agua) por la reacción de un ácido y un alcohol. Puesto que este proceso es análogo a la neutralización de un ácido por una base en la formación de una sal, antiguamente los ésteres eran denominados sales etéreas. Este término es incorrecto porque los ésteres, a diferencia de las sales, no se ionizan en disolución.

Esterificación: Reacción entre un alcohol y un ácido y mediante la cual se obtienen un éster y agua.

Triglicéridos: Grasa constituida por tres cadenas de ácidos grasos unidas a una molécula de glicerol.

RESUMEN

TÍTULO:
DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UNA PLANTA PILOTO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL DE MANERA CONTINUA*

AUTORES:

Carlos Alirio Díaz González**.
Néstor Alonso López Barrera.

PALABRAS CLAVES:

Biocombustibles, combustibles fósiles, Motores de combustión interna, biodiesel.

DESCRIPCIÓN:

El objetivo de este proyecto es contribuir con el desarrollo tecnológico de la Universidad Industrial de Santander, la región y el progreso del país en el campo de los biocombustibles y fortalecer los lazos de desarrollo conjunto entre la universidad y la región.

Ante la necesidad de encontrar una alternativa viable a la dependencia de los combustibles fósiles en los motores de combustión interna debido a su futura escasez y por la contaminación ambiental que estos han causado a través de la historia; mediante este trabajo de grado se busca desarrollar un sistema de producción de biodiesel a escala piloto con miras a su futura implementación a gran escala ya sea regional o nacional y que pueda convertirse en una opción de solución a los problemas antes nombrados.

En este trabajo de grado, preliminarmente se determinaron los parámetros más importantes en la producción y en la calidad del biodiesel los cuales resultaron ser la relación molar alcohol-aceite y la cantidad de catalizador necesaria. Una vez obtenidos los valores de estos parámetros se construyó la planta piloto y se efectuaron pruebas ya a mayor escala de producción y calidad obteniendo resultados satisfactorios.

Como parte final del trabajo, el biodiesel producido se probó en un motor para determinar el desempeño del mismo usando mezclas de biodiesel con diesel común y utilizando un equipo de diagnóstico desarrollado en la Universidad Industrial de Santander llamado DIAGMA D100, pruebas que arrojaron también resultados satisfactorios en cuanto a potencia, torque, consumo y emisiones contaminantes, concordantes con los resultados que se han obtenido en otros trabajos realizados con biodiesel a nivel nacional e internacional.

Es un proyecto que para una implementación a gran escala se debe involucrar a varios campos ingenieriles como la ingeniería química y electrónica, lo cual fomenta la formación de grupos de trabajo multidisciplinarios.

*Proyecto de grado

** Universidad Industrial de Santander. Facultad de Fisicomecánicas, Omar Gélvez Arocha.

ABSTRACT

TITLE

DESIGN AND CONSTRUCTION OF A PILOT PLANT FOR CONTINUOUS BIODIESEL PRODUCTION*

AUTHORS:

Carlos Alirio Díaz González **
Néstor Alonso López Barrera **

KEY WORDS:

Biocombustibles, fossil, motor fuels of internal combustion, biodiesel

DESCRIPTION

The objective of this thesis is to contribute with the technological development of the Universidad Industrial de Santander and the region, as well as with the progress of the country in the field of biocombustibles. Besides, the work aims to fortify the bows of mutual development between the university and the region.

The imminent shortage of fossil fuels and the environmental contamination that these have caused through human history, have made it necessary to find a viable alternative to the dependency of these fuels in internal combustion motors. This thesis develops a pilot system for biodiesel production and its future implementation at regional or national level. This can be a possible solution to the problems named before.

In this research, the most important parameters in the production and quality of biodiesel were determined preliminarily and they turned out to be the alcohol-oil molar relation and the necessary amount of catalyst. Once these values were obtained, the pilot plant was built and greater scale production and quality test took place, obtaining satisfactory results.

In the final part of the work, the biodiesel produced was tested in a motor to determine its performance. Mixtures of biodiesel with common diesel were used in a diagnosis equipment called DIAGMA D100, that was developed in the Universidad Industrial de Santander. These tests produced satisfactory results concerning power, torque, consumption and polluting emissions, and are very related to the results that have been obtained in other works with biodiesel at national and international level.

For a great scale implementation of this work it is necessary to involve several engineering professionals such as chemical and electronic engineers, which will stimulate the formation of multidisciplinary work groups.

* Project of degree

** Universidad Industrial de Santander. Facultad de Fisicomecánicas, Omar Gévez Arocha.

INTRODUCCIÓN

Debido a la inminente escasez global de las fuentes combustibles fósiles y al notable deterioro ambiental causado por estas fuentes energéticas, en los últimos años la perspectiva energética mundial ha ido muy de la mano con la perspectiva ambiental con el objetivo de lograr el adecuado abastecimiento energético sin causar el daño ambiental que se ha visto desde el inicio de la explotación de los recursos fósiles en la época de la revolución industrial hasta nuestros días. Un paso en la obtención de este logro se está dando en la actualidad con los llamados “Biocombustibles” y en el caso de este trabajo de grado con el “biodiesel”.

Este biocombustible se caracteriza especialmente por los beneficios ambientales que su uso genera más que cualquier otra característica que posea. Estas ventajas ecológicas son un factor que ha hecho de su uso en automóviles algo necesario en los países con legislación ambiental severa principalmente de Europa y Asia y en menor proporción en el resto del mundo.

Por esta necesidad de desarrollar sistemas de obtención de este biocombustible, en este trabajo de grado se han consignado los siguientes temas como un aporte al desarrollo de esta tecnología en el país y más específicamente en el departamento de Santander: En el capítulo 1 se presenta una breve reseña histórica del biodiesel, métodos de producción, equipos y materia prima necesarios y demás información general sobre este producto.

En el capítulo 2 se presentan las pruebas realizadas para determinar la influencia de cada uno de los insumos en el producto final y la cantidad de cada uno de estos para lograr un rendimiento aceptable en el proceso así como también las consideraciones hechas para realizar estas pruebas, además se muestran las

pruebas de caracterización de los resultados de estos ensayos realizados que se hicieron con el fin de determinar sus propiedades y verificar que cumplieran con los estándares internacionales.

En el capítulo 3 se presentan el diseño y la construcción de los equipos necesarios para la producción del biodiesel según lo planeado y las pruebas de su funcionamiento mediante la obtención de este con el fin de estudiar el desempeño de un motor que funcione con una mezcla de biodiesel – diesel común.

Finalmente en los capítulos 4 y 5 se presentan los resultados obtenidos en laboratorio con la obtención de biodiesel, los ensayos realizados en el motor y los resultados de los mismos.

1. GENERALIDADES

Al ser este proyecto de grado un trabajo que involucra diferentes aspectos de la ingeniería como los son el aprovechamiento de los recursos naturales renovables para la generación de energía, el área de ingeniería química en el análisis químico del combustible obtenido y la ingeniería mecánica en todo lo referente a la conversión de esta energía en trabajo en un motor de combustión interna; en el presente trabajo se debe consignar la siguiente información que ayudara a entender mejor el trabajo realizado.

1.1 DEPENDENCIA DE LOS COMBUSTIBLES FOSILES A TRAVES DE LA HISTORIA

Los combustibles fósiles son sustancias ricas en energía que se han formado a partir de plantas y microorganismos enterrados durante mucho tiempo. Los combustibles fósiles, que incluyen el petróleo, el carbón y el gas natural, proporcionan la mayor parte de la energía que mueve la moderna sociedad industrial. La gasolina o el gasóleo (ACPM o diesel) que utilizan nuestros automóviles, el carbón que mueve muchas plantas eléctricas y el gas natural usado en calefacción y también últimamente en motores son todos combustibles fósiles.

Durante la mayor parte de la historia de la humanidad, la única fuente de energía con la que se contaba era la combustión metabólica de los alimentos que proporcionaba (y aun lo hace) la energía que necesita una persona cada día, que aproximadamente es de 3000 kilocalorías (Kcal) y como una caloría es algo mas de 4 Julios (J), significa unos 12000 KJ diarios que distribuidos a lo largo de los segundos de un día representan una potencia media para un ser humano de unos 120 Watts (W), similar a un bombillo normal.

A lo largo de casi toda su evolución, esta energía bastaba para un ser humano pero al comenzar el progreso también la humanidad empezó a utilizar la energía para otros fines diferentes al de mantener su nivel energético corporal como por ejemplo mantener los campamentos cálidos al quemar troncos de leña. Aunque de todas formas este consumo “exterior” se mantuvo en bajos niveles hasta el final del siglo XVIII cuando se inicio la revolución industrial.

Actualmente al hacer un calculo de cuanta energía le corresponde a cada uno de los cerca de 6000 millones de seres humanos vemos lo siguiente: los 120 W por persona necesarios para vivir equivalen al año a unas 0.1 tep (toneladas equivalentes de petróleo) y para toda la humanidad de unos 600 millones de tep pero el consumo mundial de energía supera ampliamente este dato ya que esta por encima de los 10000 millones de tep que proceden del petróleo (55%), carbón y lignito (24%), gas natural (21%), energías renovables (15%) y nuclear (6%), Esto indica que por persona se consume 1.66 tep anuales o sea 16 veces mas la energía que durante milenios les basto a nuestros antepasados para vivir.

Durante años hemos venido despilfarrando nuestras reservas de combustibles fósiles y esto ha traído un aumento sensible de la cantidad de CO₂ en la atmósfera, un apreciable cambio climático, escasez de estos combustibles, la dependencia de los países productores y la creciente demanda se suman como factores negativos al panorama energético actual.

Tres cuartas partes de las emisiones de gases incluidos en el protocolo de Kioto son CO₂ y esto hace necesaria la aparición de nuevas fuentes energéticas con altos rendimiento, limpias e inagotables que permitan un desarrollo sostenible como pueden ser los biocombustibles.

1.1.1 Combustibles fósiles para motores de combustión interna. Los combustibles fósiles que se usan en la actualidad en los motores de combustión interna son la gasolina, el diesel y el gas natural.

La gasolina es una mezcla de los hidrocarburos líquidos más ligeros. Se produce a través de varios procesos: la destilación fraccionada del petróleo, la condensación o la adsorción de gas natural, la descomposición térmica o catalítica del petróleo o sus fracciones, la hidrogenación de gasógeno o carbón, o a través de la polimerización de hidrocarburos de bajo peso molecular.

El diesel es una mezcla de hidrocarburos más pesados que los de la gasolina obtenida por destilación fraccionada del petróleo crudo. Se emplea como combustible para motores de compresión (diesel) y para la calefacción doméstica.

El proceso básico al que se somete el petróleo crudo en una refinería consiste en separarlo en sus principales componentes por medio de la destilación fraccionada. El gasoil ligero es la fracción que hierve entre 230 y 300 °C y contiene hidrocarburos con cadenas carbonadas de entre 13 y 17 átomos de carbono. El gasoil pesado es la fracción que hierve entre 300 y 400 °C y contiene hidrocarburos de hasta 25 átomos de carbono.

En una refinería, el gasoil pasa directamente a los depósitos de almacenamiento, aunque en algunos casos es necesario eliminarle el azufre; en otras ocasiones, parte del gasoil más pesado pasa a la unidad de craqueo catalítico, donde se descompone en gasolina y gas.

El gas natural es una mezcla de gases entre los que se encuentra en mayor proporción el metano. La proporción en la que el metano se encuentra en el gas natural es del 75 al 95% del volumen total de la mezcla (por este motivo se suele llamar metano al gas natural). El resto de los componentes son etano, propano,

butano, nitrógeno, dióxido de carbono, sulfuro de hidrógeno, helio y argón. Antes de emplear el gas natural como combustible se extraen los componentes más pesados, como el propano y el butano.

Aunque existen yacimientos que proporcionan exclusivamente gas natural, éste va casi siempre asociado al petróleo en sus yacimientos, y sale a la superficie junto a él cuando se perfora un pozo. Sin embargo, el desarrollo del gas natural se realizó con posterioridad al uso del petróleo. El gas natural que aparecía en los yacimientos se quemaba como un residuo más, ya que, a pesar de su enorme poder calorífico, no se podía aprovechar por los problemas que plantea su almacenamiento y transporte.

El gas natural se utiliza como combustible doméstico e industrial, además de por su gran poder calorífico, porque su combustión es regulable y produce escasa contaminación. También por esto último es que se ha masificado su uso en los motores de combustión interna.

1.1.2 Combustibles alternativos para motores de combustión interna. Los combustibles alternativos para los motores de combustión interna son aquellos que su origen no es fósil sino que se pueden extraer de recursos renovables e inclusive de la misma atmósfera. Entre estos están el hidrógeno y los biocombustibles.

El hidrógeno tiene grandes posibilidades para su uso en motores térmicos ya sea en su combustión directa o en autos eléctricos en celdas de combustibles. Las celdas de combustible son dispositivos electroquímicos que convierten la energía química de un combustible generalmente hidrógeno, en energía eléctrica.

A pesar que el hidrógeno brinda una serie de ventajas como combustible y como reductor de la contaminación ambiental, debe superar una serie de barreras

tecnológicas en su producción, almacenamiento y seguridad para convertirse en un combustible de uso masivo en el transporte.

Los biocombustibles son sustancias procedentes de **materias orgánicas renovables** que pueden ser empleadas como combustibles. Estos pueden ser sólidos (biomasa), gaseosos (biogás, gas de gasificador) o líquidos, también llamados biocarburos (bioetanol, biodiesel).

Estos Biocombustibles no son ninguna novedad ya que se ha investigado sobre ellos durante mucho tiempo sino que ante las ventajas del petróleo y su menor precio relativo respecto de ellos, estos habían sido desplazados del panorama energético pero hoy el mundo se encamina hacia ellos con un renovado esplendor.

1.2 EI BIODIESEL

1.2.1 Definición. La norma ASTM D6751 describe al biodiesel como largas cadenas de esteres de ácidos grasos provenientes de grasas animales o vegetales, de forma que una molécula de alcohol este unida con un ester.

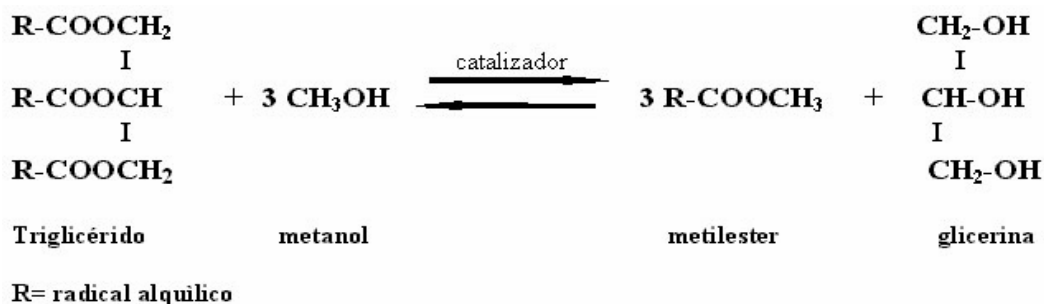
1.2.2 Revisión del estado del arte. A nivel internacional el MPOB (Malaysian Palm Oil Board) posee varias patentes para la producción de metilesteres de aceite crudo de palma, estearina y oleína de palma y aceite crudo de palmiste. Este gran nivel de investigación en Malasia sobre el biodiesel se inicio en la década de 1980 debido a la alta producción de aceite de palma, la caída de los precios internacionales del mismo hasta el año 2000 y el desarrollo de la industria química Malaya.

A nivel nacional el estudio mas reciente sobre la obtención de biodiesel a partir de aceite de palma fue realizado en conjunto por la Universidad de Antioquia y la

Universidad Nacional de Colombia sede Medellín y se trabajo en la optimización del proceso de obtención de biodiesel a partir de aceite crudo de palma bajo la financiación de Colciencias y la empresa Interquim S.A. Los resultados de ese trabajo han servido como referencia para las pruebas experimentales realizadas en este trabajo de grado.

1.2.3 Obtención. El proceso mas usado para la obtención del biodiesel es la transesterificación y es el proceso mediante el cual los triglicéridos de los aceites vegetales y animales se transforman en las largas cadenas entes mencionadas que también reciben el nombres de metlisteres¹ de ácidos grasos o FAME (Fatty acid methyl esters). En este proceso se hace necesaria la presencia de un catalizador, generalmente hidróxido de sodio (NaOH o soda cáustica) que haga posible la reacción de transesterificación sin tener que alcanzar condiciones extremas de presión y temperatura.

Figura 1. Reacción de transesterificación

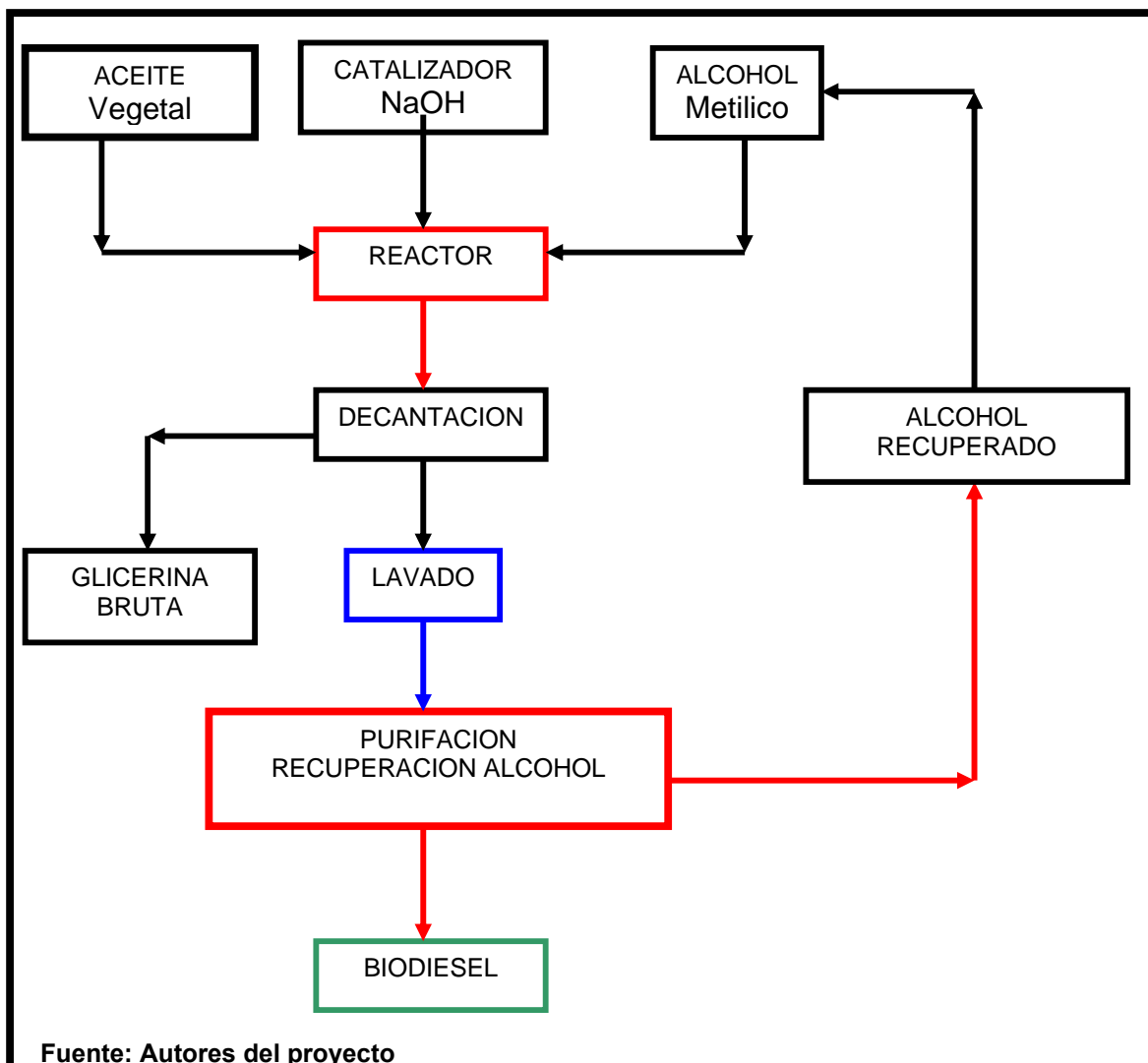


Fuente: Oficina de Transferencia de Resultados de Investigación Universidad Complutense de Madrid

¹El nombre de metilesteres se debe a que el alcohol que más se usa para este proceso es el metanol.

1.2.4 Proceso industrial. En la figura 2 se muestra el proceso que se ha usado en este trabajo de grado para la obtención del biodiesel el cual será explicado a continuación.

Figura 2. Proceso para la obtención de Biodiesel.



1.2.4.1 Materia Prima. La materia prima para este proceso como se puede observar en la figura 2 es aceite vegetal, alcohol metilico y un catalizador que acelere la reacción.

Aunque el Biodiesel se puede obtener de cualquier tipo de grasa, ya sea animal o vegetal, las grasas animales tienen la desventaja del sacrificio para su obtención, además de la espera del crecimiento del animal. Por esta razón, a nivel mundial son mayormente utilizadas las grasas vegetales debido a su fácil obtención y beneficios económicos y ambientales a largo plazo.

✓ **Aceite Vegetal**

Para el proceso elaborado en este trabajo se utilizó aceite de palma refinado ya que es un cultivo que a nivel departamental es una importante fuente de empleo. El aceite de palma se obtiene a partir del mesocarpio del fruto de la palma de aceite. Del aceite de palma se obtienen dos fracciones: la **oleína** (fracción líquida) y la **estearina** (fracción sólida), cada una de ellas con propiedades y usos alimenticios diferentes.

✓ **Ácidos grasos:** El aceite de palma podría clasificarse como insaturado² y/o como saturado³ ya que contiene proporciones similares de los dos tipos de ácidos grasos.⁴ Su composición (rico en ácidos palmítico y oleico) difiere de la del aceite de palmiste (rico en ácido láurico). En aceite de palma colombiano se ha encontrado mayor proporción de grasas insaturadas que en aceite de Malasia y de otros orígenes de referencia. El aceite de palma no contiene colesterol, ni ácidos grasos trans⁵.

² Ácidos grasos insaturados son aquellos que contienen uno o más dobles enlaces (monoinsaturados y poliinsaturados, respectivamente). Ej: Ácidos oleico, linoleico y linolenico.

³ Ácidos grasos saturados son aquellos que no contienen dobles enlaces. Ej: Ácido mirístico, palmítico y estearico.

⁴ Grupo de ácidos monocarboxílicos de serie alifática. Generalmente se encuentran esterificados formando triglicéridos.

⁵ Son aquellos formados durante procesos de hidrogenación.

Tabla 1. Contenido de ácidos grasos en aceites de palma, palmiste y oleína de palma (%)

Ácidos grasos	Palma	Palmiste	Oleína Palma
Láurico (C 12:0)	0,5 – 2,0	48,0 - 60,0	< 0,1
Mirístico (C 14:0)	0,5 – 2,0	14,0 - 16,0	< 1,0
Palmitico (C 16:0)	41,0 - 47,0	6,5 - 10,0	35,0 - 40,0
Palmitoléico (C16:1)	< 0,6	--	< 0,2
Esteárico (C 18:0)	3,5 – 6,0	1,3 - 3,0	3,0 - 4,0
Oleico (C 18:1)	36,0 - 44,0	12,0 - 19,0	40,0 - 46,0
Linoléico (C 18:2)	6,5 – 12,0	1,0 - 3,5	10,0 - 12,0
Linolénico (C18:3)	< 0,5	--	< 0,4
Otros	< 1,5	< 1	< 0,5

Fuente: Firestone. 1999. Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats and Waxes. AOCS Press.

✓ Alcohol⁶

Cualquier alcohol alifático de cadena corta es apropiado como reactivo para la reacción de transesterificación. El uso de diferentes alcoholes de bajo peso molecular (C₁ – C₄) ha sido investigado por diferentes autores quienes han llegado a las siguientes conclusiones:

- Mientras menor sea el tamaño de la cadena mayor será la capacidad de reaccionar un alcohol. A mayor tamaño de cadena se requiere incrementar la temperatura o la cantidad de catalizador.
- Reacciones con alto rendimientos de alquilesteres de buena calidad y con tiempos de reacción cortos, solo se pueden obtener con metanol y etanol

⁶ Agudelo Jhon Ramiro, Benjumea Pedro Nel. “Biodiesel de aceite crudo de palma colombiano”

usando catalizadores básicos. Para obtener etilesteres se requieren temperaturas más altas.

- Solo es posible obtener propil y butilesteres con rendimientos aceptables utilizando catalizadores ácidos y temperaturas por encima de los 100 °C.
- Los alcoholes de cadena ramificada reaccionan más lento que sus homólogos lineales. Con ter-butanol no se obtiene reacción.

Para la reacción únicamente se pueden utilizar alcoholes simples como, metanol, etanol, propanol y butanol. Comercialmente es más utilizado el metanol, sin embargo el etanol es considerado seriamente debido a que se puede obtener de fuentes renovables y no tiene las implicaciones de toxicidad del metanol, sin embargo, el etanol que se utilice tiene que ser completamente anhidro ya que cualquier cantidad de agua (a partir de 2 %) revierte la reacción llevándola al equilibrio y deteniendo así la ruptura de los triglicéridos.

Una de las variables que más tiene influencia en el rendimiento de la reacción de transesterificación es la relación molar alcohol / aceite. El valor óptimo de dicha relación debe ser determinado experimentalmente para cada caso particular, pues existirá un valor de esta variable, a partir del cual el rendimiento no se mejorará y se dificultará la purificación de los alquilesteres y el glicerol.

✓ Catalizador⁷

La reacción de transesterificación puede ser acelerada por una gran variedad de catalizadores ya que si no se usaran, las condiciones de la reacción deberán ser de extrema temperatura. (Encima de 250°C).

⁷ Agudelo Jhon Ramiro, Benjumea Pedro Nel. "Biodiesel de aceite crudo de palma colombiano

Los catalizadores ácidos mas usados son los ácidos inorgánicos fuertes como el sulfónico y el sulfurico. Con estos compuestos se obtienen altos rendimientos pero a velocidades de reacción muy bajas y altas temperaturas (mas de 3h y 100°C). La ventaja de estos catalizadores es que cualquier tipo de ácido graso libre del aceite puede ser esterificado.

Dado que la catálisis básica o alcalina es más rápida que la ácida y que los catalizadores básicos son menos corrosivos, en los procesos industriales se prefieren a los básicos como hidróxidos o alquiloхidos metálicos alcalinos. Los alquiloхidos como el CH_3ONa son los mas activos y producen altos rendimientos (>98%) con tiempos de reacción relativamente cortos (30 min.) así se estén usando en bajas concentraciones (0.5% molar). La desventaja de estos catalizadores es que requieren la ausencia total de agua y esto hace que no sean viables para procesos industriales. Los hidróхidos metálicos alcalinos como el KOH y el NaOH son más económicos y logran rendimientos similares al de los alquiloхidos con un aumento de su concentración a un 1 ó 2% molar.

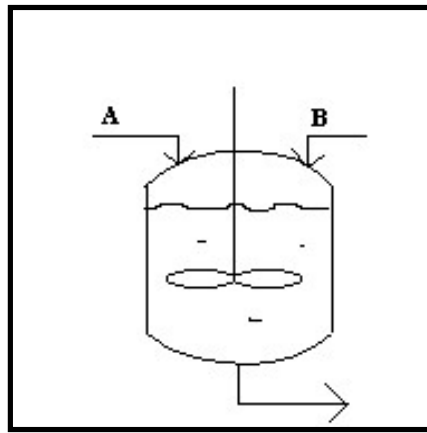
Cuando se usan estos catalizadores básicos y aceite vegetal crudo se presentan reacciones secundarias ya que los ácidos grasos libres presentes en estos aceites se neutralizan por el catalizador y forman jabones, lo que consume catalizador, disminuye el rendimiento de la reacción y dificulta la purificación del biodiesel.

1.2.4.2 Reactor. Es donde sucede la reacción de transesterificación de la mezcla alcohol-catalizador y aceite. Para este trabajo se utilizo un reactor tipo CSTR (Continuously Stirred Tank Reactor), como su nombre lo indica este reactor se encuentra bajo constante agitación, con una temperatura controlada, además de alimentación de reactivos y salida de productos de forma continua, se debe aclarar que primero los reactivos permanecen el tiempo

Indicado en la experimentación para la obtención de los productos y posteriormente si empezar con el proceso continuo.

Se escogió este tipo de reactor sobre el de tipo tubular debido a la facilidad en su diseño y montaje además de menores dimensiones lo cual facilita su traslado.

Figura 3. Esquema reactor CSTR.



Fuente: SAGPyA Biocombustibles - Biodiesel

1.2.4.3 Decantación. Este paso es muy importante en el proceso de obtención de Biodiesel ya que es el encargado de separar las dos fases resultantes del proceso de transesterificación: los metilesteres y el glicerol, el cual por su mayor densidad, va al fondo del decantador.

1.2.4.4 Lavado y Purificación. Una vez separados de la glicerina los metilesteres deben ser lavados y purificados. Este proceso se realiza mediante un lavado con agua y posteriormente un secado. El lavado con agua remueve residuos de metanol ya que este presenta una gran afinidad con el agua, esta agua de lavado adquiere una apariencia lechosa ya que también elimina los jabones que se producen por las reacciones secundarias entre los ácidos grasos libres y el

catalizador básico (NaOH). El secado es un proceso por el cual mediante la adición de calor permite recuperar otra porción de metanol, quedando el biodiesel puro y listo para ser almacenado y utilizado.

2. FASE EXPERIMENTAL PRELIMINAR PARA LA OBTENCION DE BIODIESEL

Esta fase se hace necesaria debido a las diferentes características en las propiedades que contiene el aceite colombiano con respecto al indicado en la bibliografía consultada, lo cual nos da una referencia para poder definir parámetros de diseño de cada uno de los componentes de la planta piloto y poder escoger el producto con propiedades similares a los exigidos por las normas internacionales.

2.1 MONTAJE EXPERIMENTAL

El montaje experimental para estudiar la reacción de transesterificación para la obtención de biodiesel esta constituido por los siguientes componentes:

- Reactor discontinuo.
- Agitador.
- Control de temperatura.
- Decantación, lavado y purificación.

2.1.1 Reactor discontinuo. Se utilizo un recipiente de aluminio de forma cilíndrica de aproximadamente 2.5 litros de capacidad. En la tapa superior de este recipiente se encuentran dos orificios con las siguientes funciones: colocación del agitador y entrada del sensor de temperatura.

2.1.2 Agitador. La función del agitador es lograr que el metanol se mezcle con el aceite vegetal, ya que el metanol es insoluble en el y debe buscarse que la reacción sea en una sola fase y eso se logra en un régimen de flujo de fluidos

turbulento. Para esta fase se utilizó un motor de corriente continua de 110 voltios con una velocidad nominal de 1200 R.P.M. y potencia nominal de $\frac{1}{4}$ h.p.

Estos 2 elementos se muestran en la siguiente figura.

Figura 4. Reactor discontinuo y agitador fase experimental.



Fuente: Autores de proyecto.

2.1.3 Control de temperatura. Debido a que la temperatura es una variable importante en el proceso de transesterificación esta debe permanecer lo más uniforme posible para esto se utilizó un control de temperatura que consta de un sensor de temperatura tipo K, un relé, una resistencia eléctrica de 250 watts, un controlador digital de temperatura marca OMRON, y una fuente de alimentación de 24 voltios.

Figura 5. Control de temperatura fase experimental.

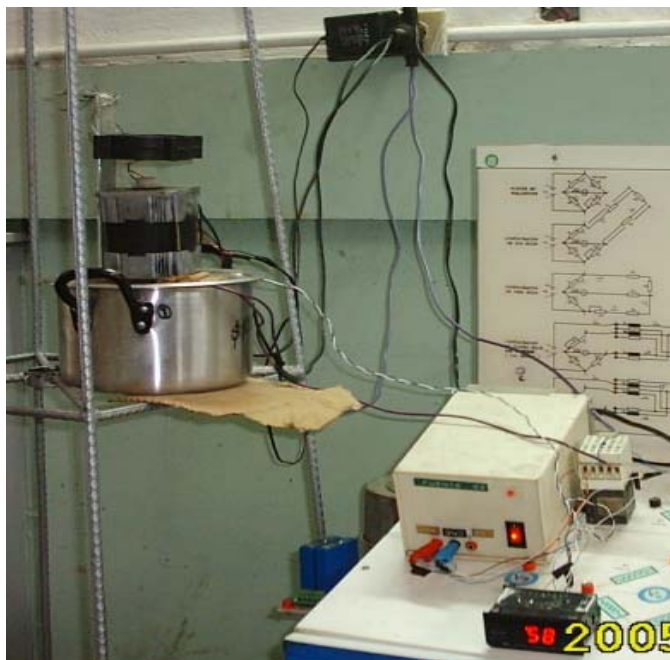


Fuente: Autores de proyecto.

2.1.4 Decantación, Lavado y Purificación. El montaje para estudiar el proceso completo incluye además del sistema de reacción y control descrito anteriormente, las etapas de decantación, lavado y purificación. Una vez terminada la reacción química los productos se depositaron en recipientes plásticos transparentes con la finalidad de poder observar el proceso de decantación. El lavado del biodiesel se realizó después de separar este de la glicerina en recipientes similares a los anteriores añadiendo una cantidad de agua similar a la cantidad de biodiesel obtenido en cada prueba, y agitando en repetidas ocasiones. Para el secado se introdujo el biodiesel ya lavado en un recipiente metálico a una temperatura de 115 °C.

Este montaje experimental ha permitido analizar el rendimiento de la reacción teniendo en cuenta todos los pasos del proceso global de producción.

Figura 6. Montaje experimental.



Fuente: Autores del proyecto.

2.2 SELECCIÓN DE VARIABLES

Es necesario determinar las variables que afectan la reacción de transesterificación y cuales no afectan el proceso significativamente. Las variables que no afectan el proceso son las siguientes: presión, material del reactor y resistencia eléctrica, el tiempo de reacción si es mayor de 75 minutos.

Las variables que afectan la reacción son:

- Calidad de materia prima.
- Tipo y cantidad de alcohol.
- Tipo y cantidad de catalizador.
- Condiciones de reacción.
- Índices de calidad del proceso.

2.2.1 Calidad de materia prima. Esta variable es importante ya que las diferentes clases de aceites de palma en el mundo presentan características diferentes las cuales dependen del terreno y a la fertilización de las tierras utilizadas para su cultivo. En este trabajo se selecciono oleina de palma que a diferencia del aceite crudo de palma es homogéneo, evitando así la aparición de estearina que es otra fase del aceite crudo de palma. La cantidad usada en la fase experimental fue de 1 litro para todas las pruebas realizadas.

2.2.2 Tipo y cantidad de alcohol. El alcohol seleccionado fue el metanol, ya que es el más utilizado a nivel mundial para la producción de biodiesel. Esta variable se expresa como la relación molar alcohol / aceite (RMA). Una relación RMA de 3 equivale a un 0 exceso de alcohol, es decir la cantidad estequiometrica necesaria de alcohol. La cantidad de alcohol se fue variando en cada prueba desde un RMA de 6 y hasta 10.

2.2.3 Tipo y cantidad de catalizador. El catalizador seleccionado fue hidróxido de sodio (NaOH) o “soda cáustica” por ser el más utilizado y el más económico a nivel industrial. La cantidad del catalizador se determino al comienzo por literatura y después se fue variando, con respecto a la relación RMA y se expreso como gramos de catalizador por litro de aceite.

2.2.4 Condiciones de reacción:

- Temperatura de reacción: Esta variable estuvo condicionada a la temperatura de ebullición del metanol que es de 64 °C. la temperatura tiene una gran influencia en la cinética de la reacción más no en la conversión. Para la fase experimental se tomo un rango de temperatura de 56 – 58 °C.
- Tiempo de reacción: Este valor también se tomo fijo, basándose en la literatura consultada donde se afirma que el avance de la reacción no es significativo después de 75 minutos.

- Velocidad de agitación: Se tomo un valor fijo de 1200 R.P.M buscando lograr una perfecta mezcla de los reactivos.

2.2.5 Índices de calidad del proceso. En la producción de Biodiesel se tienen en cuenta 4 índices de calidad para su selección, que fueron:

- (a) El % de conversión del aceite vegetal a Biodiesel, expresada como la relación entre el volumen original de aceite y el volumen de biodiesel purificado obtenido.
- (b) La viscosidad cinemática expresada en mm^2/s que según los estándares internacionales del biodiesel debe ser de un máximo de $6 \text{ mm}^2/\text{s}$. Estas pruebas se efectuaron bajo la norma ASTM D88.
- (c) Los puntos iniciales y finales de ebullición determinados bajo la norma ASTM D86 que según los estándares, el punto máximo de ebullición debe ser máximo de 360°C .
- (d) El índice de cetanos, estimado según la norma ASTM D976. Según las especificaciones internacionales para el biodiesel este índice debe ser de mínimo 47.

El proceso seguido fue el siguiente: Una vez determinados el porcentaje de conversión de cada prueba, se escogieron los tres mejores porcentajes y a estas muestras se les realizaron ensayos de viscosidad según la norma ya nombrada y estos resultados se compararon con los estándares internacionales⁸ consultados y se selecciono la muestra que cumplió con las especificaciones mínimas para biocombustibles, y se procedió a determinar nuevas propiedades fisicoquímicas como los puntos de ebullición bajo prueba de destilación, y la estimación del índice de cetanos siguiendo los procedimientos de las normas⁹ ASTM D86 – 90, ASTM D976 – 80 respectivamente.

⁸ Ver anexo B

⁹ Ver anexo A

2.3 RESULTADOS FASE EXPERIMENTAL

2.3.1 Índice de calidad 1: Conversión.

TABLA 2. Resultados pruebas fase experimental.

# PRUEBA	RMA	ALCOHOL (LITROS)	CATALIZADOR (GRAMOS)	CONVERSION (%)
1	6 : 1	0.2383	4.44	40
2	8 : 1	0.317	4.44	65.7
3	8 : 1	0.317	5.914	45.7
4	10 : 1	0.395	5.914	78.7
5	8 : 1	0.317	3	84.6
6	8 : 1	0.317	2	98.3

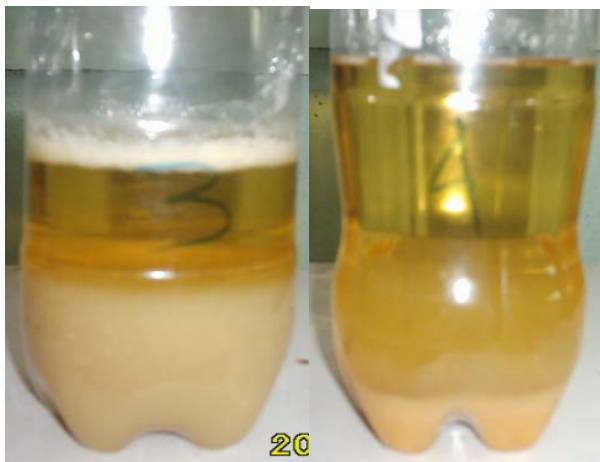
Fuente: Autores de proyecto.

Figura 7. Pruebas Fase experimental.



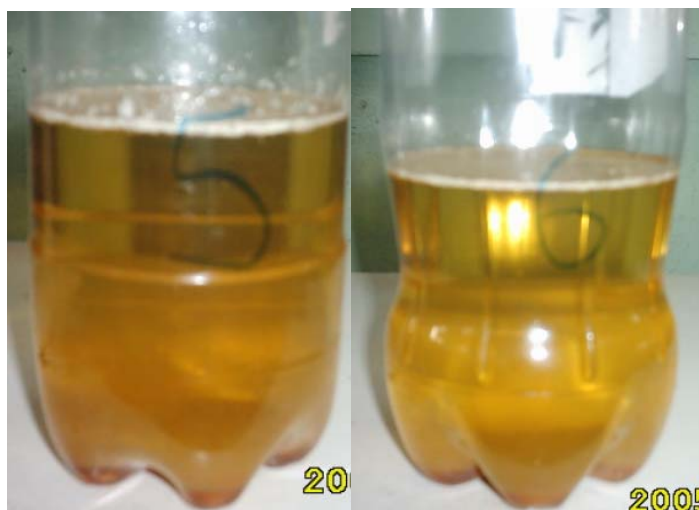
1. RMA 6:1
4.44 g catalizador

2. RMA 8:1
4.44 g catalizador



3. RMA 8:1
5.914 g catalizador

4. RMA 10:1
5.914 g catalizador

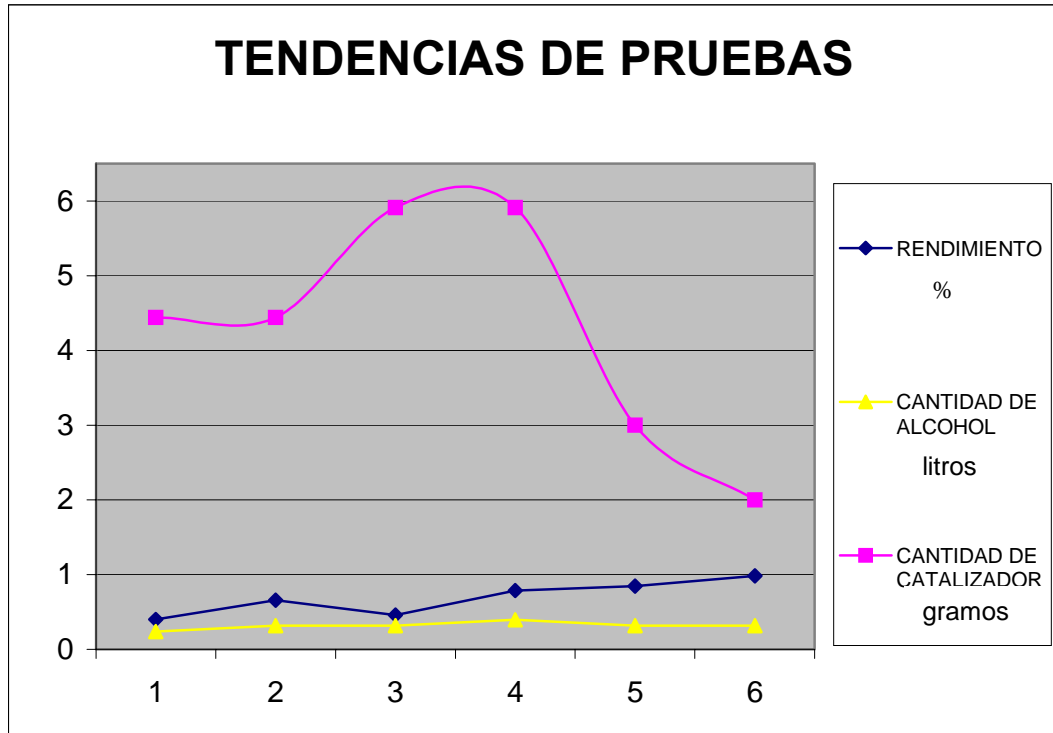


5. RMA 8:1
3 g catalizador

6. RMA 8:1
2 g catalizador

Fuente: Autores del proyecto.

Figura 8. Grafica representativa de tendencia fase experimental.



Fuente: Autores de proyecto.

Los valores anteriormente tabulados son el resultado del siguiente cálculo:

Composición en triglicéridos del aceite de palma:

Tabla 3. Composición del aceite de palma.

Triglicérido	Fracción % en peso	Peso molecular g/mol
Tripalmitina	0.05	806
Dipalmito-estearina	0.03	834
Dipalmito-oleina	0.4	832
Oleo-palmito-estearina	0.22	860
Palmito-dioleina	0.3	858

Fuente: CENIPALMA

Ponderando el peso de cada triglicérido se obtiene el Peso molecular del aceite de palma: **844.72 g/mol**.

Esto equivale a que 20 g de aceite son 23.67 moles; y si por cada mol de aceite se necesitan 6 moles de alcohol (prueba # 1), y una mol de alcohol pesa 32 g, se necesitan 4,546 g de alcohol. Estas masas expresadas como volúmenes son:
Aceite: 23.256 mL

Alcohol: 5.542 mL

En base a este cálculo se determinan las propiedades para cada prueba.

2.3.2 Índice de calidad 2: Viscosidad Cinemática

2.3.2.1 Equipo utilizado. El equipo utilizado fue un viscosímetro Saybolt, ubicado en el laboratorio de rocas y fluidos de la Escuela de Ingeniería de Petróleos el cual se muestra en la siguiente figura.

Figura 9. Viscosímetro Saybolt



Fuente: Autores de proyecto.

Los ensayos de viscosidad fueron realizados solamente a las pruebas 4, 5 y 6 debido a su alto rendimiento y bajo las normas ASTM ya citadas anteriormente.

Tabla 4. Resultados pruebas de viscosidad.

PRUEBA	DENSIDAD (gr/mL)	VISCOSIDAD (mm²/s) a 40°C
4	0.869	3.84
5	0.884	8.18
6	0.887	9.6

Fuente: Autores de proyecto.

Después de realizados estos ensayos se determino utilizar la prueba #4 para el siguiente ensayo mediante el cual se obtuvo los puntos de ebullición y una estimación del índice de cetanos utilizando las normas ya mencionadas.

El equipo que se utilizo se encuentra ubicado en el laboratorio de rocas y fluidos de la Escuela de Ingeniería de Petróleos el cual se muestra en la siguiente figura.

Figura 10. Destilador.



Fuente: Autores de proyecto.

2.3.2.2 Resultados obtenidos

- **Puntos de ebullición:** Lecturas corregidas según norma.

Tabla 5. Lecturas de punto de ebullición.

Punto inicial de ebullición	310 °C
50 % recuperado	320.1 °C
90 % recuperado	328 °C
Punto final de ebullición	330 °C
% recuperado	97%
% Residuo	2 %
% Perdidas	1 %

Fuente: Autores de proyecto.

- **Índice de Cetanos:** Esta estimación se hizo utilizando la formula mencionada en la norma ASTM D976, necesitando los valores de densidad y punto de ebullición al 50% recuperado.

El índice de cetanos obtenido para la prueba experimental #4 fue de: **51**.

Con los resultados obtenidos en esta fase, se pudo determinar:

- Cantidad de materia prima para la producción de la planta piloto.
- Parámetros para el diseño de los diferentes componentes de la planta.
- Propiedades fisicoquímicas con las cuales se establecerá un punto de referencia con el cual se compara los resultados del biodiesel obtenido ya utilizando los equipos de la planta piloto.

3. DISEÑO DE LA PLANTA PILOTO

La planta piloto consta de los siguientes elementos:

- ✓ Reactor
- ✓ Decantador
- ✓ Tanques de alimentación con su soporte
- ✓ Recuperador de alcohol
- ✓ Tanque de lavado.

El diseño de estos elementos se ha hecho una vez conocidos los resultados de las pruebas experimentales que permitieron encontrar las cantidades de materia prima que intervienen en el proceso y que aseguran un alto rendimiento y una alta calidad del producto obtenido. El primer elemento que se diseñó fue el reactor debido a que este equipo es el más importante de la planta ya que de su buen diseño depende una buena reacción. Posteriormente, se diseñó el decantador para poder asegurar la separación de las dos fases resultantes del proceso de transesterificación de manera continua como se especificó en los objetivos de este trabajo de grado.

Una vez lograda una correcta separación de los productos (Biodiesel+glicerina), se hace necesario el sistema de purificación del Biodiesel y de recuperación de parte del alcohol que interviene el proceso.

3.1 DISEÑO DEL REACTOR

Este diseño se hizo en dos etapas. En la primera se determinaron los flujos masicos de alimentación y salida del reactor y también su volumen; en la segunda se determinaron sus dimensiones y material de construcción.

3.1.1 Parámetros de entrada. Estos parámetros fueron determinados en la fase experimental del proceso, los cuales son:

- Relación molar de alcohol / aceite RMA. 10:1
- Cantidad de catalizador. 5.5 g / L aceite
- Tiempo de reacción. 75 min.

3.1.2 Primera etapa del diseño. Determinación de flujos masicos y volumen del reactor. Ya determinados estos parámetros, se procedió a determinar los flujos volumétricos que nos permitieron determinar el volumen total del reactor.

Peso molecular del aceite = 844.72 g/mol

Peso molecular alcohol metilico = 32 g/mol

3.1.2.1 Flujos Volumétricos de aceite y alcohol. Si tomamos una base de 20 Kg. de aceite, estos equivalen a 23,675 moles y al tener una RMA de 10: 1, se necesitan 236,75 moles de alcohol que equivalen a 7.576 Kg. de alcohol.

Conociendo las densidades del aceite y del alcohol metilico puro, las cuales son 860 Kg/m³ y 791,7 Kg/m³ respectivamente, ahora podemos determinar los volúmenes de aceite y alcohol por hora requeridos los cuales son:

23.256 L de aceite y 9.57 L de alcohol.

3.1.2.2 Cantidad de catalizador. Ahora se determina la cantidad necesaria de catalizador necesaria tomando como referencia la cantidad obtenida en las pruebas experimentales que fue de 5,5 g por cada litro de aceite; así, para 23,256 litros de aceite, se necesitan 0,128 Kg. de catalizador (NaOH).

3.1.2.3 Volumen del reactor. Ahora, si en cada hora de funcionamiento del reactor, este va a ser alimentado con 20 L de aceite, con las relaciones anteriores determinamos que el alcohol necesario es de 8,23 L. Estos volúmenes equivalen

a 17,2 Kg. de aceite, 6,51 Kg. de alcohol y 0,110 Kg. de catalizador. Esta sumatoria nos da un flujo másico de entrada de 23,82 Kg. /h al reactor.

$$6,51 \text{ Kg/h alcohol} + 17,2 \text{ Kg/h aceite} + 0,110 \text{ Kg/h catalizador} = 23,82 \text{ Kg/h}$$

En porcentajes es:

$$27,33\% \text{ alcohol} + 72,2\% \text{ aceite} + 0,46\% \text{ catalizador} = 100\%$$

Ponderando las densidades (despreciando la cantidad de catalizador):

$$(791,7 * 0,2733) + (860 * 0,722) = 837,29 \text{ Kg/m}^3$$

Este valor es la densidad ponderada de la masa reaccionante.

Para determinar el volumen del reactor, aplicamos la conocida formula que dice que en flujo estable, el volumen es igual al flujo volumétrico multiplicado por el tiempo.

$$V = T * Q$$

Donde V es el volumen, T es el tiempo y Q es el flujo volumétrico.

Ahora,

$$Q = \frac{m}{\rho}$$

Donde m es el flujo masico y ρ es la densidad ponderada.

Al reemplazar los valores en estas dos ecuaciones, obtenemos que el volumen que ocupa la masa reaccionante es de 35,56 L. El volumen total del reactor será entonces asumido de 40 L.

3.1.3 Segunda etapa del diseño. Dimensionamiento y selección del material de construcción. Obtenido el volumen final del reactor, se determinaron las dimensiones finales y el material de construcción, con el fin de que este pueda ser ubicado con facilidad en el laboratorio de maquinas térmicas alternativas y/o en el laboratorio de plantas térmicas.

El material de construcción escogido fue el acero inoxidable AISI 304 por sus grandes características anticorrosivas cuyos valores de esfuerzos son los siguientes¹⁰: $S_y = 264 \text{ MPa}$ y $S_U = 559 \text{ MPa}$.

Con el volumen total = $40 \text{ L} = 0,04 \text{ m}^3$ Ahora determinamos el diámetro interno del reactor tomando una lámina de 1m de longitud para la circunferencia usando la siguiente formula:

$$L = \pi * D$$

Obtenemos $D = 0,318 \text{ m}$

Con este diámetro interior, determinamos la altura del reactor con la siguiente formula:

$$V = \frac{\pi}{4} D^2 H$$

Y obtenemos $H = 0,5036 \text{ m} \cong 0,50 \text{ m}$

Al ser un recipiente sometido únicamente a la presión hidrostática de los reactivos, procedemos a determinar esta presión para el volumen de la masa reaccionante pero antes hallamos la altura de esta masa con la misma ecuación anterior pero con un volumen de 35,56 L y da como resultado

$h = 0,4477 \text{ m}$. Con esta altura determinamos la presión de operación del reactor con la siguiente formula:

$$P = \rho gh$$

¹⁰ Acero RYALCO

Y con los valores de densidad y altura ya conocidos y la aceleración de la gravedad tomada como $9,81 \text{ m/s}^2$ el resultado es:

$$P_{\text{operacion}} = 3677,325 \text{ Pa}$$

La presión máxima de operación será la presión a la cual trabaja el reactor si se encuentra completamente lleno, o sea, con una altura de 0,50 m. Esta presión se halla con la misma ecuación anterior y el resultado es:

$$P_{\text{max operación}} = 4106,9 \text{ Pa}$$

Por criterios de diseño, se toma la presión de diseño como 1.1 veces la presión máxima de operación.

$$P_{\text{dis}} = 4517,6 \text{ Pa}$$

Seguidamente, determinamos el espesor necesario del reactor con la siguiente formula¹¹:

$$t = \frac{P * R}{(S_y * E) - 0.6 * P}$$

Donde t es el espesor del reactor, R es el radio interno del reactor, E es la eficiencia de la soldadura que para nuestro caso es 0,6 ya que se realizo solo una inspección visual a la junta, S_y es el esfuerzo a la tensión del material y P es la presión de diseño. Con estos valores ya conocidos se halla el espesor requerido:

$$t = 4,52 \times 10^{-6} \text{ m} \cong 5 \times 10^{-6} \text{ m}$$

Lo que indica que los esfuerzos inducidos por la carga de reactivos no son representativos para realizar un análisis.

Posteriormente se diseñaron los soportes del reactor siguiendo la metodología de la misma fuente consultada para el paso anterior determinando una altura de los

¹¹ MEGYESY, Eugen F. Pressure Vessel Handbook, cuarta edición. USA: Publishing Inc. Tulsa OK. 1977. 415 p.

soportes de 1 m y seleccionando tubería de acero inoxidable AISI 304 de diámetro nominal 1" cedula 40 cuyas dimensiones son las siguientes¹²:

Numero de soportes =3

Diámetro interno (d) = 26,645 mm

Diámetro externo (D) = 33.401 mm

Espesor (t) = 3,378 mm

Área transversal (A) = 318,6 mm²

Con estas dimensiones determinamos el momento de inercia (*I*) de la sección con la formula:

$$I = \frac{\pi}{64}(D^4 - d^4)$$

Cuyo resultado es $I = 82,9 \text{ mm}^4$

Con este valor determinamos el radio de giro mediante la formula:

$$r = \sqrt{\frac{I}{A}}$$

Que con los valores ya mencionados resulta en $r = 0,51 \text{ mm}$

Ahora se determina la relación L / r donde L es la longitud de los soportes; el valor de esta relación es: 1,96

Posteriormente y siguiendo la metodología de la fuente consultada hallamos el esfuerzo admisible en las fibras del material bajo carga axial concéntrica por medio de la siguiente formula:

$$Fa = \frac{18000}{1 + \left(\frac{L^2}{18000 * r^2} \right)}$$

con valores en pulgadas.

El valor de este esfuerzo es de 17996,15 PSI \cong 124,08 MPa

¹² A. Mills, TRANSFERENCIA DE CALOR, USA, McGrawHill. 1999. 890 p.

Estimando un peso del conjunto reactor-agitador y carga de 50 Kg., tenemos una fuerza de 481,6 N, lo que indica que cada soporte sostiene 160,53 N. El área requerida por cada soporte se obtiene al dividir esta fuerza por el esfuerzo obtenido y tenemos:

$$A_{req} = 1,29 \text{ mm}^2$$

Lo que indica que estos soportes aguantan con facilidad esta carga.

Figura 11. Reactor CSTR proyecto.



Fuente: Autores de proyecto.

3.2 DISEÑO DEL DECANTADOR

Determinado el flujo de salida del reactor, y conociendo la velocidad de decantación de la glicerina midiendo la altura de la interfaz, se pudo determinar las dimensiones finales.¹³

El flujo de salida del reactor es igual a la suma de los flujos de entrada de alcohol y aceite que suman 0,470 L / min.

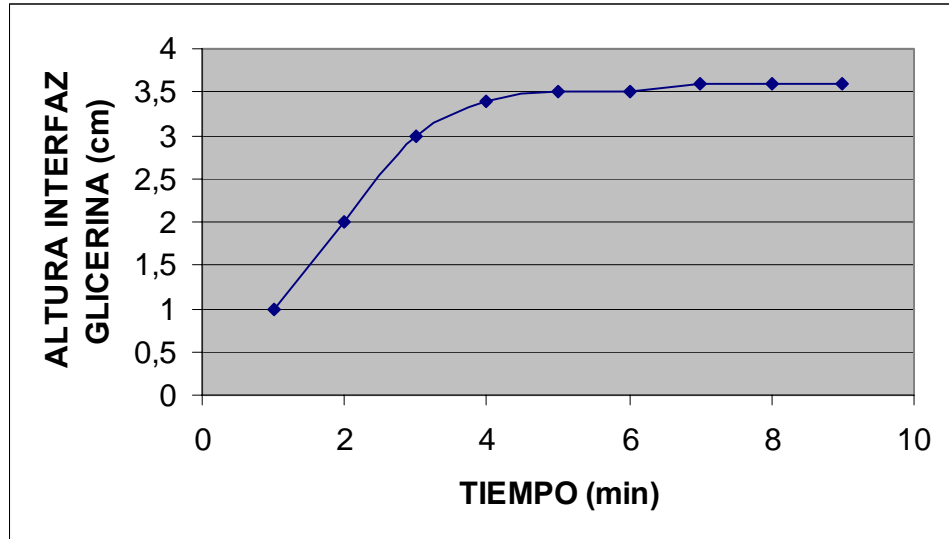
Tabla 6. Parámetros diseño decantador.

Tiempo (min)	Altura de la interfaz glicerina-biodiesel (cm)
1	1
2	2
3	3
4	3,4
5	3,5
6	3,5
7	3,6
8	3,6
9	3,6

Fuente: autores de proyecto.

¹³ Ver anexo C

Figura 12. Grafica de parámetros diseño decantador.



Fuente: Autores de proyecto.

De la anterior tabla se observa que después de transcurridos 8 minutos, la decantación no presenta un avance significativo y podemos tomar este tiempo como el principal parámetro de diseño del decantador.

Flujo de alimentación = 0,470 L

Volumen depositado en 8 min = $0,470 \text{ L / min} * 8 \text{ min} = 3,76 \text{ L}$

Volumen total del decantador = 5 L

El volumen de 5 L es necesario para posibilitar que la fase pesada se deposite totalmente en el fondo y la fase liviana que sale por rebose se encuentre libre de glicerina. Para esto también se colocaron dos baffles ubicados antes del rebosadero y la entrada de la alimentación inclinada que hace que el flujo sea lo más laminar posible facilitando su deposición.

Además el decantador lleva un visor de nivel lateral el cual nos permite observar la cantidad de glicerina para poder evacuarla después por la válvula de $\frac{1}{4}$ ubicada en el fondo del decantador. (Ver figura).

Figura 13. Decantador.



Fuente: Autores de proyecto.

3.3 OTROS EQUIPOS

Debido a que el proceso de producción no requiere solamente del diseño y construcción del reactor y el decantador, se hace necesaria la construcción de otros equipos para los siguientes procesos:

- Lavado.
- Purificado
- Tanques de alimentación.
- Estante para tanques de alimentación.
- Sistema eléctrico.

3.3.1 Lavado. Para este proceso se seleccionó un tanque plástico, de 0.35 m, de diámetro y 0.65 m de altura, con una perforación en el fondo para extracción del agua de lavado, esto se hizo con el fin de poder lavar grandes cantidades de biodiesel y después enviarlo al proceso de purificado.

3.3.2 Purificado. Debido a que después del lavado aun se encuentran residuos de alcohol presentes en el biodiesel, se necesita hacer una extracción de este, por lo cual se diseño este recipiente que permite la evaporación y recuperación de estos residuos.

El diseño de este equipo empezó por determinar su volumen el cual fue fijado en 40 L que es la producción aproximada de la planta durante 2 horas de operación continua. Esto permite tener un tiempo prudencial de carga y descarga de este equipo sin afectar el proceso de producción.

Las dimensiones de este equipo se determinaron de la misma manera que las del reactor y por lo tanto son las siguientes:

Altura = 0,50 m

Diámetro interno = 0,318 m

Material: Lamina de acero galvanizado calibre 18

Figura 14. Tanque de purificado.



Fuente: Autores de proyecto

3.3.3 Alimentación del reactor.

- Alimentación: Para la alimentación del reactor se diseñaron tanques para cada una de las materias primas, estos tanques llevan en le fondo válvulas con las cuales se les hace el respectivo control de flujo. A continuación se presenta el proceso de dimensionamiento de estos.
- Soporte: para el soporte de estos tanques se diseño un estante de las siguientes dimensiones. (ver Anexo C)

La primera variable que se determino en el diseño de estos tanques fue la de su capacidad ya que esta depende de los flujos de alimentación del reactor y al ser estos flujos pequeños, la capacidad de almacenamiento también lo es.

3.3.3.1 Tanque de alimentación del aceite. Para la alimentación del aceite, cuyo flujo es de 20 L / h, la capacidad se determino en 18 L y sus dimensiones entonces son las siguientes:

Diámetro interior = 0,25 m

Altura = 0,37 m

Material: Lamina de acero galvanizado calibre 18

El espesor del tanque no se determino según alguna normativa de recipientes presurizados ya que por sus dimensiones y carga de trabajo no se inducen esfuerzos significativos en el material seleccionado.

La recarga del aceite se realiza una vez el nivel haya descendido a 5 L desde un nivel de 10 L, lo que toma un tiempo de 15 min. Este cambio de nivel se indica por medio de una manguera que actúa como visor.

3.3.3.2 Tanque de alimentación del alcohol. El tanque de alimentación del alcohol, al tener este un flujo menor que el aceite (8,23 L / h), se dimensiono con una capacidad de 8 L y sus dimensiones son las siguientes:

Diámetro interior = 0,205 m

Altura = 0,25 m

Material: Lamina de acero galvanizado calibre 18

El espesor del tanque no se determino según alguna normativa de recipientes presurizados ya que por sus dimensiones y carga de trabajo no se inducen esfuerzos significativos en el material seleccionado.

La recarga de alcohol se realiza una vez el nivel haya descendido a 3 L desde un nivel de 6 L, lo que toma un tiempo de 22 min. Este cambio de nivel se indica por medio de una manguera que actúa como visor.

Figura 15. Tanques de almacenamiento.



Fuente: Autores de proyecto.

3.3.4 Soporte de los tanques de alimentación. Determinando una altura de este soporte de 1,65 m y seleccionando un ángulo DIACO $h \times t = 25 \times 4,5$ mm de las siguientes características:

Numero de patas = 4

Área transversal (A) = 206 mm^2

Mínimo radio de giro de la sección (r) = 4,7 mm

Ahora se determina la relación L / r donde L es la longitud de los soportes; el valor de esta relación es: 351,06

Posteriormente y siguiendo la metodología de la fuente consultada hallamos el esfuerzo admisible en las fibras del material bajo carga axial concéntrica por medio de la siguiente formula:

$$Fa = \frac{18000}{1 + \left(\frac{L^2}{18000 * r^2} \right)}$$

con valores en pulgadas.

El valor de este esfuerzo es de 2290,6 PSI \cong 15,23 MPa

Estimando un peso del conjunto tanques-agitadores, carga y control de 70 Kg., tenemos una fuerza de 686,7 N, lo que indica que cada soporte sostiene 171,67 N. El área requerida por cada soporte se obtiene al dividir esta fuerza por el esfuerzo obtenido y tenemos:

$$A_{req} = 10,84 \text{ mm}^2$$

Lo que indica que este soporte¹⁴ también aguanta con facilidad esta carga.

3.3.5 Sistema eléctrico. El sistema eléctrico utilizado es para la alimentación de cada una de las resistencias que calientan los fluidos y para la alimentación de los motores de agitación de cada uno de los tanques, todos ellos van conectados a la línea de 110 voltios, con requerimientos de amperaje diferente, esto se muestra con más detalle en los planos presentados en los anexos.

3.4 Montaje y Puesta en funcionamiento de la planta piloto. Después de la construcción de cada uno de los elementos constituyentes de la planta se procedió a:

- Lugar de montaje: se selecciono el laboratorio de maquinas térmicas alternativas para el ensamblaje de la planta, debido a la imposibilidad de utilizar el laboratorio de plantas térmicas por remodelación, el cual se había seleccionado por cuestiones de espacio.

¹⁴ Ver anexo C

- Montaje: para este montaje se ubico el estante en un lugar relativamente amplio el cual debe estar cerca a una línea de 110 voltios para las conexiones eléctricas, sobre este estante se ubicaron los tanques de alimentación del reactor previo diseño, el sistema de control de temperatura, y el sistema de encendido para los agitadores y las resistencias eléctricas para calentamiento, luego se ubico el reactor y el decantador, y por ultimo se ubicaron el tanque de lavado y el purificador.

Figura 16. Montaje final.

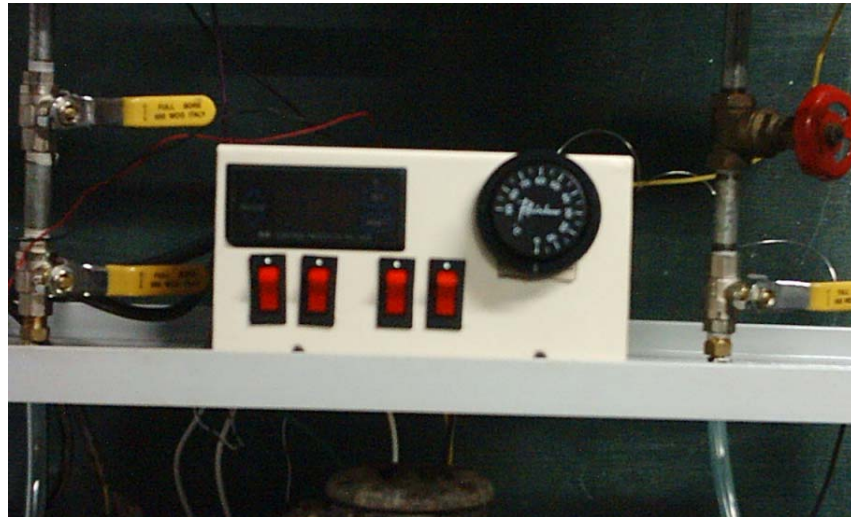


Fuente: Autores de proyecto.

- Funcionamiento del sistema eléctrico: finalizado el montaje de la planta, se hicieron las respectivas conexiones eléctricas al panel de control y se verifico su funcionamiento comprobando que cada uno de los elementos eléctricos como agitadores funcionaran correctamente, y revisando que los controladores de temperatura tuvieran un margen de error mínimo, esto se hizo mediante el uso

termocuplas debidamente calibradas las cuales pertenecen al laboratorio de plantas térmicas.

Figura 17. Sistema de control y eléctrico.



Fuente: Autores de proyecto.

- Medición de flujos: se procedió primero a la medición de flujos de alimentación al reactor, los cuales se efectuaron mediante un proceso de prueba y error hasta lograr el flujo por unidad de tiempo especificado en la fase de diseño, para esto se colocaron dos válvulas a la salida de los tanques alimentadores, con los cuales se tiene un mayor control de flujo, al utilizar la primera como reguladora de flujo y la segunda como válvula ON-OFF. El paso siguiente fue medir el flujo de salida del reactor para tener un continuo hacia el proceso de decantación.

4. PRUEBAS EXPERIMENTALES DE LA PLANTA PILOTO

4.1 PRUEBA DE PRODUCCIÓN

Después de haber logrado un punto óptimo de funcionamiento de la planta se dispuso esta ha producir una cantidad considerable de biodiesel para la determinación de rendimiento y realización de pruebas posteriores.

4.1.1 Rendimiento. Para esta prueba se utilizaron 20 litros de aceite con su equivalente necesario de alcohol y catalizador, durante 1 hora manteniendo la temperatura dentro de los rangos ya establecidos en la fase experimental, y con una agitación de 220 r.p.m. Bajo estas condiciones se dio un rendimiento similar al obtenido en la fase experimental, de 16.3 L de biodiesel purificado lo cual representa un 81.5% de rendimiento de la reacción, y se recuperó además 0.823 L de alcohol que equivale a un 10% del alcohol introducido.

Figura 18. Biodiesel producido.



Fuente: Autores de proyecto.

4.1.2 Consumo de potencia. Debido al uso de resistencias eléctricas y agitadores se debe hacer un estimativo de consumo de energía de la planta piloto.

El reactor mantiene su agitación durante todo el proceso y su motor es de una potencia nominal de $\frac{1}{4}$ HP (0,1865 KW). Para una hora de producción, su consumo es de 0,1865 Kwh pero su resistencia eléctrica de 2 Kw se mantiene encendida durante aproximadamente 0,5 h por lo que su consumo es de 1 Kwh sumando un total de 1,1865 Kwh.

El tanque de alimentación de aceite enciende y apaga su agitación y su resistencia simultáneamente; el motor es de $\frac{1}{4}$ HP (0,1865 Kw) y su resistencia es de 1Kw. El tiempo que duran estos dos instrumentos encendidos es también de 0,5 h y su consumo total es de 0,59325 Kwh. El tanque de alimentación del alcohol también mantiene encendido su agitador durante 0,5 h y su potencia también es de $\frac{1}{4}$ HP (0,1865 Kw). Su consumo es de 0,09325 Kwh.

El purificador contiene una resistencia eléctrica de 2 Kw la cual se enciende durante todo este proceso que dura aproximadamente 0,5 h por lo que su consumo es de 1 Kwh.

La sumatoria de todos estos consumos se tabula a continuación.

Tabla 7. Consumo de Potencia Horario

ELEMENTO	POTENCIA NOMINAL	TIEMPO DE CONSUMO PROMEDIO	CONSUMO DE POTENCIA
Resistencia eléctrica reactor	2 KW	0,5 h	1 KWh
Agitador reactor	0,1865 KW	1 h	0,1865 KWh
Agitador alcohol	0,1865 KW	0,5 h	0,09325 KWh
Resistencia eléctrica aceite	1 KW	0,5 h	0,5 KWh
Agitador aceite	0,1865 KW	0,5 h	0,09325 KWh
Purificador	2 KW	0,5 h	1 KWh
TOTAL			2,873 KWh

Fuente: Autores de Proyecto

4.1.3 Costos de operación. Los costos de producción se han hecho siguiendo la metodología expuesta en el capítulo 3 del libro “Elements of Thermal-Fluid System Design”. Los costos a tener en cuenta para una producción hipotética de esta planta durante 330 días al año y 24 horas al día que equivalen a 7920 h/año, para una producción de 129096 L/año de biodiesel (16,3 L/h) son los siguientes:

- Costos fijos
- Costo de materia prima
- Ingresos por subproductos
- Costos directos del proceso
- Costos indirectos del proceso

4.1.3.1 Costos fijos. Es el costo de la construcción de la planta y para este trabajo fue el siguiente: \$1'084000

4.1.3.2 Costos de materia prima. Este valor para la producción obtenida anteriormente (16.3 L/h biodiesel) se divide en los siguientes:

- Aceite de palma (oleoflor) = \$50.000 recipiente 20 L. (2500 \$/L)
- Alcohol Metílico (99% pureza) = \$29.000 Galón. (7483,87 \$/L)
- Catalizador NaOH = \$3000 pesos 250 gramos. (12000 \$/Kg.)

4.1.3.3 Ingresos por subproductos. El subproducto que se obtiene del proceso del biodiesel es glicerina sin purificar, cuyo costo aproximado es de 4000 \$/L y se obtienen aproximadamente 3,7 L/h durante el proceso.

4.1.3.4 Costos directos del proceso. Los parámetros que involucran los costos directos del proceso según la fuente consultada son los siguientes: Agua de lavado, energía eléctrica, trabajadores, recargos por nomina, y gastos de mantenimiento.

- ✓ Agua de lavado: La cantidad de agua de lavado usada es de aproximadamente de un 30% de la cantidad de biodiesel que se va a lavar, lo que indica que son necesarios 5 L de agua cada hora y 396000 L (396 m³) al año a un costo de 767 \$/m³ que es el promedio del precio en el área metropolitana de B/ga.
- ✓ Energía eléctrica: Conociendo el consumo de potencia de la planta para 16,3 L de biodiesel que es la producción de una hora, hallamos la potencia eléctrica consumida al año y es de 370892 KWh y cuyo costo es de \$273.48 pesos por kilovatio hora. (Promedio B/ga).

- ✓ Mano de obra: Es el numero de trabajadores que necesita la planta cada hora para su buen funcionamiento y se ha estimado en 5, (producción, lavado, purificado y otros oficios). Anualmente representa una cantidad de 39600 trab/h a un costo de 1608 \$ / trab/h (S.M.L.V).
- ✓ Recargos por nomina: Estos costos están presentes cuando los trabajadores no reciben toda la misma remuneración y se estima en un 40% del costo anterior.
- ✓ Gastos de mantenimiento: El valor de estos gastos de estima en un 6% del valor de los costos fijos.

4.1.3.5 Costos indirectos del proceso. Son los costos que se derivan de la perdida de valor de la moneda, la carga tributaria y en general, aspectos que no tienen que ver con el proceso que se desarrolla en la planta. Para este trabajo se han considerado como costos indirectos la depreciación de la moneda y el aseguramiento de la planta; los impuestos no se han tomado en cuenta ya que la futura reglamentación en este tema a nivel nacional comprende una exención de impuestos como ya se ha hecho en otros países.

- Depreciación: Es la perdida de valor de los equipos de la planta con el paso del tiempo y se ha tomado como un porcentaje de los costos fijos (5%)
- Aseguramiento: También se ha tomado como un porcentaje de los costos fijos (0,5%) y representa el valor anual de contar con un seguro contra cualquier eventualidad que se pueda presentar.

A continuación se presenta la tabulación de estos cálculos.

Costos fijos = %1'084000 Producción anual = 129096 L biodiesel

Tabla 8. Costos Anualizados de Producción

	Cantidad anual	Costo por unidad	Costo por año \$/año	Costo por litro \$/L
MATERIA PRIMA				
Aceite vegetal	158400 L	2500	396'000000	
Alcohol metílico	65181,6 L	7483,87	487'810000	
Catalizador	871,2 Kg	12000	10'454000	
SUBPRODUCTOS				
Glicerina bruta	29304 L	4000	-117'048000	
COSTOS DIRECTOS				
Agua lavado	396 m ³	767	303732	
Electricidad	370892 KWh	273,48	101'431544	
Mano de obra	39600 trab/h	1608,3	63'688680	
Recargos por nomina	40% de trabajadores		25'475472	
Mantenimiento	6% de costos fijos		65040	
COSTOS INDIRECTOS				
Depreciación	5% de costos fijos		54200	
Aseguramiento	0,5% de costos fijos		5420	
TOTAL			968'072088	7498,85

Fuente: Autores de Proyecto

Se puede afirmar que la principal desventaja del biodiesel frente a otros combustibles como el diesel cuyo precio promedio es de \$ 1006,45 por litro es su alto precio de producción, aunque para una planta de proporciones mucho mayores el precio de producción debe ser menor que el acá estimado.

4.2 PRUEBAS FISICOQUÍMICAS

Debido a la necesidad de comparar los niveles de calidad obtenidos en la fase experimental, con una producción mayor, se realizaron nuevamente las pruebas de viscosidad, destilación y estimación del índice de cetanos como lo indican las

normas ya referenciadas¹⁵, el equipo utilizado fue el mismo que se utilizó en la fase experimental. (Ver figuras 13 y 14). Los resultados obtenidos son los siguientes:

Tabla 9. Pruebas biodiesel.

DENSIDAD (gr/ml)	0.867
VISCOSIDAD 40 °C (mm²/seg.)	4.075
Punto inicial de ebullición (°C)	307.5
50% Recuperado (°C)	320.1
90% Recuperado (°C)	327.7
Punto final de ebullición (°C)	334
% Recuperado	97%
% Perdidas	1%
% Residuos	2%

Fuente: Autores de proyecto.

El índice de cetanos obtenido para la prueba de producción final fue de: 51.

Además se determinó el punto de nube del biodiesel, y se comparó con los consultados de literatura de pruebas anteriores. Este punto se halló en un baño de enfriamiento de temperatura controlada el cual se encuentra ubicado en laboratorio de cromatografía de la escuela de química. El valor de este punto fue de: **10 °C**

¹⁵ Ver anexo A

4.2.1 Pruebas cromatograficas. Estas pruebas se realizaron en el laboratorio de cromatografía de la Escuela de química dirigido por la Dra. Elena Stashenko. El equipo utilizado fue un Cromatógrafo de columna HP-5 (30 mm), como se muestra en la figura, los resultados obtenidos se encuentran en el anexo D.

Figura 19. Cromatografo.



Fuente: Autores de proyecto.

5 PRUEBAS EXPERIMENTALES EN MOTORES DE COMBUSTIÓN INTERNA

Después de realizarse las pruebas fisicoquímicas para comprobar la calidad del biodiesel, se hicieron pruebas de desempeño en un motor, para ver los factores en los cuales este influye. Estas pruebas se hicieron a diferentes mezclas de biocombustibles para ver el comportamiento tanto en emisiones como en potencia, torque y consumo de combustible.

5.1 EQUIPO UTILIZADO

Para estas pruebas se utilizo el siguiente equipo:

- Motor diesel, 4 tiempos marca KIA, de 2.2 litros de aspiración atmosférica con una potencial nominal de 60 H.P, ubicado en el laboratorio de maquinas térmicas alternativas de la escuela de ingeniería mecánica.

Figura 20. Motor Kia.



Fuente: Autores de proyecto.

- Prototipo Diagma D100, el cual fue desarrollado por el “Grupo de Investigación de Energía y Medio Ambiente” GIEMA de la Universidad Industrial de Santander, en el cual encontramos un analizador de gases, un opacímetro y un sensor Hall con el cual se miden las revoluciones del motor para cada una de las pruebas, utilizando para cada uno su respectivo software el cual se encuentra bajo el programa LabView, desarrollado por este grupo de investigación. Este equipo se encuentra ubicado en el laboratorio de maquinas térmicas alternativas.

Figura 21. Prototipo Diagma D100.



Fuente: Autores de proyecto.

- Para la realización de las pruebas se utilizó, además de diesel convencional, mezclas de biodiesel y diesel, en diferentes proporciones según su volumen. Estas mezclas fueron: B5 (5% de volumen de Biodiesel y 95% de diesel convencional), B10 y B20.

5.2. PRUEBAS DE EMISIONES

Para esta prueba se utilizo el modulo de analizador de gases y el opacimetro del prototipo Diagma D100 equipo mostrado en las siguientes figuras.

Figura 22. Analizador de gases.



Fuente: Autores de proyecto.

Figura 23. Opacimetro.



Fuente: Autores de proyecto.

Antes de la realización de las pruebas se hizo la respectiva calibración, y cambio de filtros del analizador de gases, y la limpieza de lentes del opacimetro.

El software utilizado para el análisis de las emisiones de gases ofrece una interfaz la cual muestra el comportamiento instantáneo de los gases emitidos, e indica los momentos requeridos por el programa para el análisis además de indicar las r.p.m del motor, la relación aire-combustible y el exceso de aire presente en la combustión (Lambda).

Figura 23. Visor software utilizado en emisiones.



Fuente: Autores de proyecto.

Los resultados obtenidos para el diesel convencional y cada una de las muestras fueron los siguientes:

Tabla 10. Resultados prueba motor emisiones 1.

COMBUSTIBLE	% OPACIDAD	P.P.M HC	% CO	% CO ₂	% O ₂	Λ (LAMBDA)	A/F
DIESEL	98.7	240	1.005	5.27	17.43	1.75	27.46
B5	98	165	0.68	4.4	17.765	2.31	36.22
B10	98.7	206	0.89	3.73	17.76	2.146	33.6
B20	98.3	182.6	0.72	3.33	17.89	2.15	33.78

Fuente: Autores de proyecto.

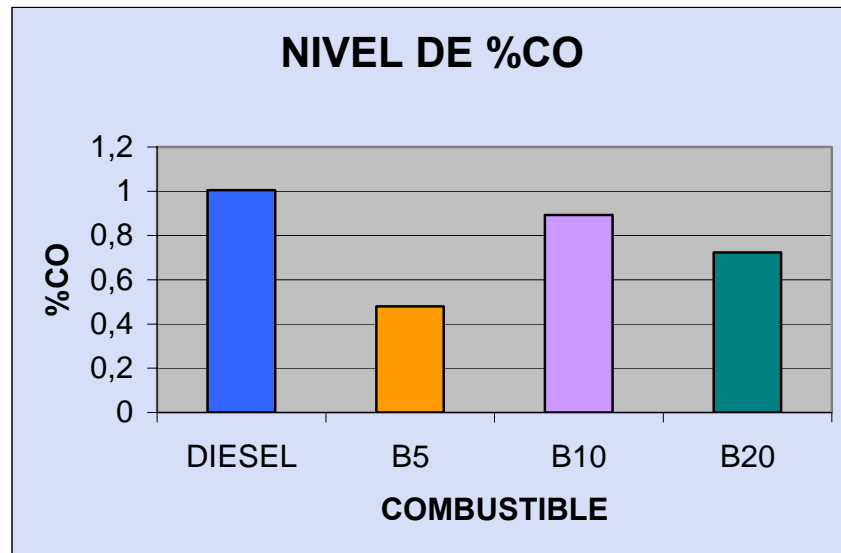
Tabla 11. Resultados prueba motor emisiones 2.

COMBUSTIBLE	HC (mg/sg)	CO (mg/sg)	CO ₂ (mg/sg)	O ₂ (mg/sg)	MP (mg/sg)
DIESEL	0.385	10.22	85.4	210.24	1.62
B5	0.235	4.98	74.8	217.93	1.5
B10	0.33	9.27	63.73	217.81	1.61
B20	0.296	7.53	57.49	218.49	1.54

Fuente: Autores de proyecto.

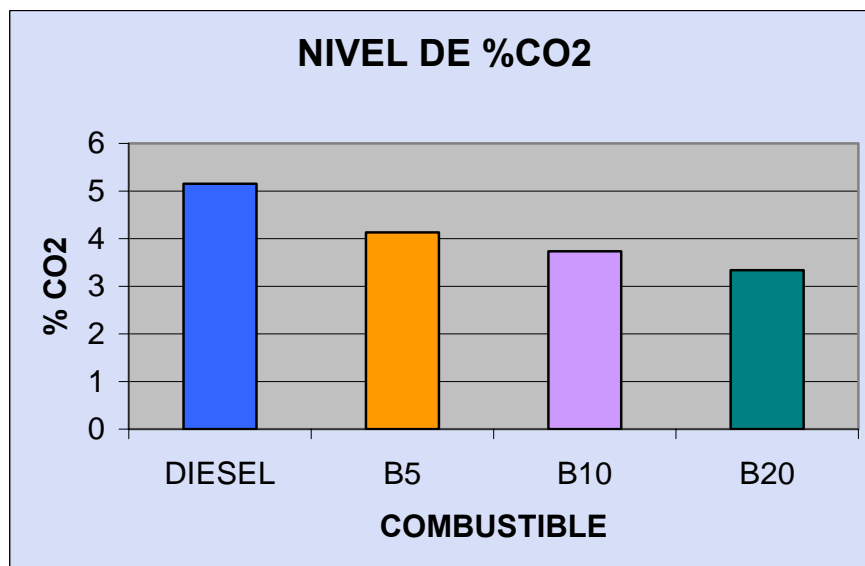
5.2.1 Graficas comparativas de emisiones. A continuación se mostrara el comportamiento con respecto a las emisiones de cada una de las mezclas de Biodiesel – diesel, además del comportamiento con respecto al consumo, estas pruebas se comparan al diesel normal.

Figura 24. Grafica nivel CO.



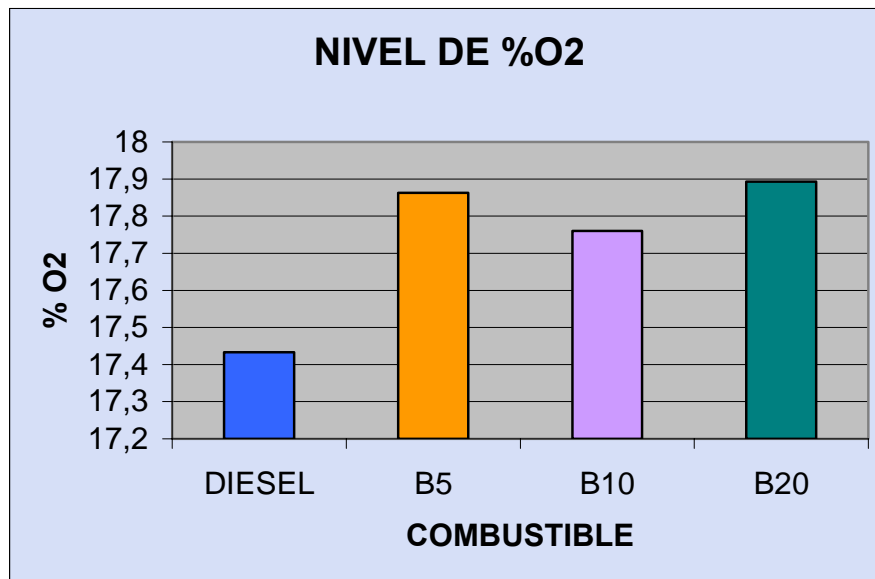
Fuente: Autores de proyecto.

Figura 25. Grafica nivel CO₂.



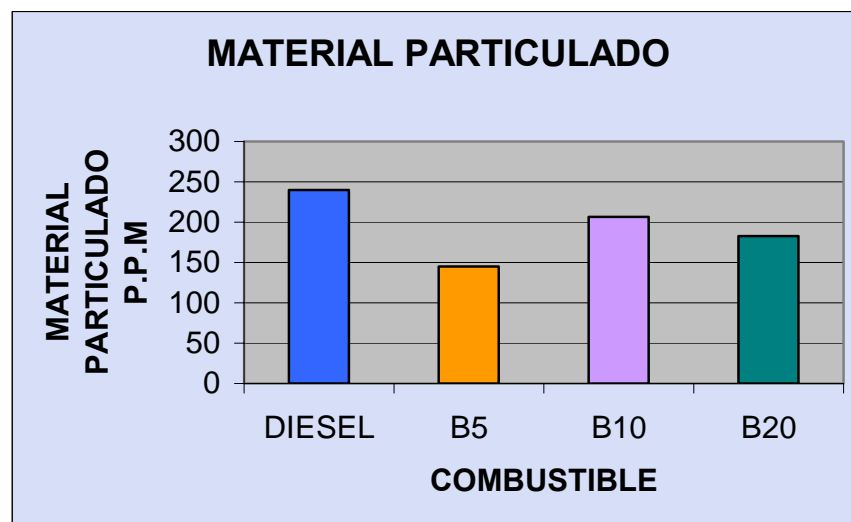
Fuente: Autores de proyecto.

Figura 26. Grafica nivel de O₂.



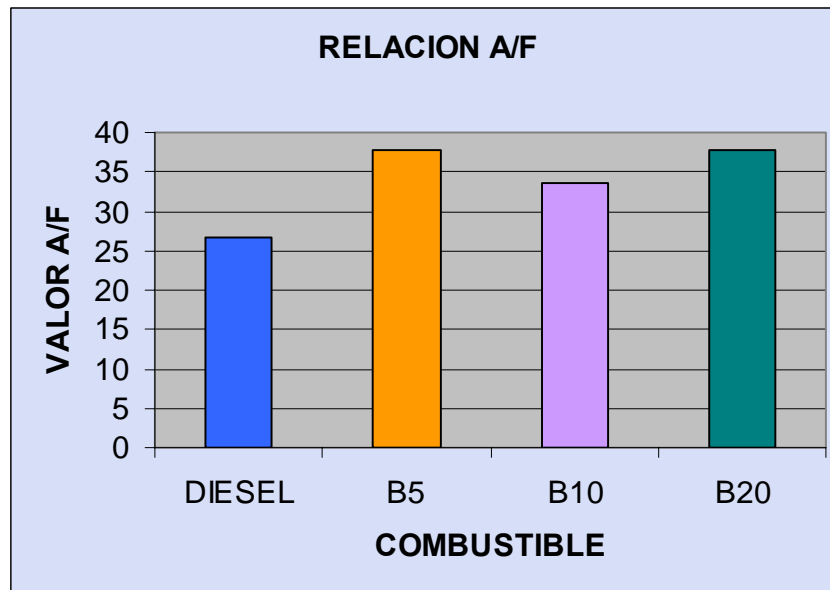
Fuente: Autores de proyecto.

Figura 27. Grafica material particulado.



Fuente: Autores de proyecto.

Figura 28. Grafica relación A/F.

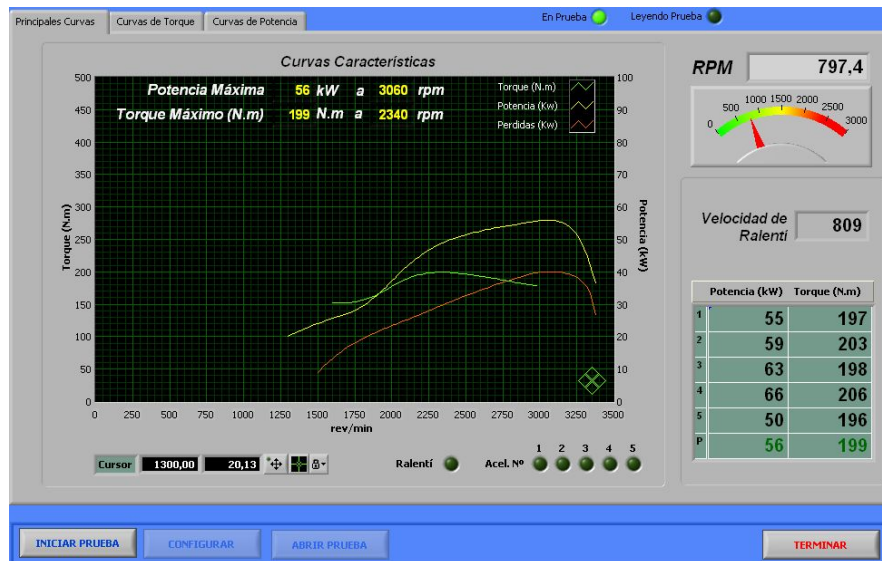


Fuente: Autores de proyecto.

5.3 PRUEBA DE POTENCIA Y TORQUE

Para esta prueba se utilizó el módulo de potencia del prototipo Diagma D100, este módulo consta del sensor Hall. El programa de potencia y torque tiene caracterizado el motor Kia por lo tanto su software determina la potencia y torque relativos a este motor.

Figura 29. Visor software utilizado potencia y torque.



Fuente: Autores de proyecto.

Los resultados de esta prueba son mostrados en una interfaz como se muestra en la figura anterior, y esta consta del valor del torque máximo, potencia máxima, y las velocidades donde se alcanzan estos valores.

Para esta prueba no se necesita calibrar el equipo y los resultados mostrados para cada uno de los combustibles utilizados se encuentran tabulados a continuación.

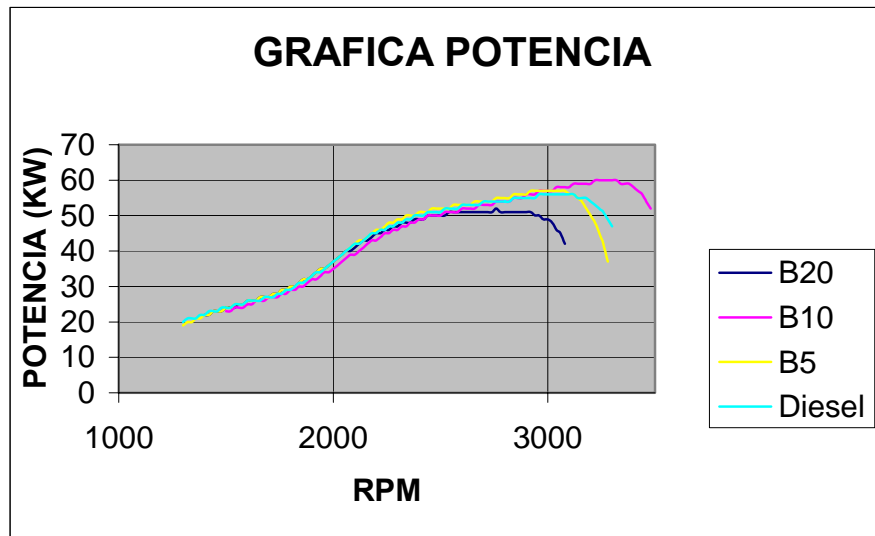
Tabla 12. Resultado prueba motor potencia y torque.

COMBUSTIBLE	POTENCIA MAX. (KW)	R.P.M	TORQUE MAX. (N*M)	R.P.M
DIESEL	56	3060	199	2340
B5	57	3020	202	2340
B10	60	3280	194	2380
B20	52	2760	196	2320

Fuente: Autores de proyecto.

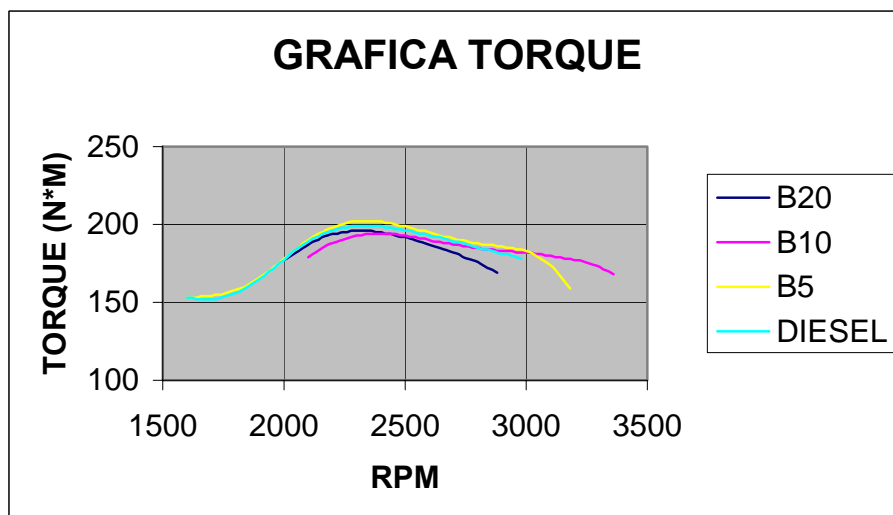
5.3.1 Graficas comparativas de torque y potencia. A continuación se mostrara el comportamiento con respecto al torque y la potencia con cada una de las diferentes mezclas de combustible.

Figura 30. Curva de Potencia Vs rpm



Fuente: Autores de Proyecto

Figura 31. Curva de Torque Vs rpm



Fuente: Autores de Proyecto

CONCLUSIONES

Del presente trabajo de grado **Diseño y construcción de una planta para producción de biodiesel de manera continua**, se puede concluir:

- La ingeniería mecánica es fuente de soluciones a las necesidades energéticas y medioambientales planteadas en este trabajo de grado.
- En la parte energética se logro desarrollar un sistema de producción de combustible para motores de combustión interna a partir de una fuente renovable como lo es la palma aceitera cuya utilización en el motor de prueba arrojó resultados satisfactorios en cuanto al desempeño del motor y concordantes con los resultados obtenidos en experiencias similares a nivel nacional e internacional
- En la parte medioambiental los resultados del producto obtenido también fueron satisfactorios ya que se lograron disminuir los índices de emisiones contaminantes producidas por la combustión en el motor lo cual es la principal ventaja del biodiesel.
- Mediante este proyecto se avanza hacia la aplicación de una tecnología que no requiere una grande inversión con miras a la futura implementación de una reglamentación sobre el tema de la disminución de las emisiones contaminantes a nivel nacional como ya se ha hecho en países europeos, asiáticos, los estados unidos y en Latinoamérica en países como Argentina, Brasil, Uruguay y México.

- Ante las desventajas presentadas por este biocombustible como lo es su precio, el aumento del consumo en el motor y su corto tiempo de almacenamiento antes de comenzar su degradación se hace necesario un análisis de estas desventajas y compararlas con las ventajas ya nombradas antes de avanzar en la futura aplicación de esta tecnología a gran escala.

RECOMENDACIONES

- El presente proyecto tendrá un valor mucho mayor si se continúa con la optimización del proceso mediante proyectos interdisciplinarios con estudiantes de Ing. Química y electrónica con el objetivo de lograr un producto de mayor calidad y un proceso más eficiente.
- Aunque el producto fue ensayado en un motor y medido su desempeño hace falta una prueba de durabilidad de los componentes de un motor funcionando con mezclas de biodiesel con diesel común e incluso con biodiesel puro que brinden información sobre la vida del motor bajo el continuo uso de este biocombustible.

BIBLIOGRAFÍA

- **Agudelo John y BENJUMEA, Pedro Nel.** Biodiesel de aceite crudo de palma colombiano: aspectos de su obtención y utilización. Colombia: Imprenta Universidad de Antioquia. Medellin. 2004. 60 p.
- **ASTM.** Annual Book of ASTM Standards, Section 5: Petroleum Products, Lubricants and Fossil Fuels. 2001.
- **BURMEISTER, Louis C.** Elements of Thermal-Fluid System Design. USA: Prentice Hall. New Jersey. 1998. 593 p.
- **D. Darnoko y CHERYAN Munir.** Kinetics of Palm oil Transesterification in a Batch Reactor. Artículo. University of Illinois, Department of Food Sciences and Human Nutrition, Agricultural Bioprocess Laboratory, Urbana, Illinois. 2000.
- **LAPUERTA M. y AGUDELO John.** Utilización de combustibles alternativos en motores térmicos. Módulo III. España: Sección de publicaciones de la Universidad de Castilla-la Mancha. Ciudad Real. 2005. 220 p.
- **MEGYESY, Eugen F.** Pressure Vessel Handbook, cuarta edición. USA: Publishing Inc. Tulsa OK. 1977. 415 p.
- **ONANONG, Chomsiri y CHIRAPORN, Mathaworn.** Methyl Esters from Palm Oil: Optimization of transesterification via Hydroxide Base- Catalyzed Reaction. Tesis pregrado. King Mongkut's Institute of Technology North Bangkok, Department of Industrial Chemistry. 2001.

- **PERRY, John H.** Manual Del Ingeniero químico, tercera edición, tomo I. USA: Mc Graw Hill book company Inc. 1974. 1429 p.

- **TRAMBOUZE, Pierre.** Chemical Reactors. Design / engineering / operation, primera edición. Francia: Editions Technip, Paris. 1988. 608 p.

- **U.S. Department of Energy.** Biodiesel Handling and Uses Guidelines. Segunda edición. Office of Scientific and Technical Information. 2004. 68 p.

- **WENZEL, Leonard A.** Principles of Unit Operations, segunda edición. Japon: Toppan Printing Company LTDA. 1975. 578 p.

ANEXO A. NORMAS UTILIZADAS EN PRUEBAS FISICOQUIMICAS



Designation: D 88 - 81 (Reapproved 1987)^{ε1}

American Association State
Highway and Transportation Officials Standard
AASHTO No: T 72
Method 304—Federal Test
Method Standard No. 791b
Replaces Method 4285 of Federal Test
Method Standard No. 141A

Standard Test Method for Saybolt Viscosity¹

This standard is issued under the fixed designation D 88; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

^{ε1} NOTE—Editorial changes were made throughout in January 1987.

1. Scope

1.1 This test method covers the empirical procedures for determining the Saybolt Universal or Saybolt Furol viscosities of petroleum products at specified temperatures between 21 and 99°C (70 and 210°F). A special procedure for waxy products is indicated.

NOTE 1—Test Methods D 445 and D 2170 are preferred for the determination of kinematic viscosity. They require smaller samples and less time, and provide greater accuracy. Kinematic viscosities may be converted to Saybolt viscosities by use of the tables in Method D 2161. It is recommended that viscosity indexes be calculated from kinematic rather than Saybolt viscosities.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.3 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 93 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Tester²
- D 117 Guide to Test Methods and Specifications for Electrical Insulating Oils of Petroleum Origin³
- D 140 Practice for Sampling Bituminous Materials⁴
- D 445 Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and the Calculation of Dynamic Viscosity)⁵

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-8 on Roofing, Waterproofing, and Bituminous Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D08.05 on Solvent-Bearing Bituminous Compounds for Roofing and Waterproofing.

Current edition approved April 24, 1981. Published July 1981. Originally published as D 88 - 21 T. In 1923, combined with former Methods D 47. Last previous edition D 88 - 56 (1973).

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 10.03.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vols 05.01 and 10.03.

D 2161 Method for Conversion of Kinematic Viscosity to Saybolt Universal Viscosity or to Saybolt Furol Viscosity³

D 2170 Test Method for Kinematic Viscosity of Asphalts (Bitumens)⁴

D 4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products⁶

D 4177 Method for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products⁶

E 1 Specification for ASTM Thermometers⁷

E 11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes⁸

E 102 Test Method for Saybolt Furol Viscosity of Bituminous Materials at High Temperatures⁹

3. Definitions

3.1 *Saybolt Universal viscosity*—the corrected efflux time in seconds of 60 mL of sample flowing through a calibrated Universal orifice under specified conditions. The viscosity value is reported in Saybolt Universal seconds, abbreviated SUS, at a specified temperature.

3.2 *Saybolt Furol viscosity*—the corrected efflux time in seconds of 60 mL of sample flowing through a calibrated Furol orifice under specified conditions. The viscosity value is reported in Saybolt Furol seconds, abbreviated SFS, at a specified temperature.

3.3 *Furol*—an acronym of "Fuel and road oils."

4. Summary of Method

4.1 The efflux time in seconds of 60 mL of sample, flowing through a calibrated orifice, is measured under carefully controlled conditions. This time is corrected by an orifice factor and reported as the viscosity of the sample at that temperature.

5. Significance and Use

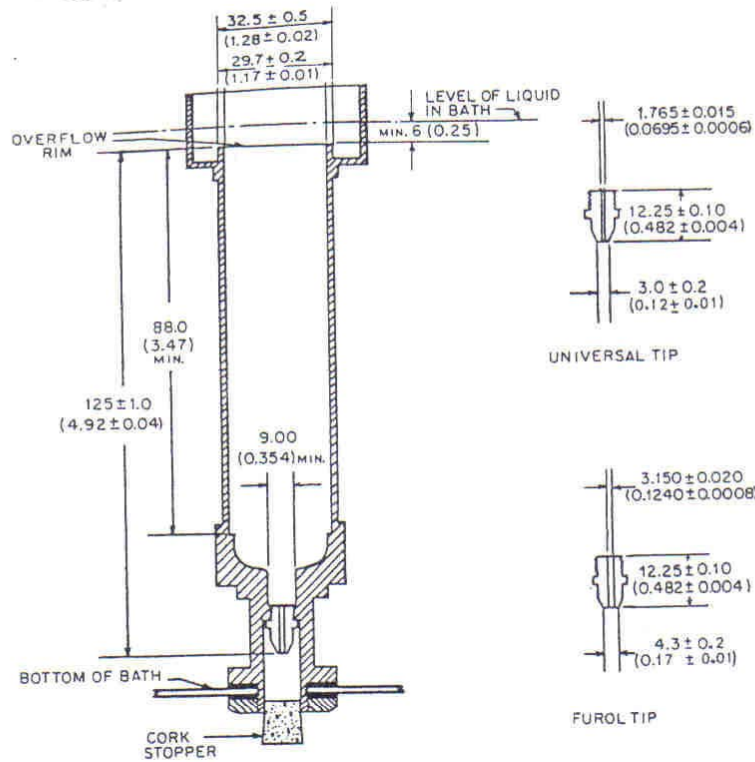
5.1 This test method is useful in characterizing certain petroleum products, as one element in establishing unifor-

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

⁷ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.01.

⁸ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁹ Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.04.



NOTE—All dimensions are in millimetres (inches).

FIG. 1 Saybolt Viscometer with Universal and Furol Orifice

mity of shipments and sources of supply.

5.2 See Guide D 117 for applicability to mineral oils used as electrical insulating oils.

5.3 The Saybolt Furol viscosity is approximately one tenth the Saybolt Universal viscosity, and is recommended for characterization of petroleum products such as fuel oils and other residual materials having Saybolt Universal viscosities greater than 1000 s.

5.4 Determination of the Saybolt Furol viscosity of bituminous materials at higher temperatures is covered by Test Method E 102.

6. Apparatus

6.1 *Saybolt Viscometer and Bath*, as shown in Fig. 1 and described in Annex A1.

6.2 *Withdrawal Tube*, as shown in Fig. 2.

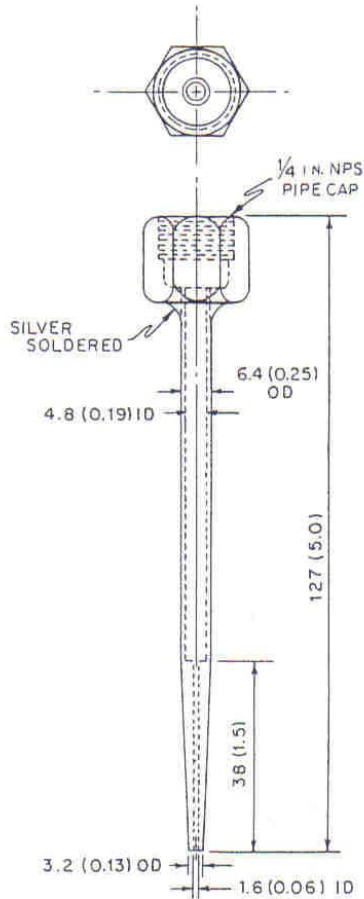
6.3 *Thermometer Support*, as shown in Fig. 3.

6.4 *Saybolt Viscosity Thermometers*, as listed in Table 1, for reading the temperature of the sample. Each thermometer shall conform to the requirements listed in Specification E 1 for that ASTM Thermometer Number.

6.5 *Bath Thermometers*—Saybolt Viscosity thermometers, or any other temperature-indicating means of equivalent accuracy.

TABLE 1 ASTM Saybolt Viscosity Thermometers

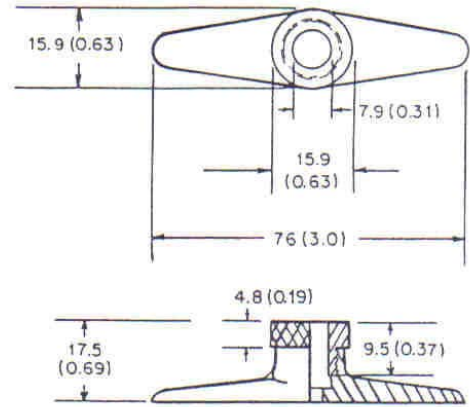
Standard Test Temperature °C (°F)	ASTM Thermometer No.	Thermometer	
		Range °C (°F)	Subdivisions, °C (°F)
21.1 (70)	17C (17F)	19 to 27	0.1 (0.2)
		(66 to 80)	
25.0 (77)	17C (17F)	19 to 27	0.1 (0.2)
		(66 to 80)	
37.8 (100)	18C (18F)	34 to 42	0.1 (0.2)
		(94 to 108)	
50.0 (122)	19C (19F)	49 to 57	0.1 (0.2)
		(120 to 134)	
54.4 (130)	19C (19F)	49 to 57	0.1 (0.2)
		(120 to 134)	
60.0 (140)	20C (20F)	57 to 65	0.1 (0.2)
		(134 to 148)	
82.2 (180)	21C (21F)	79 to 87	0.1 (0.2)
		(174 to 188)	
98.9 (210)	22C (22F)	95 to 103	0.1 (0.2)
		(204 to 218)	



NOTE—All dimensions are in millimetres (inches).
FIG. 2 Withdrawal Tube for Use with Saybolt Viscometer

6.6 *Filter Funnel*, as shown in Fig. 4, equipped with interchangeable 150- μm (No. 100) and 75- μm (No. 200) wire-cloth inserts meeting the requirements of Specification E 11 with respect to the wire cloth.

6.7 *Receiving Flask*, as shown in Fig. 5.



NOTE—All dimensions are in millimetres (inches).
FIG. 3 Thermometer Support

6.8 *Timer*, graduated in tenths of a second, and accurate to within 0.1 % when tested over a 60-min interval. Electric timers are acceptable if operated on a controlled frequency circuit.

7. Sampling

7.1 Sample the material in accordance with Practice D 140, Practice D 4057, or Method D 4177, as appropriate.

8. Preparation of Apparatus

8.1 Use a Universal orifice or tip for lubricants and distillates with efflux times greater than 32 s to give the desired accuracy. Liquids with efflux times greater than 1000 s are not conveniently tested with this orifice.

8.2 Use a Furol orifice or tip for residual materials with efflux times greater than 25 s to give the desired accuracy. See also 5.3.

8.3 Clean the viscometer thoroughly with an appropriate solvent of low toxicity; then remove all solvent from the viscometer and its gallery. Clean the receiving flask in the same manner.

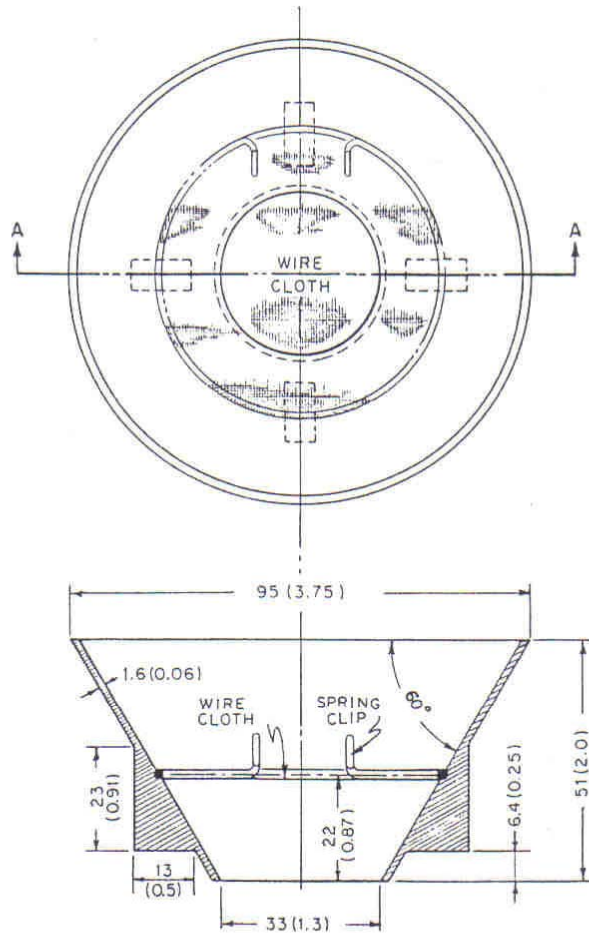
NOTE 2—The plunger commonly supplied with the viscometer should never be used for cleaning; its use might damage the overflow rim and walls of the viscometer.

8.4 Set up the viscometer and bath in an area where they will not be exposed to drafts or rapid changes in air

TABLE 2 Recommended Bath Media

Standard Test Temperature, °C (°F)	Recommended Bath Medium	Max Temp Differential, ^a °C (°F)	Bath Temperature Control Functional Precision, °C (°F)
21.1 (70)	water	±0.05 (0.10)	±0.03 (0.05)
25.0 (77)	water	±0.05 (0.10)	±0.03 (0.05)
37.8 (100)	water, or oil of 50 to 70 SUS viscosity at 37.8°C (100°F)	±0.15 (0.25)	±0.03 (0.05)
50.0 (122)	water, or oil of 120 to 150 SUS viscosity at 37.8°C (100°F)	+0.20 (0.35)	±0.03 (0.05)
54.4 (130)	water, or oil of 120 to 150 SUS viscosity at 37.8°C (100°F)	+0.30 (0.50)	±0.03 (0.05)
60.0 (140)	water, or oil of 120 to 150 SUS viscosity at 37.8°C (100°F)	+0.60 (1.0)	±0.06 (0.1)
82.2 (180)	water or oil of 300 to 370 SUS viscosity at 37.8°C (100°F)	+0.80 (1.5)	±0.06 (0.1)
98.9 (210)	oil of 330 to 370 SUS viscosity at 37.8°C (100°F)	+1.10 (2.0)	±0.06 (0.1)

^a Maximum permissible difference between bath and sample temperatures at the time of the test.



NOTE—All dimensions are in millimetres (inches).

FIG. 4 Filter Funnel for Use with Saybolt Viscometer

temperature, and dust or vapors that might contaminate a sample.

8.5 Place the receiving flask (Fig. 5) beneath the viscometer so that the graduation mark on the flask is from 100 to 130 mm (4 to 5 in.) below the bottom of the viscometer tube, and so that the stream of oil will just strike the neck of the flask.

8.6 Fill the bath to at least 6 mm (1/4 in.) above the overflow rim of the viscometer with an appropriate bath medium selected from Table 2.

8.7 Provide adequate stirring and thermal control for the bath so that the temperature of a test sample in the viscometer will not vary more than $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$ ($\pm 0.05^{\circ}\text{F}$) after reaching the selected test temperature.

8.8 Do not make viscosity measurements at temperatures below the dew point of the room's atmosphere.

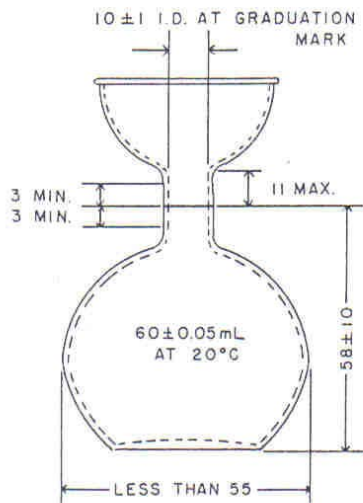
8.9 For calibration and referee tests, keep the room temperature between 20 and 30°C (68 and 86°F), and record the actual temperature. However room temperatures up to 38°C (100°F) will not introduce errors in excess of 1 %.

9. Calibration and Standardization

9.1 Calibrate the Saybolt Universal viscometer at periodic intervals by measuring the efflux time at 37.8°C (100°F) of an appropriate viscosity oil standard, following the procedure given in Section 10. See Annex A2 for viscosity oil standards available.

9.2 The efflux time of the viscosity oil standard shall equal the certified Saybolt viscosity value. If the efflux time differs from the certified value by more than 0.2 %, calculate a correction factor, *F*, for the viscometer as follows:

$$F = V/t$$



NOTE—All dimensions are in millimetres.

FIG. 5 Receiving Flask

where:

V = certified Saybolt viscosity of the standard, and
 t = measured efflux time at 37.8°C (100°F), s.

NOTE 3—If the calibration is based on a viscosity oil standard having an efflux time between 200 and 600 s, the correction factor applies to all viscosity levels at all temperatures.

9.3 Calibrate the Saybolt Furol viscometer at 50.0°C (122°F) in the same manner as above, using a viscosity oil standard having a minimum efflux time of 90 s.

9.4 Viscometers or orifices requiring corrections greater than 1.0 % shall not be used in referee testing.

10. Procedure

10.1 Establish and control the bath temperature at the selected test temperature.

10.1.1 Standard test temperatures for measuring Saybolt Universal viscosities are 21.1, 37.8, 54.4, and 98.9°C (70, 100, 130, and 210°F).

10.1.2 Standard test temperatures for measuring Saybolt Furol viscosities are 25.0, 37.8, 50.0, and 98.9°C (77, 100, 122, and 210°F).

10.1.3 Other standard test temperatures in use include 60.0 and 82.2°C (140 and 180°F).

10.2 Insert a cork stopper, having a cord attached for its easy removal, into the air chamber at the bottom of the viscometer. The cork shall fit tightly enough to prevent the escape of air, as evidenced by the absence of oil on the cork when it is withdrawn later as described.

10.3 If the selected test temperature is above room temperature, the test may be expedited by preheating the sample in its original container to not more than 1.7°C (3.0°F) above the test temperature. Never preheat any sample to within

28°C (50°F) of its flash point (see Test Methods D 93), because volatility losses might alter its composition.

10.4 Stir the sample well; then strain it through the 150- μ m (No. 100) wire cloth in the filter funnel directly into the viscometer until the level is above the overflow rim.

10.5 The viscosities of steam-refined cylinder oils, black lubricating oils, residual fuel oils, and similar waxy products can be affected by their thermal histories. Use the following preheating procedure with such products to obtain uniform results at temperatures below 93°C (200°F):

10.5.1 Heat the sample in its original container to about 50°C (122°F), with stirring and shaking to dissolve and blend waxy materials. Probe the bottom of the container with a stirring rod to be certain that all waxy materials are in solution, and mix well.

10.5.2 Pour about 100 mL into a 125-mL Erlenmeyer flask. Stopper loosely with a cork or rubber stopper.

10.5.3 Immerse the flask in a bath of boiling water for 30 min.

10.5.4 Mix well, remove the sample from the boiling water bath, wipe the outside of the flask dry, and strain the sample through the 75- μ m (No. 200) wire cloth in the filter funnel directly into the viscometer until the level is above the overflow rim.

10.6 Stir the sample in the viscometer with the appropriate viscosity thermometer equipped with the thermometer support (Fig. 3). Use a circular motion at 30 to 50 rpm in a horizontal plane. When the sample temperature remains constant within 0.03°C (0.05°F) of the test temperature during 1 min of continuous stirring, remove the thermometer.

NOTE 4—Never attempt to adjust the temperature by immersing hot or cold bodies in the sample. Such thermal treatment might affect the sample and the precision of the test.

10.7 Immediately place the tip of the withdrawal tube (Fig. 2) in the gallery at one point, and apply suction to remove oil until its level in the gallery is below the overflow rim. Do not touch the overflow rim with the withdrawal tube; the effective liquid head of the sample would be reduced.

10.8 Check to be sure that the receiving flask is in proper position; then snap the cork from the viscometer using the attached cord, and start the timer at the same instant.

10.9 Stop the timer the instant the bottom of the oil meniscus reaches the graduation mark on the receiving flask. Record the efflux time in seconds to the nearest 0.1 s.

11. Calculation and Report

11.1 Multiply the efflux time by the correction factor for the viscometer determined in 9.2.

11.2 Report the corrected efflux time as the Saybolt Universal or Saybolt Furol viscosity of the oil at the temperature at which the test was made.

11.2.1 Report values below 200 SUS or SFS to the nearest 0.1 s. Report values of 200 s or higher to the nearest whole second.

12. Precision and Bias

12.1 Precision and bias are under development.

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. SAYBOLT VISCOMETER AND ACCESSORIES

A1.1 *Viscometer*—The viscometer, illustrated in Fig. 1, shall be constructed entirely of corrosion-resistant metal, conforming to dimensional requirements shown in Fig. 1. The orifice tip, Universal or Furol, may be constructed as a replaceable unit in the viscometer. Provide a nut at the lower end of the viscometer for fastening it in the bath. Mount vertically in the bath and test the alignment with a spirit level on the plane of the gallery rim. Provide a cork or other suitable means to prevent the flow of sample until the start of the test; a small chain or cord may be attached to the cork to facilitate rapid removal.

A1.2 *Bath*—The bath serves both as a support to hold the viscometer in a vertical position as well as the container for the bath medium. Equip the bath with effective insulation and with an efficient stirring device. Provide the bath with a coil for heating and cooling and with thermostatically controlled heaters capable of maintaining the bath within the functional precision given in Table 2. The heaters and coil should be located at least 30 mm from the viscometer. Provide a means for maintaining the bath medium at least 6 mm (0.25 in.) above the overflow rim. The bath media are given in Table 2.

A2. VISCOSITY STANDARDS

A2.1 *Saybolt Viscosity Standards*—Viscosity oil standards conforming to ASTM requirements have certified Saybolt viscosity values established by cooperative determinations of kinematic viscosity values. The kinematic values are converted to Saybolt Universal and Saybolt Furol viscosity values by means of conversion tables given in Method D 2161. The approximate Saybolt viscosities are shown in Table A2.1.

A2.2 *Standards Conforming to ASTM Saybolt Viscosity Standards*—The viscosity standards may also be used for routine calibrations at other temperatures as shown in Table A2.1. Other reference liquids, suitable for routine calibrations, may be established by selecting stable oils covering the desired range and determining their viscosities in a vis-

cometer calibrated with a standard conforming to ASTM requirements.

A2.3 *Routine Calibrations*—The viscosity standards may also be used for routine calibrations at other temperatures as shown in Table A2.1.

TABLE A2.1 Saybolt Viscosity Oil Standards^A

Viscosity Oil Standards	SUs at 37.8°C (100°F)	SUs at 98.9°C (210°F)	SFs at 50°C (122°F)
S3	36
S6	46
S20	100
S60	290
S200	930
S600	...	150	120

^A These viscosity oil standards are available in 0.5-L (1-pt) containers from the Cannon Instrument Co., P. O. Box 18, State College, PA 16801.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.



Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products¹

This standard is issued under the fixed designation D 86; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the distillation of natural gasolines, motor gasolines, aviation gasolines, aviation turbine fuels, special boiling point spirits, naphthas, white spirit, kerosines, gas oils, distillate fuel oils, and similar petroleum products, utilizing either manual or automated equipment.

1.2 In cases of dispute, the referee test method is the manual test method prepared as directed for the indicated group.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are provided for information purposes only.

1.4 *This standard does not purport to address the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 323 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method)²

D 396 Specification for Fuel Oils²

D 850 Test Method for Distillation of Industrial Aromatic Hydrocarbons and Related Materials³

D 975 Specification for Diesel Fuel Oils²

D 1078 Test Method for Distillation Range of Volatile Organic Liquids³

D 2892 Test Method for Distillation of Crude Petroleum (15-Theoretical Plate Column)⁴

D 4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products⁵

D 4177 Test Method for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products⁵

E 1 Specification for ASTM Thermometers⁵

E 77 Test Methods of Verification and Calibration of Liquid-in-Glass Thermometers⁶

E 133 Specification for Distillation Equipment⁵

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.08 on Volatility.

In the IP, this test method is under the jurisdiction of the Standardization Committee.

Current edition approved Sept 28, 1990. Published November 1990. Originally published as D 86 - 21. Last previous edition D 86 - 82¹.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.02.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03.

E 220 Method for Calibration of Thermocouples by Comparison Techniques⁶

3. Terminology

3.1 Descriptions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *decomposition point*—the thermometer reading that coincides with the first indications of thermal decomposition of the liquid in the flask.

3.1.1.1 *Discussion*—Characteristic indications of thermal decomposition are an evolution of fumes, and erratic thermometer readings that usually decrease after any attempt is made to adjust the heat.

3.1.2 *dry point*—the thermometer reading that is observed at the instant the last drop of liquid evaporates from the lowest point in the flask. Any drops or film of liquid on the side of the flask or on the thermometer are disregarded.

3.1.2.1 *Discussion*—The end point (final boiling point), rather than the dry point, is intended for general use. The dry point can be reported in connection with special purpose naphthas, such as those used in the paint industry. Also, it is substituted for the end point (final boiling point) whenever the sample is of such a nature that the precision of the end point (final boiling point) cannot consistently meet the requirements given in the Precision Section.

3.1.3 *end point or final boiling point*—the maximum thermometer reading obtained during the test. This usually occurs after the evaporation of all liquid from the bottom of the flask. The term *maximum temperature* is a frequently used synonym.

3.1.4 *initial boiling point*—the thermometer reading that is observed at the instant that the first drop of condensate falls from the lower end of the condenser tube.

3.1.5 *percent evaporated*—the sum of the percent recovered and the percent loss.

3.1.6 *percent loss*—one hundred minus the percent total recovery.

3.1.7 *percent recovered*—the volume in millilitres of condensate observed in the receiving graduate, in connection with a simultaneous thermometer reading.

3.1.8 *percent recovery*—the maximum percent recovered, as observed in accordance with 9.10.

3.1.9 *percent residue*—the volume of residue in millilitres measured in accordance with 9.11.

3.1.10 *percent total recovery*—the combined percent recovery and residue in the flask, as determined in accordance with 9.12.

3.1.11 *thermometer reading*—the temperature of the saturated vapor measured in the neck of the flask below the vapor tube.

TABLE 1 Group Characteristics

	Group 0	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4
Sample Characteristics:					
Distillate Type:	Natural Gasoline				
Vapor pressure at 37.8°C, kPa		≥ 65.5	< 65.5	< 65.5	< 65.5
100°F, psi		≥ 9.5	< 9.5	< 9.5	< 9.5
(Test Method D 323 IP 69 or IP 171)					
Distillation, IPB °C				≤ 100	> 100
°F				≤ 212	> 212
EP °C		≤ 250	≤ 250	> 250	> 250
°F		≤ 482	≤ 482	> 482	> 482

TABLE 2 Sampling

	Group 0	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4
Temperature of Sample Bottle: °C	0 to 4.5	0 to 10			
°F	32 to 40	32 to 50			
Temperature of Stored Sample: °C	0 to 4.5	0 to 10	0 to 10	Ambient	Ambient
°F	32 to 40	32 to 50	32 to 50	11°C above pour point	Ambient
				Ambient	Ambient
				20°F above pour point	Ambient
If sample is wet:	Resample	Resample	Resample	Dry in accordance with 7.3.2	Dry in accordance with 7.3.2

TABLE 3 Preparation of Apparatus

	Group 0	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4
Flask, mL	100	125	125	125	125
ASTM Distillation Thermometer	7C (7F)	7C (7F)	7C (7F)	7C (7F)	8C (8F)
IP Distillation Thermometer	5C	5C	5C	5C	6C
Flask Support	A	B	B	C	C
Diameter of hole, mm (in.)	32 (1.25)	38 (1.5)	38 (1.5)	50 (2.0)	50 (2.0)
Temperature at start of Test:					
Flask and thermometer, °C	0 to 4.5	13 to 18	13 to 18	13 to 18	Not above ambient
°F	32 to 40	55 to 65	55 to 65	55 to 65	...
Flask support and shield	Not above ambient	Not above ambient	Not above ambient	Not above ambient	...
Graduate and 100 mL charge, °C	0 to 4.5	13 to 18	13 to 18	13 to 18	13 to ambient
°F	32 to 40	55 to 65	55 to 65	55 to 65	55 to ambient

for the indicated group. Bring the temperature of the graduate, the flask, the temperature sensor, and the cooling bath to the indicated temperature.

8.2 Make any necessary provisions so that the temperature of the cooling bath and the graduate will be maintained at their respective temperatures. The cooling bath must have a liquid level above the highest point of the condenser. If necessary, make suitable provision for circulation, stirring, or air blowing to provide a uniform temperature throughout the bath. The graduate must be in a bath such that either the liquid level is at least as high as the 100 mL mark, or the entire graduate is surrounded by an air circulation chamber.

8.2.1 GROUPS 0, 1, 2, and 3—Suitable media for low temperature baths include chopped ice and water, refrigerated brine, and refrigerated ethylene glycol.

8.2.2 GROUP 4—Suitable media for ambient and higher bath temperatures can include cold water, hot water, or heated ethylene glycol.

8.3 Remove any residual liquid in condenser tube by swabbing with a piece of soft, lint-free cloth attached to a cord or copper wire.

8.4 GROUPS 0, 1, 2, and 3—Fit a thermometer 7C (7F), provided with a snug-fitting, well-rolled cork or silicone-rubber stopper, tightly into the neck of the sample container and bring the temperature of the sample to the temperature indicated in Table 3.

8.5 Measure 100 mL of sample in the graduate and

transfer as completely as practical the contents of the graduate to the distillation flask, taking care that none of the liquid flows into the vapor tube.

8.6 Fit the temperature sensor, provided with a snug-fitting, well-rolled cork or silicone-rubber stopper, tightly into the neck of the flask. In the case of a thermometer, the bulb is centered in the neck and the lower end of the capillary is level with the highest point on the bottom of the inner wall of the vapor tube (see Fig. 1). In the case of thermocouple/resistance thermometer, follow the manufac-

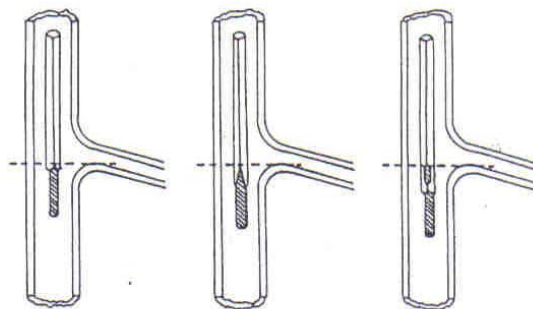


FIG. 1. Position of Thermometer in Distillation Flask

turer's instructions as to placement.

8.7 Fit the flask vapor tube, provided with a snug-fitting, well-rolled cork or silicone rubber stopper, tightly into the condenser tube. Adjust the flask in a vertical position and so that the vapor tube extends into the condenser tube for a distance of 25 to 50 mm (1 to 2 in). Raise and adjust the flask support board to fit snugly against the bottom of the flask.

8.8 Place the graduate that was used to measure the charge, without drying, into its bath under the lower end of the condenser tube so that the end of the condenser tube is centered in the graduate and extends therein for a distance of at least 25 mm (1 in), but not below the 100-mL mark. Cover the graduate closely with a piece of blotting paper, or similar material, that has been cut to fit the condenser tube snugly.

8.9 Record the room temperature and prevailing barometric pressure. Proceed at once with the distillation, as given in the Procedure Section.

9. Procedure

9.1 Apply heat to the distillation flask and contents. The heating at this stage must be so regulated that the time interval between the first application of heat and the initial boiling point is as indicated in Table 4.

9.2 Observe and record the initial boiling point. If a receiver deflector is not being used, immediately move the graduate so that the tip of the condenser touches its inner wall.

9.3 Regulate the heating so that the time from initial boiling point to 5 or 10 % recovered is as indicated in Table 4.

9.4 Continue to regulate the heating so that the uniform average rate of condensation from 5 or 10 % recovered to 5 mL residue in the flask is 4 to 5 mL per min.

9.5 Repeat any distillation that did not meet the foregoing conditions.

9.6 If a decomposition point is observed, discontinue the heating and proceed as directed in 9.10.

9.7 In the interval between the initial boiling point and the end of the distillation, observe and record data necessary

for the calculation and reporting of the results of the test as required by the specification involved, or as previously established for the sample under test. These observed data can include thermometer readings at prescribed percentages recovered, or percentages recovered at prescribed thermometer readings, or both. Record all volumes in the graduate to the nearest 0.5 or 0.1 mL, and all thermometer readings to the nearest 0.5°C (1.0°F) or 0.1°C (0.1°F) as appropriate to the apparatus being used.

9.7.1 **GROUP 0**—In cases in which no specific data requirements have been indicated, record the initial boiling point, the end point (final boiling point) and thermometer readings at each 10 % multiple of volume recovered from 10 to 90, inclusive.

9.7.2 **GROUP 1, 2, 3, and 4**—In cases in which no specific data requirements have been indicated, record the initial boiling point, the end point (final boiling point) or dry point, or both, and thermometer readings at 5, 15, 85 and 95 % recovered, and at each 10 % multiple of volume recovered from 10 to 90, inclusive.

9.8 When the residual liquid in the flask is approximately 5 mL, make a final adjustment of the heat so that the time from the 5 mL of liquid residue in the flask to the end point (final boiling point) shall be within the limits prescribed in Table 4. If this condition is not satisfied, repeat the test, with appropriate modification of the final heat adjustment.

9.9 Observe and record the end point (final boiling point) or dry point, or both, as required, and discontinue the heating.

9.10 While the condenser tube continues to drain into the graduate, observe the volume of condensate at 2 min intervals until two successive observations agree. Measure this volume accurately, and record it, to the nearest 0.5 or 0.1 mL as appropriate to the apparatus being used, as percent recovery. If the distillation was previously discontinued under the conditions of a decomposition point, deduct the percent recovery from 100, report this difference as percent residue and loss, and omit the procedure given in 9.11.

9.11 After the flask has cooled, pour its contents into a 5 mL graduated cylinder, and with the flask suspended over the 5 mL graduate, allow the flask to drain until no

TABLE 4 Conditions During Test Procedure

	Group 0	Group 1	Group 2	Group 3	Group 4
Temperature of cooling bath ^a , °C	0 to 1	0 to 1	0 to 4	0 to 4	0 to 60
°F	32 to 34	32 to 34	32 to 40	32 to 40	32 to 140
Temperature of bath around graduate, °C	0 to 4	13 to 18	13 to 18	13 to 18	± 3
°F	32 to 40	55 to 65	55 to 65	55 to 65	± 5
					of charge temperature
Time from first application of heat to initial boiling point, minutes	2 to 5	5 to 10	5 to 10	5 to 10	5 to 15
Time from initial boiling point to 5 % recovered, seconds	...	60 to 75	60 to 75
to 10 % recovered, minutes	3 to 4				
Uniform average rate of condensation from 5 % recovered to 5 mL residue in flask, mL/min	4 to 5	4 to 5	4 to 5	4 to 5	4 to 5
Time recorded from 5 mL residue to end point, min	3 to 5	3 to 5	3 to 5	5 max	5 max

^a The proper condenser bath temperature will depend upon the wax content of the sample and of its distillation fractions. The minimum temperature that permits satisfactory operation shall be used. In general, a bath temperature in the 0 to 4°C (32 to 40°F) range is suitable for kerosine and products meeting the specifications for Grade No. 1 fuel oil as prescribed in Specification D 396, and those meeting the specifications for Grade No. 1-D diesel fuel oil as prescribed in Specification D 975. In some cases involving Grade No. 2 fuel oil (see Specification D 396), Grade No. 2-D diesel fuel oil (see Specification D 975), gas oils and similar distillates, it may be necessary to hold the condenser bath temperature at some point in the 38 to 60°C (100 to 140°F) range, in order to avoid the condensation of solid waxy materials in the condenser tube.

appreciable increase in the volume of liquid in the 5 mL graduate is observed.

9.11.1 GROUP 0—Cool the graduate to 0 to 4.5°C (32 to 40°F). Record the volume in the graduate, to the nearest 0.1 mL, as percent residue.

9.11.1 GROUPS 1, 2, 3, and 4—Record the volume in the graduate, to the nearest 0.1 mL, as percent residue.

9.12 The sum of the percent recovery (see 9.10) and the percent residue (see 9.11) is the percent total recovery. Deduct the percent total recovery from 100 to obtain the percent loss.

10. Calculations and Report

10.1 For each test, calculate and report whatever data are required by the specification involved, or as previously established for the sample under test (see 9.7). Report all percentages to the nearest 0.5 or 0.1, and all thermometer readings to the nearest 0.5°C (1.0°F) or 0.1°C (0.1°F) as appropriate to the apparatus being used. Report the barometric pressure to the nearest 0.1 kPa (1 mm Hg).

10.2 GROUP 4—When ASTM Thermometer 8C (8F) or IP Thermometer 6C is used in testing aviation turbine fuels and similar products, pertinent thermometer readings can be obscured by the cork. To provide the desired data, a second distillation according to Group 3 may have to be performed. In such cases, reading from ASTM thermometer 7C (7F) or IP Thermometer 5C can be reported in place of the obscured ASTM Thermometer 8C (8F) or IP Thermometer 6C readings, and the test report shall so indicate. If, by agreement, the obscured readings are waived, the test report shall so indicate.

10.3 Thermometer readings shall be corrected to 101.3 kPa (760 mm Hg) pressure except when product definitions, specifications, or agreements between the purchaser and the seller indicate, specifically, that such correction is not required or that correction shall be made to some other base pressure. This report shall include the observed pressure and shall state whether corrections have or have not been applied. When the report is based on thermometer readings corrected to 101.3 kPa (760 mm Hg), obtain the correction to be applied to each thermometer reading by means of the Sydney Young equation as given in Eq. 1, or by the use of Table 5. For Celsius temperatures:

$$C_c = 0.0009 (101.3 - P_k)(273 + t_c) \tag{1}$$

$$C_c = 0.00012 (760 - P)(273 + t_c) \tag{2}$$

For Fahrenheit temperatures:

$$C_f = 0.00012 (760 - P)(460 + t_f) \tag{3}$$

where:

C_c and C_f = corrections to be added algebraically to the observed thermometer readings t_c or t_f , respectively,

P_k = barometric pressure, kPa, prevailing at the time and location of the test, and

P = barometric pressure, mm Hg, prevailing at the time and location of the test.

After applying the corrections and rounding each result to the nearest 0.5°C (1.0°F) or 0.1°C (0.1°F) as appropriate to the apparatus being used, use the corrected thermometer readings in all further calculations and reporting.

10.4 After barometric corrections of the thermometer

TABLE 5 Approximate Thermometer Reading Corrections

Temperature Range		Correction ^a per 1.3 kPa (10 mm) Difference in Pressure	
°C	°F	°C	°F
10 to 30	50 to 86	0.35	0.63
30 to 50	86 to 122	0.38	0.68
50 to 70	122 to 158	0.40	0.72
70 to 90	158 to 194	0.42	0.76
90 to 110	194 to 230	0.45	0.81
110 to 130	230 to 266	0.47	0.85
130 to 150	266 to 302	0.50	0.90
150 to 170	302 to 338	0.52	0.94
170 to 190	338 to 374	0.54	0.99
190 to 210	374 to 410	0.57	1.03
210 to 230	410 to 446	0.59	1.06
230 to 250	446 to 482	0.62	1.12
250 to 270	482 to 518	0.64	1.15
270 to 290	518 to 554	0.66	1.19
290 to 310	554 to 590	0.69	1.24
310 to 330	590 to 626	0.71	1.28
330 to 350	626 to 662	0.74	1.33
350 to 370	662 to 698	0.76	1.37
370 to 390	698 to 734	0.78	1.40
390 to 410	734 to 770	0.81	1.46

^a To be added when barometric pressure is below 101.3 kPa (760 mm Hg); to be subtracted when barometric pressure is above 101.3 kPa (760 mm Hg).

reading readings have been made, if required (see 10.3), the following data require no further calculation prior to reporting: initial boiling point, dry point, end point (final boiling point), decomposition point, and all pairs of corresponding values involving percentages recovered and thermometer readings.

10.5 When thermometer readings are corrected to 101.3 kPa (760 mm Hg) pressure, the actual loss shall be corrected to 101.3 kPa (760 mm Hg) pressure, according to the following equation:

$$L_c = AL + B \tag{4}$$

where:

L = percent loss as calculated from test data,

L_c = corrected loss, and

A and B = numerical constants.

10.5.1 The values of A and B that depend upon the prevailing barometric pressure are listed in Table 6. The following equation can be substituted:

$$L_c = \{ (L - 0.499287) / (13.65651 - 0.12492914 P_k) \} + 0.4997299 \tag{5}$$

$$L_c = \{ (L - 0.499287) / (13.65651 - 0.01665174 P) \} + 0.4997299 \tag{6}$$

where:

L = percent loss as calculated from test data,

L_c = corrected loss,

P_k = pressure, kPa, and

P = pressure, mm Hg.

10.5.2 The corresponding corrected percent recovery is calculated according to the following equation:

$$R_c = R + (L - L_c) \tag{7}$$

where:

L = observed loss,

L_c = corrected loss,

R = observed recovery, and

R_c = corrected recovery.

10.5.3 When the thermometer readings have not been

TABLE 6 Values of Constants A and B Used in Obtaining Corrected Distillation Loss

Observed Barometric Pressure		A	B
kPa	mm Hg		
74.6	560	0.231	0.384
76.0	570	0.240	0.380
77.3	580	0.250	0.375
78.6	590	0.261	0.369
80.0	600	0.273	0.363
81.3	610	0.286	0.357
82.6	620	0.300	0.350
84.0	630	0.316	0.342
85.3	640	0.333	0.333
86.6	650	0.353	0.323
88.0	660	0.375	0.312
89.3	670	0.400	0.300
90.6	680	0.428	0.286
92.0	690	0.461	0.269
93.3	700	0.500	0.250
94.6	710	0.545	0.227
96.0	720	0.600	0.200
97.3	730	0.667	0.166
98.6	740	0.750	0.125
100.0	750	0.857	0.071
101.3	760	1.000	0.000

corrected to 101.3 kPa (760 mm Hg) pressure, the percent residue and percent loss are to be reported as observed in accordance with 9.11 and 9.12 respectively.

10.5.4 When reporting data, state whether the corrections have or have not been applied.

10.5.5 The corrected loss shall not be used in the calculation of percentages evaporated.

10.6 It is advisable to base the report on relationships between thermometer readings and percentages evaporated in any case in which the sample is a gasoline, or any other product classed under GROUP 1, or in which the percent loss is greater than 2.0. Otherwise, the report can be based on relationships between thermometer readings and percentages evaporated or recovered. Every report must indicate clearly which basis has been used.

10.7 To report percentages evaporated at prescribed thermometer readings, add the percent observed loss to each of the observed percentages recovered at the prescribed thermometer readings, and report these results as the respective percentages evaporated, that is:

$$P_e = P_r + L \tag{8}$$

where:

L = observed loss,

P_e = percentage evaporated, and

P_r = percentage recovered.

10.8 To report thermometer readings at prescribed percentages evaporated, use either of the two following procedures, and indicate on the report whether the graphical procedure or the arithmetical procedure has been used.

10.8.1 *Arithmetical Procedure*—Deduct the observed distillation loss from each prescribed percentage evaporated in order to obtain the corresponding percentage recovered. Calculate each required thermometer reading as follows:

$$T = T_L + \frac{(T_H - T_L)(R - R_L)}{R_H - R_L} \tag{9}$$

where:

R = percent recovered corresponding to the prescribed percent evaporated,

R_H = percent recovered adjacent to, and higher than R ,

R_L = percent recovered adjacent to, and lower than R ,

T = thermometer reading at the prescribed percent evaporated.

T_H = thermometer reading recorded at R_H and

T_L = thermometer reading recorded at R_L .

Values obtained by the arithmetical procedure are affected by the extent to which the distillation graphs are nonlinear. Intervals between successive data points can, at any stage of the test, be no wider than the intervals indicated in 9.7. In no case shall a calculation be made that involves extrapolation.

10.8.2 *Graphical Procedure*—Using graph paper with uniform subdivisions, plot each thermometer reading corrected for barometric pressure, if required (see 10.3), against its corresponding percent recovered. Plot the initial boiling point at 0 % recovered. Draw a smooth curve connecting the points. For each prescribed percent evaporated, deduct the distillation loss, in order to obtain the corresponding percent recovered, and take from the graph the thermometer reading which this percent recovered indicates. Values obtained by graphical interpolation procedures are affected by the care with which the plot is made.

NOTE 2—See Appendix XI for numerical examples illustrating these arithmetical procedures.

11. Precision and Bias

11.1 The precision of this test method as determined by the statistical examination of interlaboratory test results is described below. Table A1.1 lists which tables and figures are to be used for the different fuel groups, distillation methods, and temperature scales.

11.2 Repeatability:

11.2.1 GROUP 0—With proper care and strict attention to details, duplicate results obtained for endpoint should not differ from each other by more than 3.5°C (6°F). Differences in duplicate temperature readings for each prescribed percentage point should not exceed the amounts equivalent to 2 mL of distillate at each point in question.

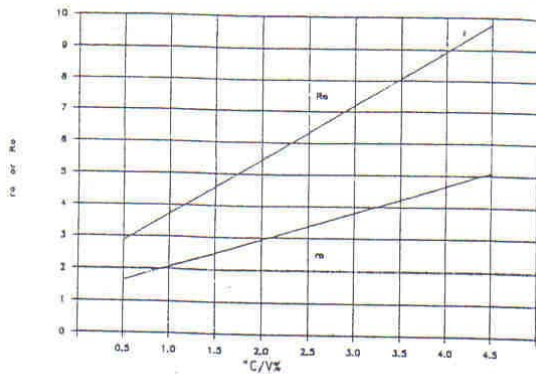
11.2.2 GROUP 1—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed the values indicated in Table 7 (Manual) or Table 8 (Automatic) in one case in twenty.

11.2.3 GROUPS 2, 3, and 4—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would in the normal and correct operation of this test method, exceed the values indicated in

TABLE 7 Repeatability and Reproducibility for Group 1 (Manual)

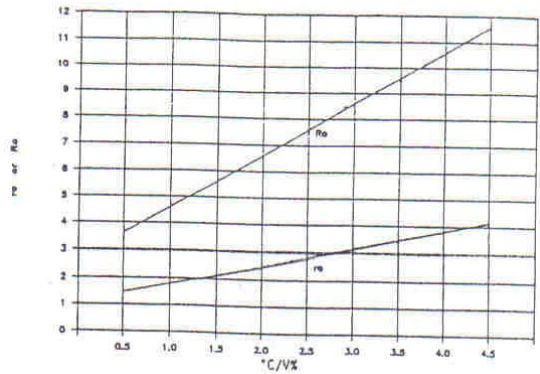
Evaporated Point	Repeatability ^A		Reproducibility ^A	
	°C	°F	°C	°F
IBP	3.3	6	5.6	10
5 %	$r_o + 0.66$	$r_o + 1.2$	$R_o + 1.11$	$R_o + 2.0$
10 to 80 %	r_o	r_o	R_o	R_o
90 %	r_o	r_o	$R_o - 1.22$	$R_o - 2.2$
95 %	r_o	r_o	$R_o - 0.94$	$R_o - 1.7$
FBP	3.9	7	7.2	13

^A Read r_o and R_o from the graph in either Fig. 2 (°C) or Fig. 3 (°F).



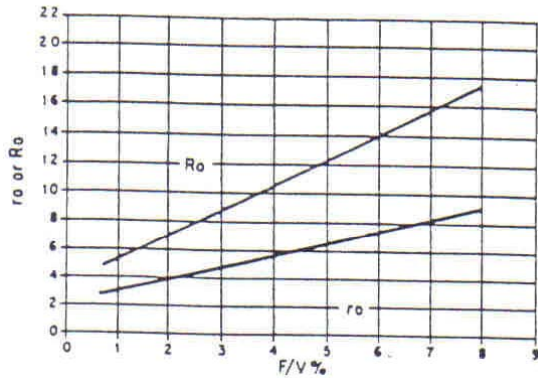
NOTE—
 $r_0 = 0.864 (°C/V\%) + 1.214$ (14)
 $R_0 = 1.736 (°C/V\%) + 1.994$ (15)

FIG. 2 GROUP 1—Repeatability, r_0 and Reproducibility, R_0 ⁷



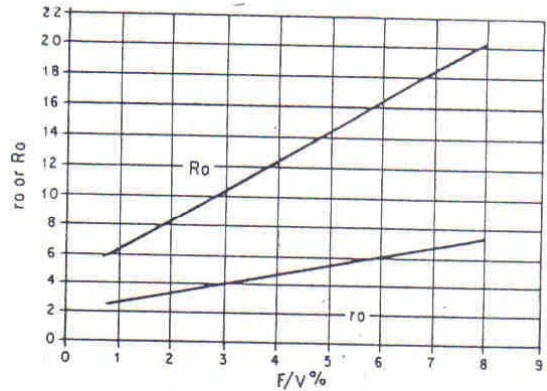
NOTE—
 $r_0 = 0.673 (°C/V\%) + 1.131$ (18)
 $R_0 = 1.998 (°C/V\%) + 2.617$ (19)

FIG. 4 GROUP 1—Repeatability, r_0 and Reproducibility, R_0 ⁸



NOTE—
 $r_0 = 0.864 (°F/V\%) + 2.186$ (16)
 $R_0 = 1.736 (°F/V\%) + 3.589$ (17)

FIG. 3 GROUP 1—Repeatability, r_0 and Reproducibility, R_0 ⁷



NOTE—
 $r_0 = 0.673 (°F/V\%) + 2.036$ (20)
 $R_0 = 1.998 (°F/V\%) + 4.711$ (21)

FIG. 5 GROUP 1—Repeatability, r_0 and Reproducibility, R_0 ⁸

TABLE 8 Repeatability and Reproducibility for Group 1 (Automatic)

Evaporated Point	Repeatability ^A		Reproducibility ^A	
	°C	°F	°C	°F
IBP	3.9	7	7.2	13
5%	$r_0 + 1.0$	$r_0 + 1.8$	$R_0 + 1.78$	$R_0 + 3.2$
10%	$r_0 + 0.56$	$r_0 + 1.0$	$R_0 + 0.72$	$R_0 + 1.3$
20%	r_0	r_0	$R_0 + 0.72$	$R_0 + 1.3$
30 to 70%	r_0	r_0	R_0	R_0
80%	r_0	r_0	$R_0 + 0.94$	$R_0 - 1.7$
90%	r_0	r_0	$R_0 + 1.9$	$R_0 - 3.5$
95%	$r_0 + 1.4$	$r_0 + 2.5$	R_0	R_0
FBP	4.4	8	8.9	16

^A Read r_0 and R_0 from the graph in either Fig. 4 (°C) or Fig. 5 (°F).

Fig. 6 (Manual, °C) or Fig. 7 (Manual, °F) or Table 9 (Automatic) in 1 case in 20.⁷

11.3 Reproducibility:

11.3.1 GROUP 1—The difference between two single and

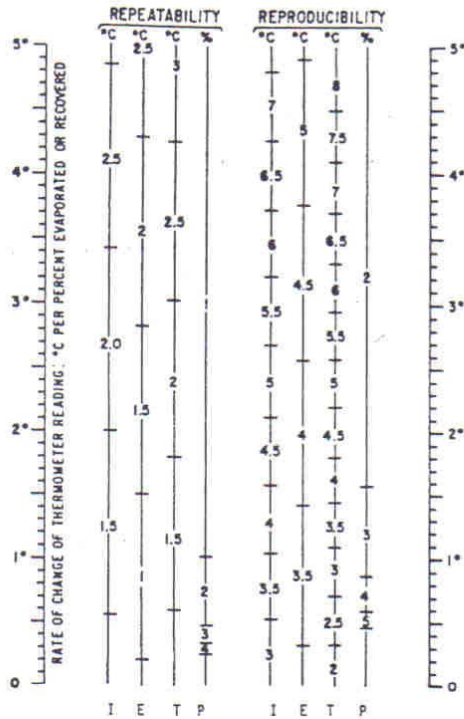
independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would in the normal and correct operation of this test method, exceed the values indicated in Table 7 (Manual) or Table 8 (Automatic) in one case in twenty.⁸

11.3.2 GROUPS 2, 3, and 4—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would in the normal and correct operation of this test method, exceed the values indicated in Fig. 6 (Manual, °C) or Fig. 7 (Manual, °F) or Table 9 (Automatic) in only one case in twenty.

11.4 To facilitate the use of the tables and figures, the rate of change in thermometer readings in degrees Celsius (Fahrenheit) per the percentage recovered, at any point between the 10 and 90 % point, is assumed to be the same as the average rate between two data points that are equidistant

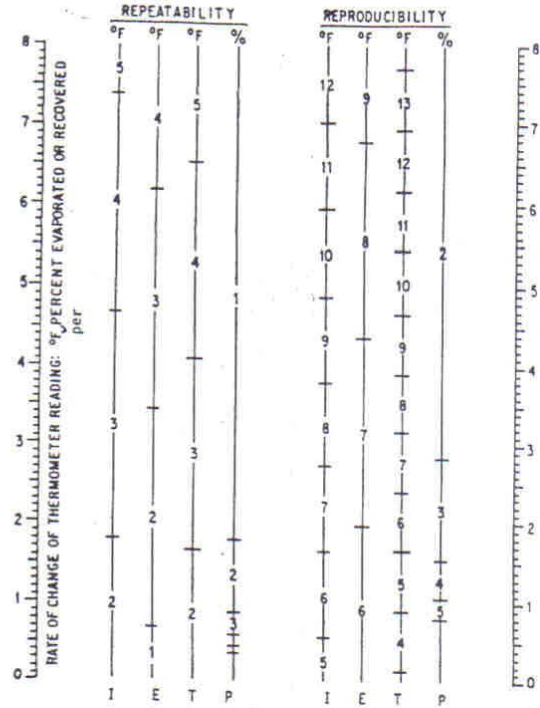
⁷ Test Method D 86 Manual Method North American and IP Labs.

⁸ Test Method D 86 Automatic Method North American and IP Labs.



NOTE—*I* = initial boiling point, °C,
E = end point (final boiling point) or dry point, °C,
T = thermometer reading at prescribed percent evaporated or recovered, °C, and
P = percent evaporated or recovered at prescribed thermometer reading, °C.

FIG. 6 Groups 2, 3, 4—Manual Method-Celsius Precision of Distillation Test Method D 86 - IP 123



NOTE—*I* = initial boiling point, °F,
E = end point (final boiling point) or dry point, °F,
T = thermometer reading at prescribed percent evaporated or recovered, °F, and
P = percent evaporated or recovered at prescribed thermometer reading, °F.

FIG. 7 Groups 2, 3, 4—Manual Method-Fahrenheit Precision of Distillation Test Method D 86 - IP 123

above and below the point in question. The span from the point in question to either of the other data points does not represent more than 10 % recovered in any case, nor more than 5 % if the point in question is the 5 % point. Precision values for typical values of slope for GROUPS 2, 3, and 4 (Automatic) are given in Table 10.

11.4.1 The equations that follow are used as guidelines in calculating $C/V\%$ ($F/V\%$). In the event the distillation end point occurs prior to the 95 % point, then appropriate modifications to the use of these equations must be made.

11.4.2 Initial boiling point and end point do not require $C/V\%$ ($F/V\%$).

11.4.3 5 % recovered is calculated as follows:

$$C/V\%, F/V\% = 0.1(T_{10} - T_{IBP}) \quad (10)$$

11.4.4 10 to 80 % recovered is calculated as follows:

$$C/V\%, F/V\% = 0.05(T_{(V+10)} - T_{(V-10)}) \quad (11)$$

11.4.5 90 % recovered is calculated as follows:

$$C/V\%, F/V\% = 0.1(T_{90} - T_{80}) \quad (12)$$

TABLE 9 Repeatability and Reproducibility for Groups 2, 3, and 4 (Automatic)

% Collected	Repeatability ^A		Reproducibility ^A	
	°C	°F	°C	°F
IBP	3.5	6.3	8.5	15.3
2%	3.5	6.3	2.6 + 1.92 S	4.7 + 3.45 S
5%	1.1 + 1.08 S	2.0 + 1.95 S	2.0 + 2.53 S	3.6 + 4.55 S
10%	1.2 + 1.42 S	2.2 + 2.25 S	3.0 + 2.64 S	5.4 + 4.75 S
20 to 70%	1.2 + 1.42 S	2.2 + 2.55 S	2.9 + 3.97 S	5.2 + 7.15 S
80%	1.2 + 1.42 S	2.2 + 2.55 S	3.0 + 2.64 S	5.4 + 4.75 S
90 to 95%	1.1 + 1.08 S	2.0 + 1.95 S	2.0 + 2.53 S	3.6 + 4.55 S
FBP	3.5	6.3	10.5	19.0

^A S is the average slope calculated in accordance with 11.4.

11.4.6 95 % five percent recovered is calculated as follows:

$$C/V\%, F/V\% = 0.2(T_{95} - T_{90}) \quad (13)$$

where:

$C/V\%$ = rate of change in temperature at the volume percent in question, °C.

$F/V\%$ = rate of change in temperature at the volume percent in question, °F, and
 T = temperature at the percent volume recovered indicated by the subscript, °C or °F.

subscripts:

V = volume percent recovered in question,
 $V - 10$ = 10 % less than volume percent in question,
 $V + 10$ = 10 % more than volume percent in question, and
 IBP, 5, 10, 80, 90, 95 =appropriate volume percent indicated.

TABLE 10 Precision Values for Typical Values of Slope Groups 2, 3, and 4 (Automatic)

% Collected	Slope		Repeatability		Reproducibility	
	°C/ %V	°F/ %V	°C	°F	°C	°F
20 to 70 %	0.5	0.9	1.5	2.7	4.5	8.1
	1.0	1.8	2.5	4.5	6.5	11.7
	1.5	2.7	3.0	5.4	8.5	15.3
	2.0	3.6	4.0	7.2	10.5	18.9
	2.5	4.5	4.5	8.1	12.5	22.5
10 and 80 %	0.5	0.9	1.5	2.7	4.0	7.2
	1.0	1.8	2.5	4.5	5.5	9.9
	1.5	2.7	3.0	5.4	7.0	12.6
	2.0	3.6	4.0	7.2	8.0	14.4
	2.5	4.5	4.5	8.1	9.5	17.1
5, 90, and 95 %	1.0	1.8	2.0	3.6	4.5	8.1
	2.0	3.6	3.0	5.4	7.0	12.6
	3.0	5.4	4.0	7.2	9.5	17.1
	4.0	7.2	5.0	9.0	12.0	21.6
	5.0	9.0	5.5	9.9	12.5	22.5
2 %	2.0	3.6	3.5	6.3	6.0	10.8
	3.0	5.4	3.5	6.3	8.0	14.4
	4.0	7.2	3.5	6.3	10.0	18.0
	5.0	9.0	3.5	6.3	12.0	21.6
IBP	3.5	6.3	8.5	15.5
FBP	3.5	6.3	10.5	19.0

11.5 Bias:

11.5.1 *Absolute Bias*—Due to the use of total immersion thermometers or temperature sensing systems designed to emulate them, the distillation temperatures in this test method are somewhat lower than the true temperature. The amount of absolute bias has not been determined.

11.5.2 *Relative Bias*—There exists a bias between the empirical results of distillation properties obtained by this test method and the true boiling point distillation curve obtained by Method D 2892. The amount of relative bias between the two test methods has not been determined.

11.5.2.1 *Groups 1, 2, 3, and 4*—Refer to Tables A2.1 A2.2, and A2.3 for the statement of bias between automatic and manual apparatus.

12. Keywords

12.1 Distillation; petroleum products; distillates.

ANNEX

(Mandatory Information)

TABLE A.1.1 Summary of Aids for Definition of Repeatability and Reproducibility

Group	Distillation Method	Temperature Scale	Table, Section, and Figure to Use
0	Manual or Automatic	°C or °F	11.2.1
1	Manual	°C	Table 7 and Fig. 2
		°F	Table 7 and Fig. 3
1	Automatic	°C	Table 8 and Fig. 4
		°F	Table 8 and Fig. 5
2,3,4	Manual	°C	Fig. 6
		°F	Fig. 7
2,3,4	Automatic	°C	Tables 9 or 10
		°F	Tables 9 or 10

TABLE A1.2 Condensed Summary of Comparative Manual and Automatic Distillation Results

NOTE—All thermometer readings were corrected to 101.3 kPa (760 mm Hg) pressure. The left-hand figures were manually obtained, and the right-hand figures represent corresponding results from the automatic apparatus.

Celsius						
Gasoline—Twenty six laboratories and fourteen samples (see Table A1.3)						
Kerosine—Eight tests in four laboratories for manual, and six tests in three laboratories for automatic						
Max	176.5, 174.5	193.5, 193	215.5, 215.5	248, 248.5	268, 268.5	
Min	171.5, 172	191, 190.5	213.5, 214	245.5, 246.5	264, 265	
Average	174.5, 173.5	191.5, 191.5	214.5, 214.5	246, 247	265.5, 266.5	
Diesel Fuel—Ten tests in five laboratories for manual and for automatic						
Max	190.5, 189	215, 218	268.5, 269	322, 323	341.5, 343	
Min	179.5, 179.5	208.5, 208.5	264, 264	318, 316	337, 338.5	
Average	185.5, 184.4	213, 214	266, 266	319.5, 318.5	340, 340.5	
Fahrenheit						
Gasoline—Twenty six laboratories and fourteen samples (See Table A1.4)						
Kerosine—Eight tests in four laboratories for manual, and six tests in three laboratories for automatic						
Sample	Initial Boiling Point	10 % Evaporated	50 % Evaporated	90 % Evaporated	End Point (Final Boiling Point)	
Max	350, 346	380, 379	420, 420	478, 479	514, 515	
Min	341, 342	376, 375	416, 417	474, 476	507, 509	
Average	346, 344	377, 377	418, 418	475, 477	510, 512	
Diesel Fuels—Ten tests in five laboratories for manual and for automatic						
Max	375, 372	419, 424	515, 516	612, 613	647, 649	
Min	355, 355	407, 407	507, 507	604, 601	639, 641	
Average	366, 364	415, 417	511, 511	607, 605	644, 645	

TABLE A1.3 Bias Between Methods (ADA-Manual) °C (Based on Averages of ASTM and IP Data)

Sample	IBP	5 %	10 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	70 %	80 %	90 %	95 %	FBP	Sample
1	+1.1	+1.9	+2.2	+1.6	+1.4	+0.7	+0.8	+0.7	+0.7	+0.1	+0.4	+0.7	-0.4	1
2	(+0.9)	(0.0)	+0.8	+0.5	+0.4	+0.6	+0.2	+0.1	+0.1	+0.4	(+4.7) ^B	(+1.3) ^B	(-1.2) ^B	2
3	+0.7	+1.4	+1.6	+1.0	+0.8	+0.6	+0.3	+0.1	+0.2	+0.9	+0.5	+0.1	-0.8	3
4	+0.3	+0.6	+0.8	+0.8	+0.3	+0.7	+0.6	+0.8	+1.1	+1.2	+0.8	+0.5	-0.9	4
5	+0.5	+1.3	+1.3	+1.3	+1.2	+1.0	+0.9	+0.6	+0.8	+1.0	+0.4	+0.4	-0.9	5
6	+1.2	+1.2	+1.6	+1.2	+1.2	+1.1	+0.8	+1.1	+1.2	+0.2	-0.1	+0.2	-0.3	6
7	+0.3	+0.8	+0.8	+0.7	+0.8	+0.8	+1.0	+1.5	+1.6	+1.8	+1.5	+1.7	-0.7	7
8	+0.3	+0.5	+0.7	+0.6	+0.7	+1.2	+1.2	+1.1	+1.3	+1.9	+1.1	+1.2	-0.8	8
9	+1.7	+2.0	+1.8	+1.5	+1.5	+1.5	+1.2	+0.9	+1.3	+0.6	-0.4	+0.4	-1.2	9
10	+1.5	+1.5	+1.2	+0.7	+0.4	+0.6	+0.9	+1.0	+1.4	+1.9	+0.9	+0.1	-2.1	10
11	+0.9	+1.1	+1.2	+0.8	+0.7	+0.6	+1.1	+1.0	+0.4	+0.5	-0.4	+0.1	-0.8	11
12	+1.0	(+2.4) ^B	+2.3	+1.2	+1.2	+1.2	+1.2	+0.9	+1.1	+0.2	-0.7	(-0.8) ^B	-0.9	12
13 ^A	+0.3	+0.3	+0.4	+0.3	+0.2	+0.9	+1.4	+1.0	+0.1	+1.1	+1.2	+1.0	-1.2	13 ^A
14 ^A	+0.5	+0.4	+0.7	+0.5	+0.8	+1.1	+1.7	+1.7	+1.0	+0.8	+0.3	0.0	-0.8	14 ^A

^A Gasohols.

^B () Points not included in the precision analysis.

TABLE A1.4 Bias Between Methods (ADA-Manual) °F (Based on Averages of ASTM and IP Data)

Sample	IBP	5 %	10 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %	70 %	80 %	90 %	95 %	FBP	Sample
1	+1.9	+3.4	+4.0	+2.9	+2.5	+1.2	+1.4	+1.2	+1.3	+0.1	+0.8	+1.2	-0.7	1
2	(+1.6) ^B	(0.0) ^B	+1.5	+0.9	+0.7	+1.1	+0.4	+0.2	+0.1	+0.7	(+8.4) ^B	(+2.3) ^B	(-2.2) ^B	2
3	+1.2	+2.5	+2.8	+1.7	+1.4	+1.0	+0.5	+0.1	+0.4	+1.6	+0.9	+0.1	-1.4	3
4	+0.5	+1.1	+1.5	+1.4	+0.6	+1.2	+1.1	+1.4	+1.9	+2.1	+1.4	+0.9	-1.7	4
5	+0.9	+2.3	+2.3	+2.3	+2.1	+1.7	+1.6	+1.0	+1.4	+1.8	+0.7	+0.8	-1.7	5
6	+2.1	+2.2	+2.8	+2.2	+2.1	+2.0	+1.4	+2.0	+2.1	+0.4	-0.1	+0.4	-0.5	6
7	+0.6	+1.4	+1.4	+1.3	+1.5	+1.5	+1.8	+2.6	+2.8	+2.8	+2.6	+3.1	-1.3	7
8	+0.6	+0.9	+1.3	+1.0	+1.2	+2.1	+2.1	+2.0	+2.4	+3.4	+2.0	+2.1	-1.4	8
9	+3.1	+3.5	+3.2	+2.7	+2.6	+2.7	+2.1	+1.6	+2.3	+1.1	-0.7	+0.8	-2.1	9
10	+2.7	+2.7	+2.1	+1.2	+0.8	+1.0	+1.6	+1.7	+2.5	+3.4	+1.6	+0.2	-3.8	10
11	+1.6	+2.0	+2.1	+1.4	+1.2	+1.0	+1.9	+1.7	+0.8	+0.9	-0.7	+0.2	-1.4	11
12	+1.8	(+4.2) ^B	+4.1	+2.1	+2.2	+2.1	+2.1	+1.6	+1.9	+0.4	-1.2	(-1.5) ^B	-1.7	12
13 ^A	+0.5	+0.5	+0.7	+0.5	+0.3	+1.6	+2.5	+1.7	+0.2	+2.0	+2.1	+1.8	-2.2	13 ^A
14 ^A	+0.9	+0.7	+1.2	+0.9	+1.4	+2.0	+3.0	+3.0	+1.8	+1.5	+0.6	0.0	-1.4	14 ^A

^A Gasohols.

^B () Points not included in the precision analysis.



Designation: D 976 - 80 (Reapproved 1990)^{†1}

An American National Standard



Designation: 364/84

Standard Test Methods for Calculated Cetane Index of Distillate Fuels¹

This standard is issued under the fixed designation D 976; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. This is also a standard of the Institute of Petroleum issued under the fixed designation IP 218. The final number indicates the year of last revision.

These test methods have been approved by the sponsoring committees and accepted by the cooperating societies in accordance with established procedures.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense. Consult the DoD Index of Specifications and Standards for the specific year of issue which has been adopted by the Department of Defense.

^{†1} NOTE—Note 1 was added and other editorial changes were made in May 1990.

1. Scope

1.1 The Calculated Cetane Index formula represents a means for directly *estimating* the ASTM cetane number of distillate fuels from API gravity and mid-boiling point. The index value, as computed from the formula, is termed the Calculated Cetane Index.²

1.2 The Calculated Cetane Index is not an optional method for expressing ASTM cetane number. It is a supplementary tool for predicting cetane number when used with due regard for its limitations.

1.3 The Calculated Cetane Index formula is particularly applicable to straight-run fuels, catalytically cracked stocks, and blends of the two.

1.4 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

NOTE 1—This test method is temporarily retained because the proposal to the U.S. EPA to cap diesel fuel aromatics concentrations via a 40 Calculated Cetane Index minimum is based on the correlation between Test Method D 976 and aromatics concentration. Test Method D 4737 is the preferred method as estimator of cetane number. Test method D 976 is intended to be letter balloted for withdrawal from the book of standards in 1993.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 86 - IP 123 Test Method for Distillation of Petroleum Products³

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants and are the direct responsibility of Subcommittee D02.E on Burner, Diesel, and Gas Turbine Fuel Oils.

Current edition approved Aug. 29, 1980. Published October 1980. Originally published as D 976 - 66. Last previous edition D 976 - 66 (1976).

² A method of calculating cetane index was developed by the Diesel Fuels Division, Coordinating Fuel and Equipment Research Committee of the Coordinating Research Council. See H. D. Young, "Methods for Estimating Cetane Number," *Proceedings, PPIRA, Am. Petroleum Inst.*, Vol. 30 M [III], 1950. This method was revised in 1960 by Research Division I of Committee D-2 to conform to the revised Method D 613.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vols 05.01 and 06.03.

D 287 - API 2544 Test Method for API Gravity of Crude Petroleum and Petroleum Products (Hydrometer Method)⁴

D 1298 - IP 160 - API 2547 Test Method for Density, Relative Density, (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method⁴

D 4737 Test Method for Calculated Cetane Index by Four Variable Equation⁵

3. Significance and Use

3.1 The Calculated Cetane Index is a useful tool for estimating ASTM cetane number where a test engine is not available for determining this property. It may be conveniently employed for approximating cetane number where the quantity of sample is too small for an engine rating. In cases where the cetane number of a fuel has been initially established, the index is useful as a cetane number check on subsequent samples of that fuel, provided its source and mode of manufacture remain unchanged.

4. Equation for Calculated Cetane Index

4.1 The Calculated Cetane Index is determined from the following equation:

$$\text{Calculated cetane index} = -420.34 + 0.016 G^2 + 0.192 G \log M + 65.01 (\log M)^2 - 0.0001809 M^2$$

or

$$\text{Calculated cetane index} = 454.74 - 1641.416 D + 774.74 D^2 - 0.554 B + 97.803 (\log B)^2$$

where:

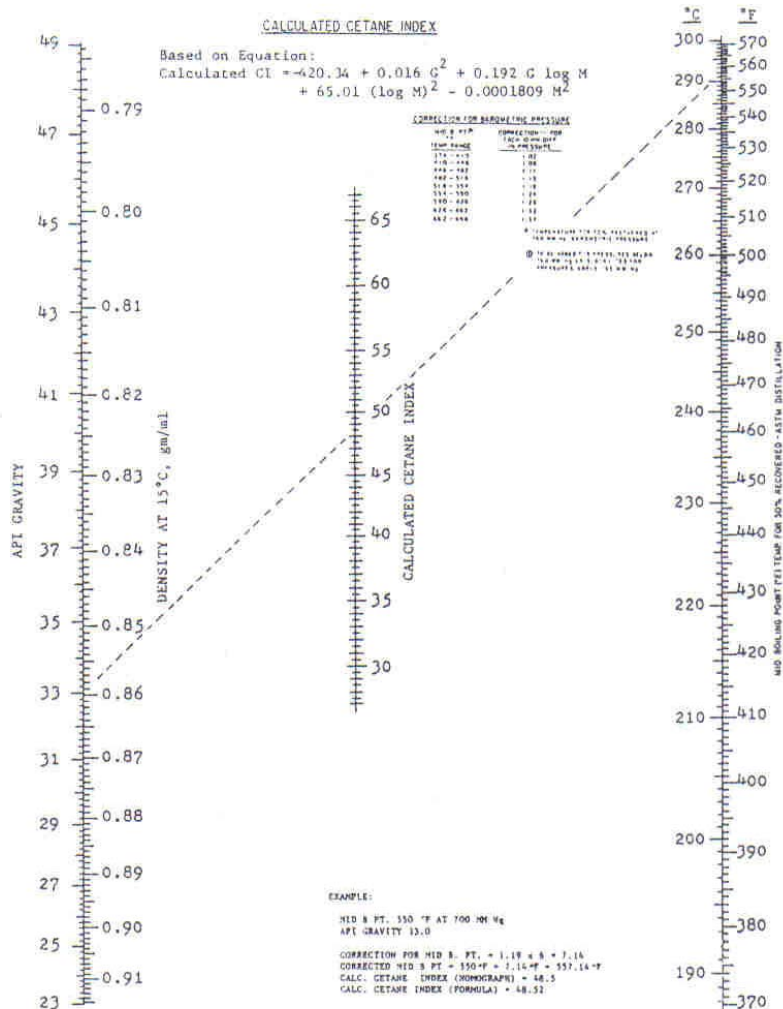
G = API gravity, determined by Test Method D 287 or D 1298,

M = mid-boiling temperature, °F, determined by Test Method D 86 and corrected to standard barometric pressure,

D = density at 15°C, g/mL, determined by Test Method D 1298, and

⁴ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.01.

⁵ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.03.



NOTE—The Calculated Cetane Index equation represents a useful tool for estimating cetane number. Due to inherent limitations in its application, Index values may be a valid substitute for ASTM Cetane Numbers as determined in a test engine.

FIG. 1 Nomograph for Calculated Cetane Index (ECS-1 Meter Basis—Method D 613⁷)

B = mid-boiling temperature, °C, determined by Test Method D 86 and corrected to standard barometric pressure.

4.2 Calculated Cetane Index values for distillate fuels may be conveniently determined by means of the alignment chart in Fig. 1,⁶ rather than by direct application of the equation. The method of using this chart is indicated by the illustrative example thereon.

⁶ Copies of the Nomograph for Calculated Cetane Index, 8 1/2 by 11 in. in size, are available at a nominal cost from ASTM, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103. Request Adjunct No. 12-409760-12.

⁷ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.04.

5. Limitations of Equation

5.1 The Calculated Cetane Index equation possesses certain inherent limitations which must be recognized in application. These are:

5.1.1 It is not applicable to fuels containing additives raising cetane number.

5.1.2 It is not applicable to pure hydrocarbons, synthetic fuels, such as certain products derived from shale oils and tars, alkylates, or coal-tar products.

5.1.3 Substantial inaccuracies in correlation may occur with crude oils, residuals, or products having a volatility of below 500 F end point.

6. Precision

6.1 Correlation of index values with ASTM cetane number is dependent to a great extent upon the accuracy of determination of both API gravity and midboiling point.

6.2 Within the range from 30 to 60 cetane number, the expected correlation of the Calculated Cetane Index with the

ASTM cetane number will be somewhat less than ± 2 cetane numbers for 75 % of the distillate fuels evaluated. Errors in correlation may be greater for fuels whose cetane numbers are outside this range. Correlation is best for straight-run and catalytically cracked distillates and blends of the two, and least satisfactory for blends containing substantial proportions of thermally cracked stocks.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

ANEXO B. ESTÁNDARES INTERNACIONALES DEL BIODIESEL

Estándares del Biodiesel

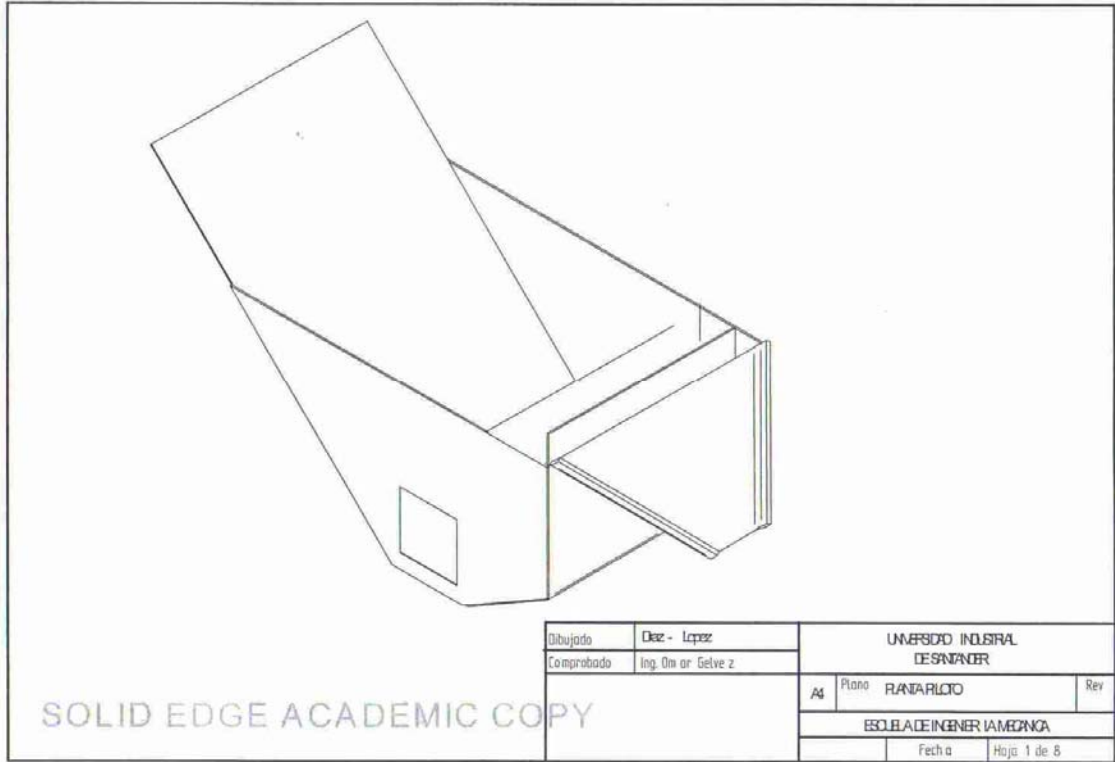
Property	ASTM Method	Limits	Units
Flash Point	D93	130 min.	Degrees C
Water & Sediment	D2709	0.050 max.	% vol.
Kinematic Viscosity, 40 C	D445	1.9 - 6.0	mm ² /sec.
Sulfated Ash	D874	0.020 max.	% mass
Sulfur	D5453		
\$ 15 Grade		15 max.	ppm
\$ 500 Grade		500 max.	
Copper Strip Corrosion	D130	No. 3 max.	
Cetane	D613	47 min.	
Cloud Point	D2500	Report	Degrees C
Carbon Residue 100% sample	D4530**	0.050 max.	% mass
Acid Number	D664	0.80 max.	mg KOH/gm
Free Glycerin	D6584	0.020 max.	% mass
Total Glycerin	D6584	0.240 max.	% mass
Phosphorus Content	D 4951	0.001 max.	% mass
Distillation Temp, Atmospheric Equivalent Temperature, 90% Recovered	D 1160	360 max.	Degrees C

* To meet special operating conditions, modifications of individual limiting requirements may be agreed upon between purchaser, seller and manufacturer.

** The carbon residue shall be run on the 100% sample.

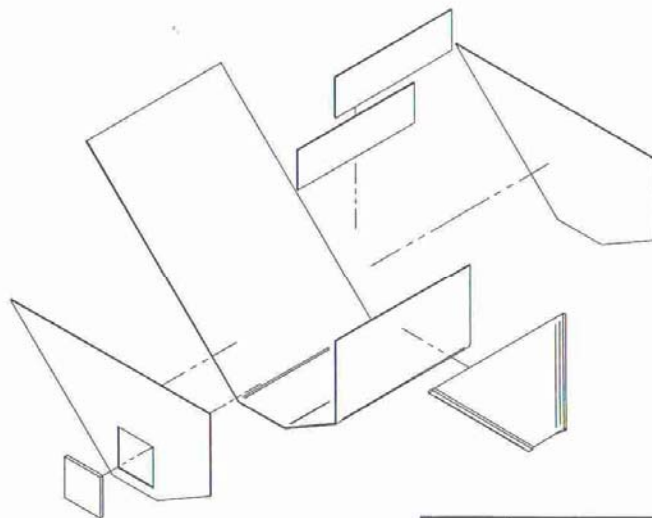
Estándares del biodiesel según el departamento de energía de los Estados Unidos

ANEXO C. PLANOS PLANTA PILOTO



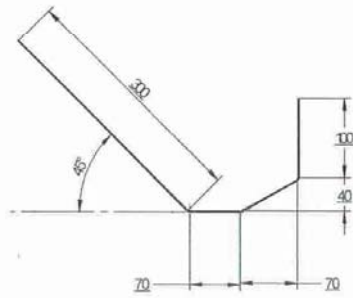
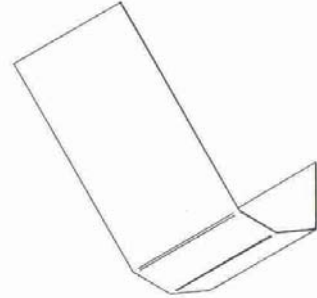
SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	Diez - Lopez	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANANDER	
Comprobado	Ing. Dimar Gelvez		
		A4	Plano PLANTA PILOTO
			Rev
ESCALA DE INGENIERIA MECANICA			
		Fecha	Hoja 1 de 8



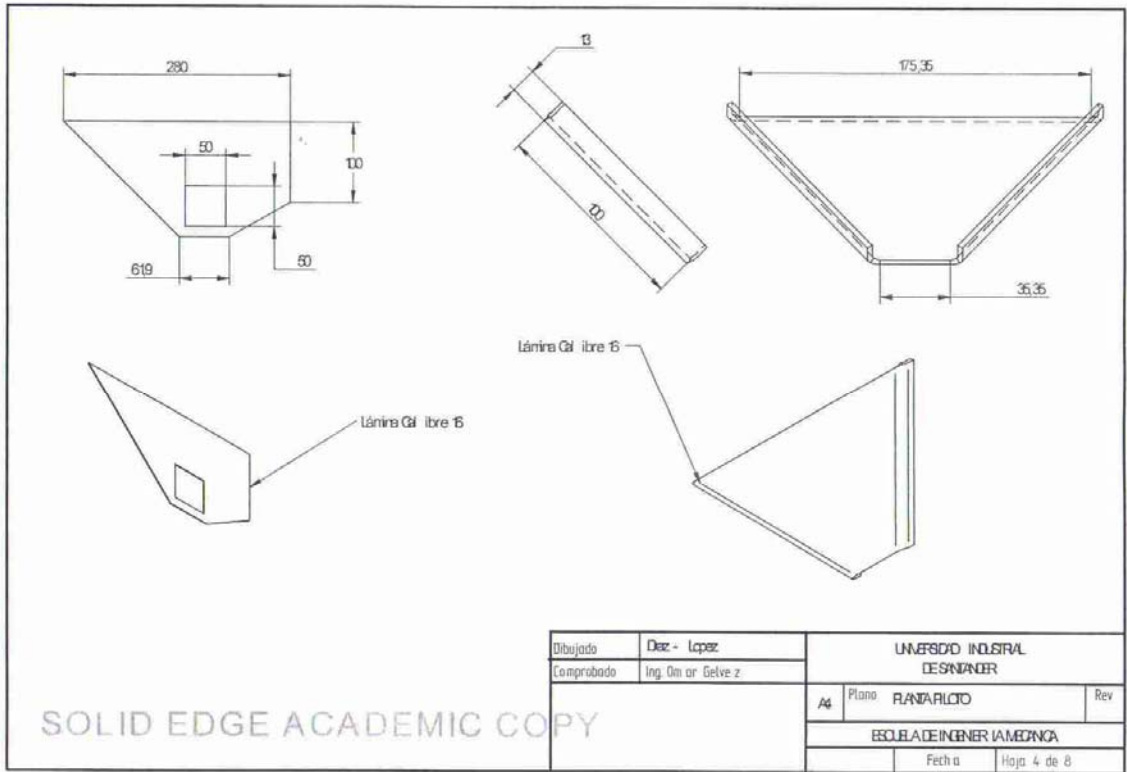
SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	Diaz - Lopez	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL CESAR VALDIVIA			
Comprobado	Ing. Omar Gelvez	ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA			
		A4	Plano	PLANTA PLICIO	Rev
		Fecha		Hoja 2 de 8	



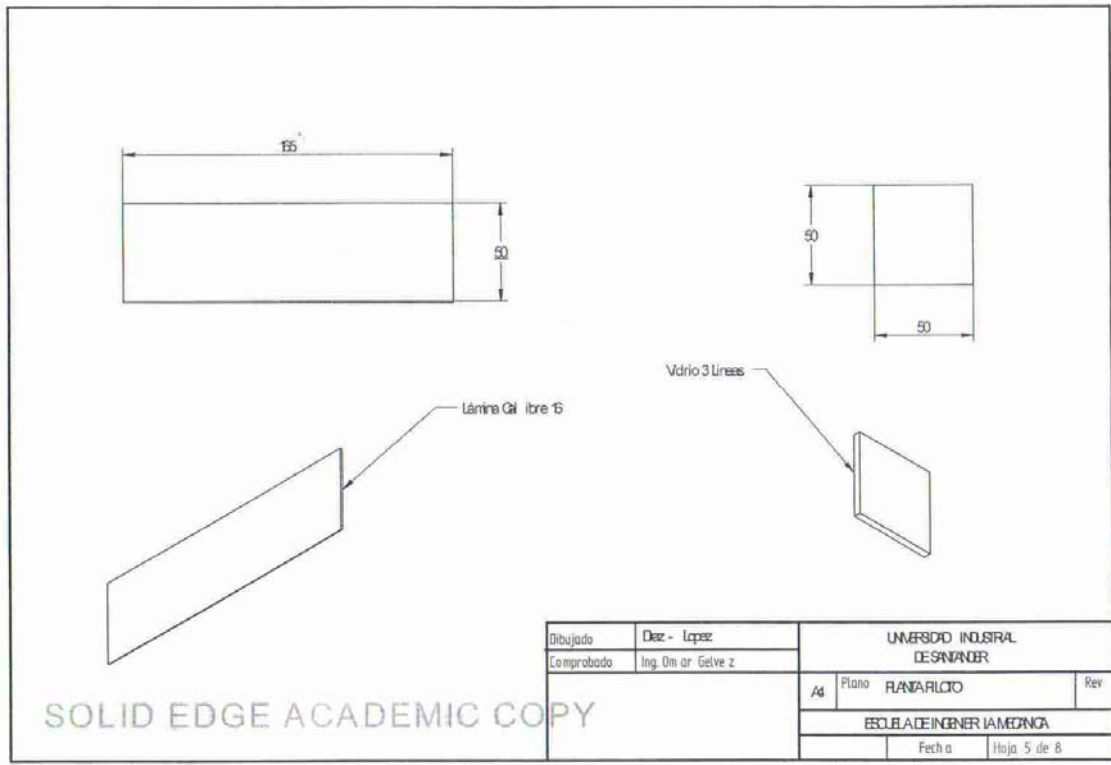
SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	Diaz - Lopez	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DESARZANDER		
Comprobado	Ing. Omar Gelvez	A4	Plano	Rev
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA		
		Fecha	Hoja 3 de 8	



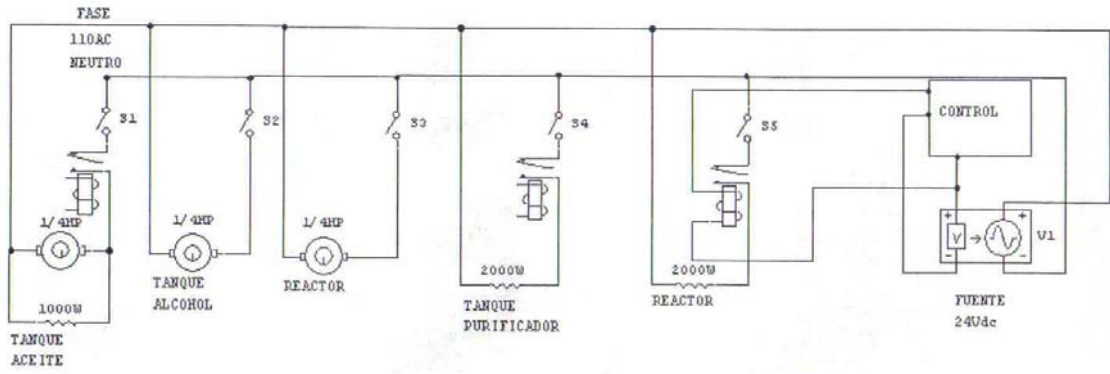
SOLID EDGE ACADEMIC COPY

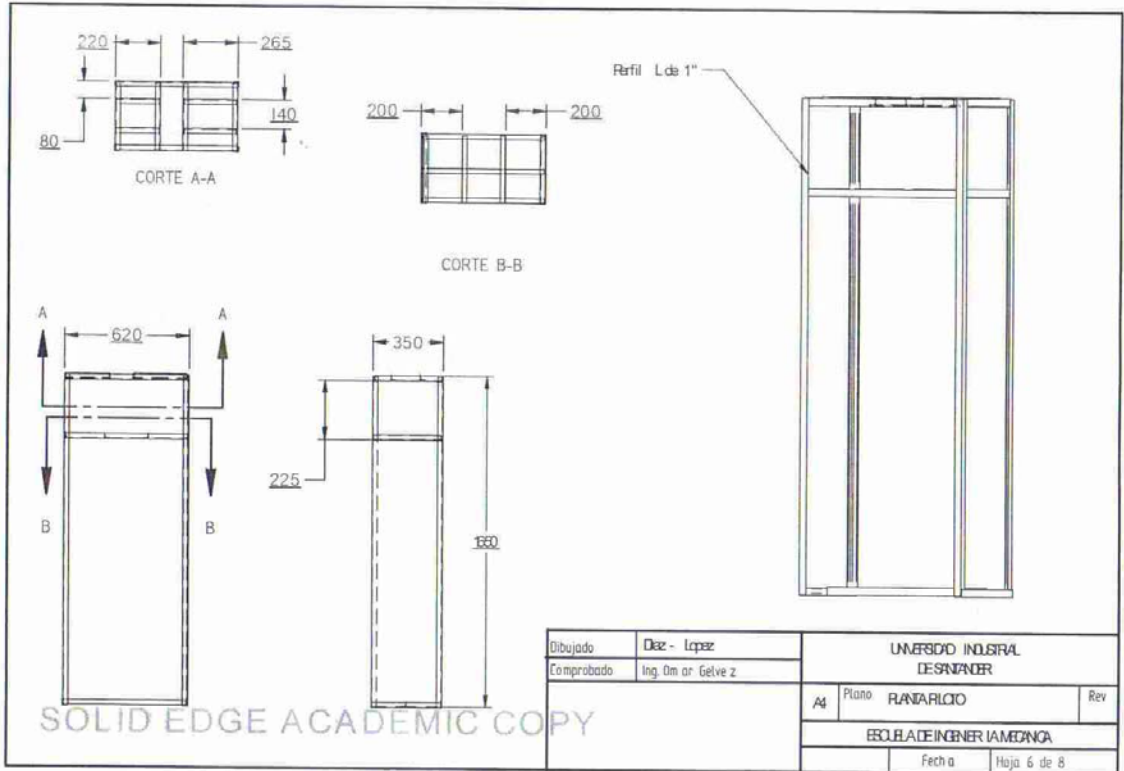
Dibujado	Diez - Lopez	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DESIGNADOR		
Comprobado	Ing. Omar Gelvez			
		A4	Plano	RENDERIZADO
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA		
		Fecha	Hoja 4 de 8	

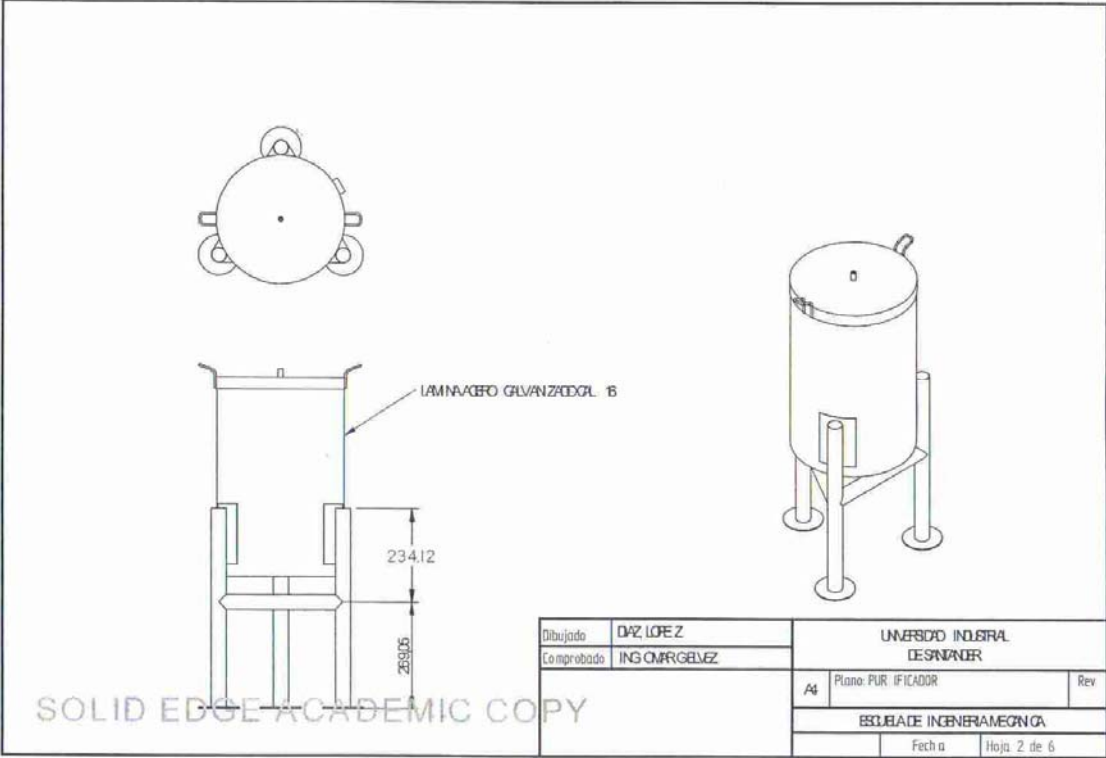


SOLID EDGE ACADEMIC COPY

ESQUEMA ELÉCTRICO PLANTA PILOTO







Dibujado	DAZ LOPEZ	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DESIGNER	
Comprobado	ING OMAR GELVEZ		
		A1	Plano PURIFICADOR
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA	
		Fecha	Hoja 2 de 6

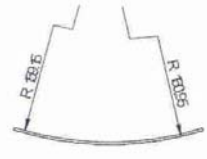
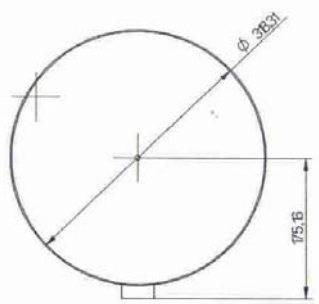
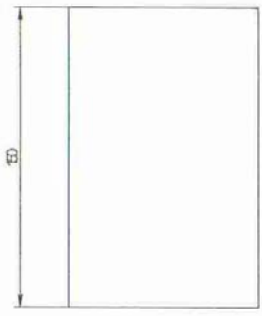
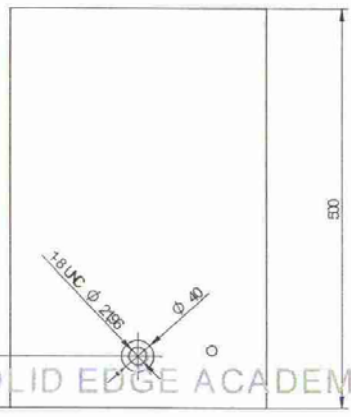


TABLA
15



LAMINA FOOTBALL
12



SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	DAZ LOPEZ	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DESARROLLO	
Comprobado	ING OMAR GOMEZ		
		A4	Plano PURIFICADOR
			Rev
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA	
		Fecha	Hoja 3 de 6

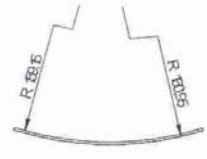
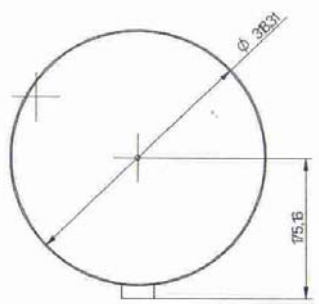
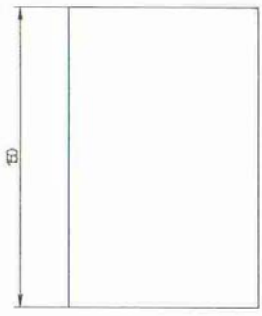
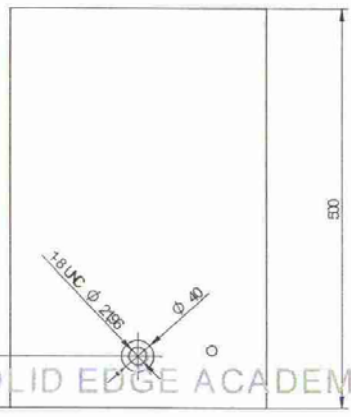


TABLA
15

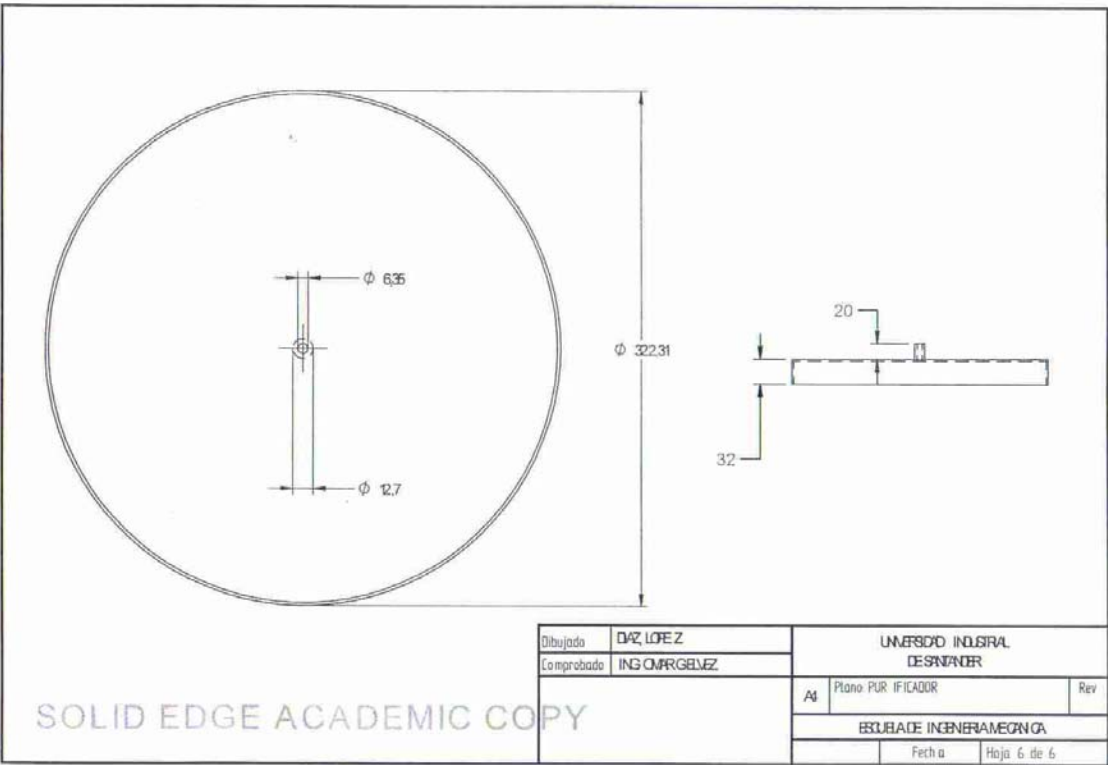


LAMINA FOOTBALL
12



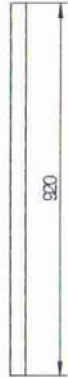
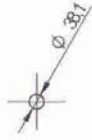
SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	DAZ LOPEZ	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DESARROLLO	
Comprobado	ING OMAR GOMEZ		
		A4	Plano PURIFICADOR
			Rev
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA	
		Fecha	Hoja 3 de 6

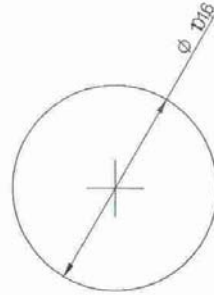


SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	DAZ LOEZ	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL	
Comprobado	ING OMAR GELVEZ	DESIGNER	
		A1	Plano PURIFICADOR
			Rev
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA	
		Fecha	Hoja 6 de 6



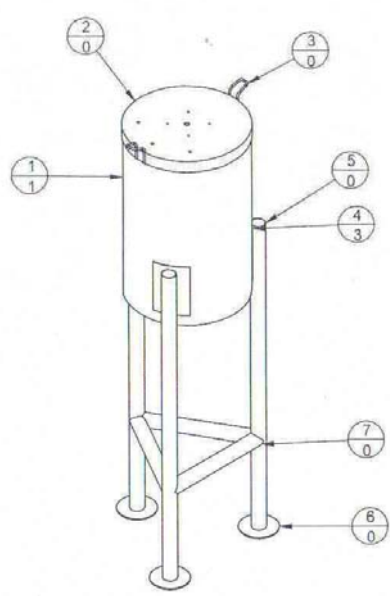
TUBO BKE
110



LAMINA BKE
12

SOLID EDGE ACADEMIC COPY

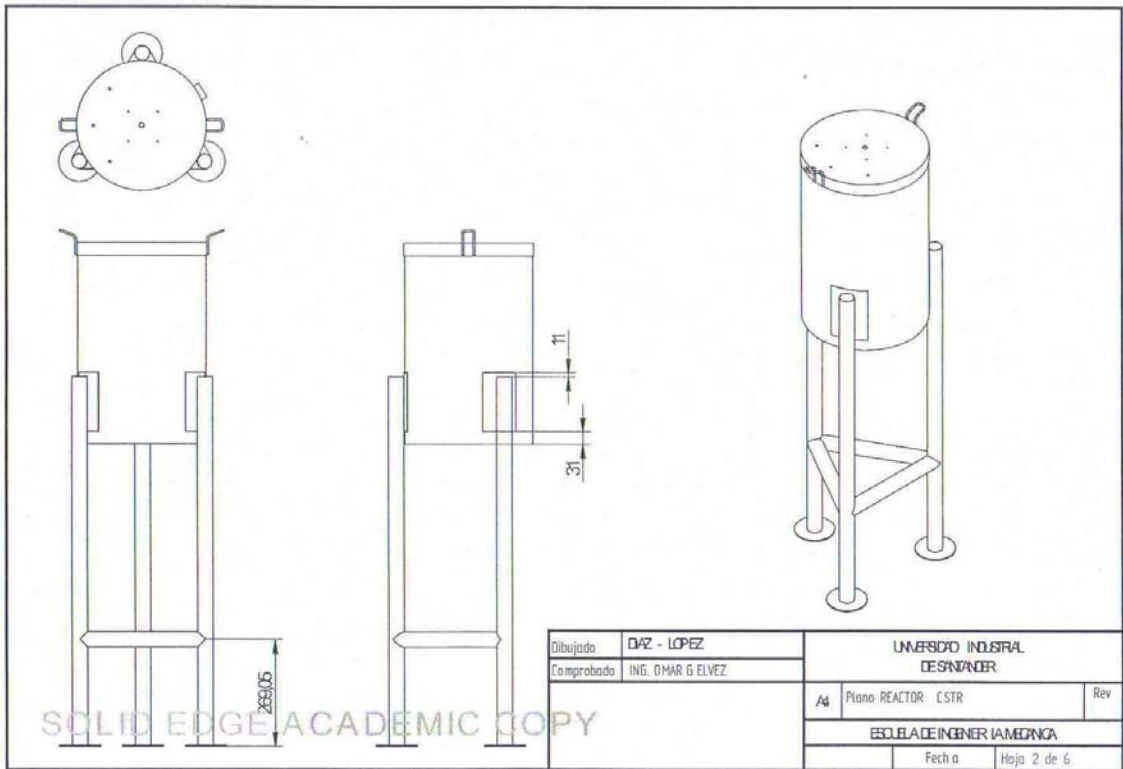
Dibujado	DÍAZ - LOPEZ		UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DESARROLLADOR	
Comprobado	ING. OMAR G. ELVEZ			
	A4	Plano REACTOR CSTR	Rev.	
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA				
	Fecha		Hoja: 4 de 6	

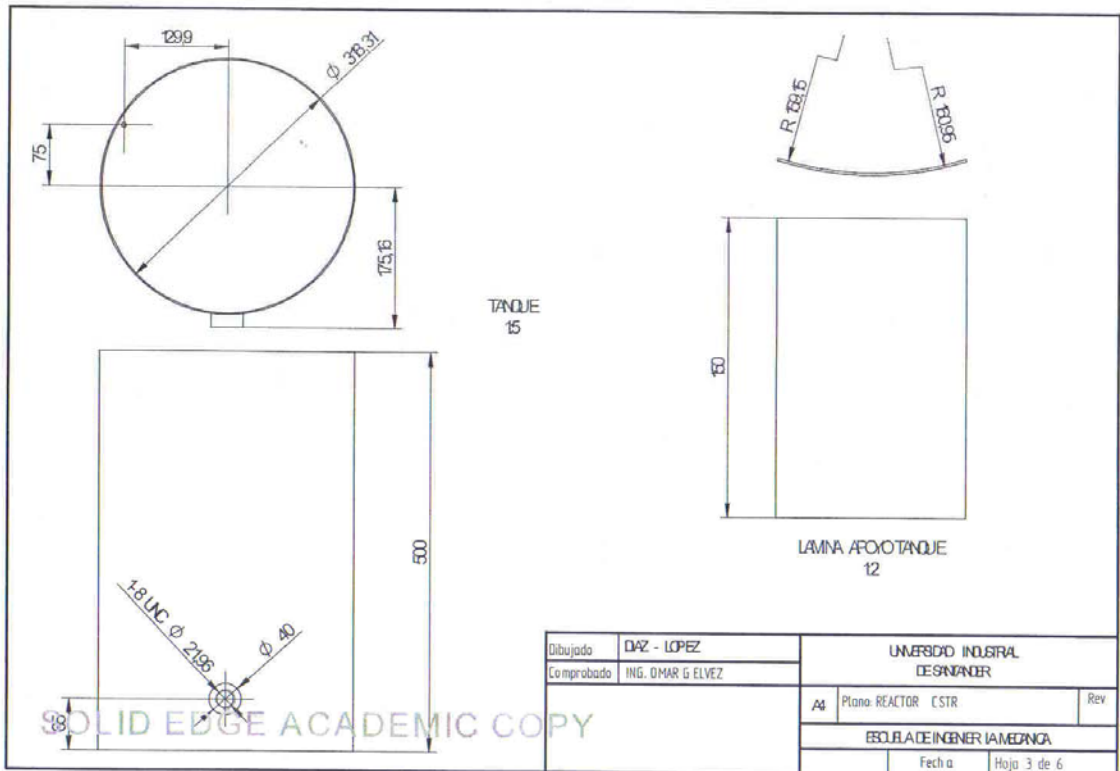


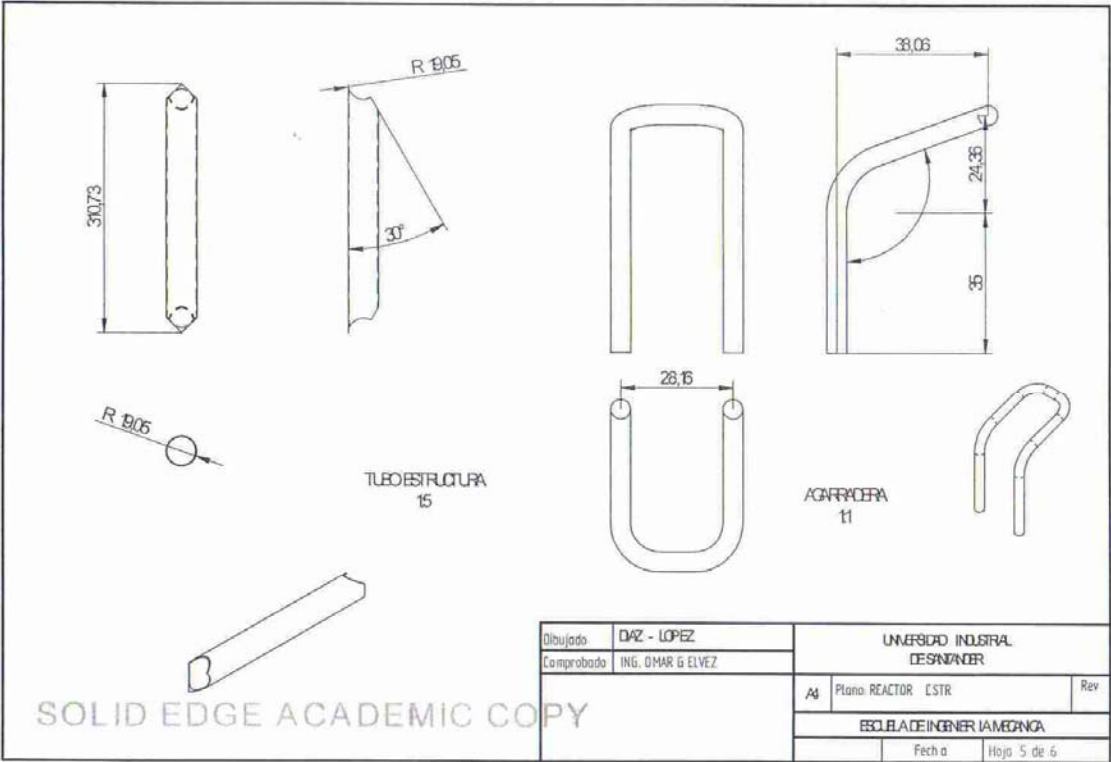
Número de elemento	Título	Material	Cantidad
1	TANQUE	ACERO INOXIDABLE AISI 304 CALIBRE 18	1
2	TAPA TANQUE	ACERO INOXIDABLE AISI 304 CALIBRE 14	1
3	AGARRADERA	ACERO	2
4	LAMINA APOYO TANQUE	ACERO INOXIDABLE AISI 304 CALIBRE 18	3
5	TUBO BASE	TUBO ACERO INOXIDABLE AISI 304 C EDULA 40	3
6	LAMINA BASE	ACERO INOXIDABLE AISI 304 CALIBRE 14	3
7	TUBO E STRUCTURA	TUBO ACERO INOXIDABLE AISI 304 C EDULA 40	3

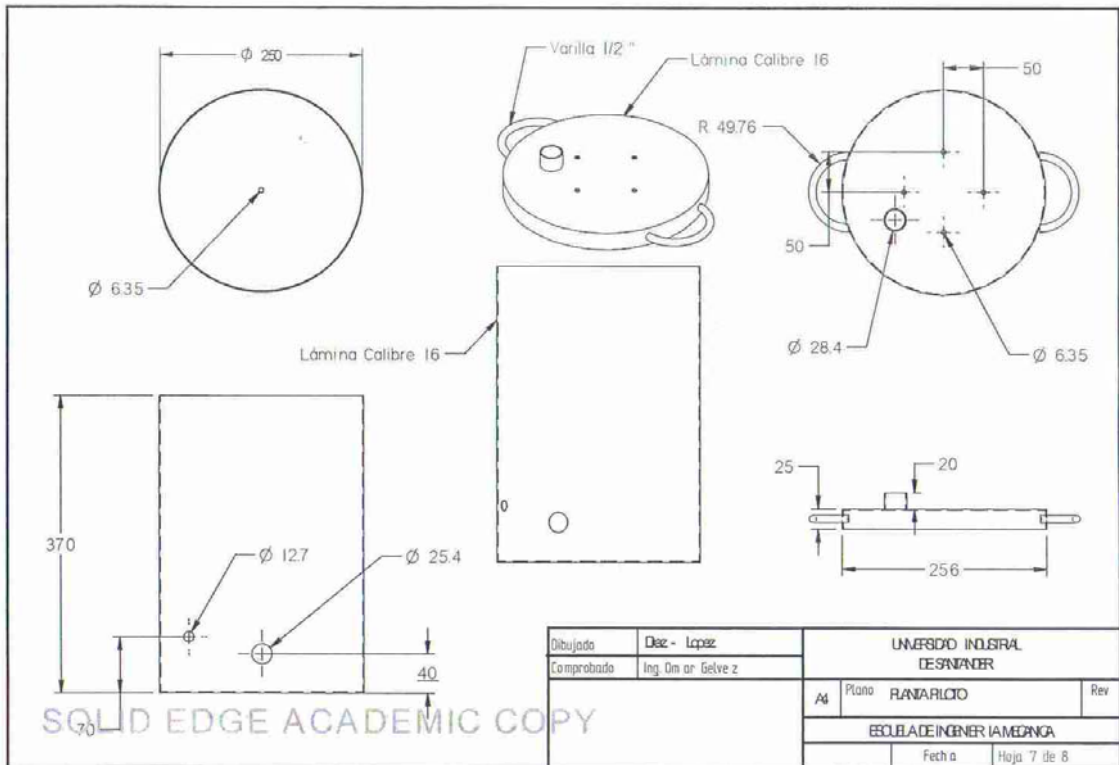
SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	DAZ - LOPEZ	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL CESAR VALDIVIA	
Comprobado	ING. OMAR G ELVEZ		
A6	Plano: REACTOR ESTR	Rev	
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA			
		Fecha	Hoja 1 de 6



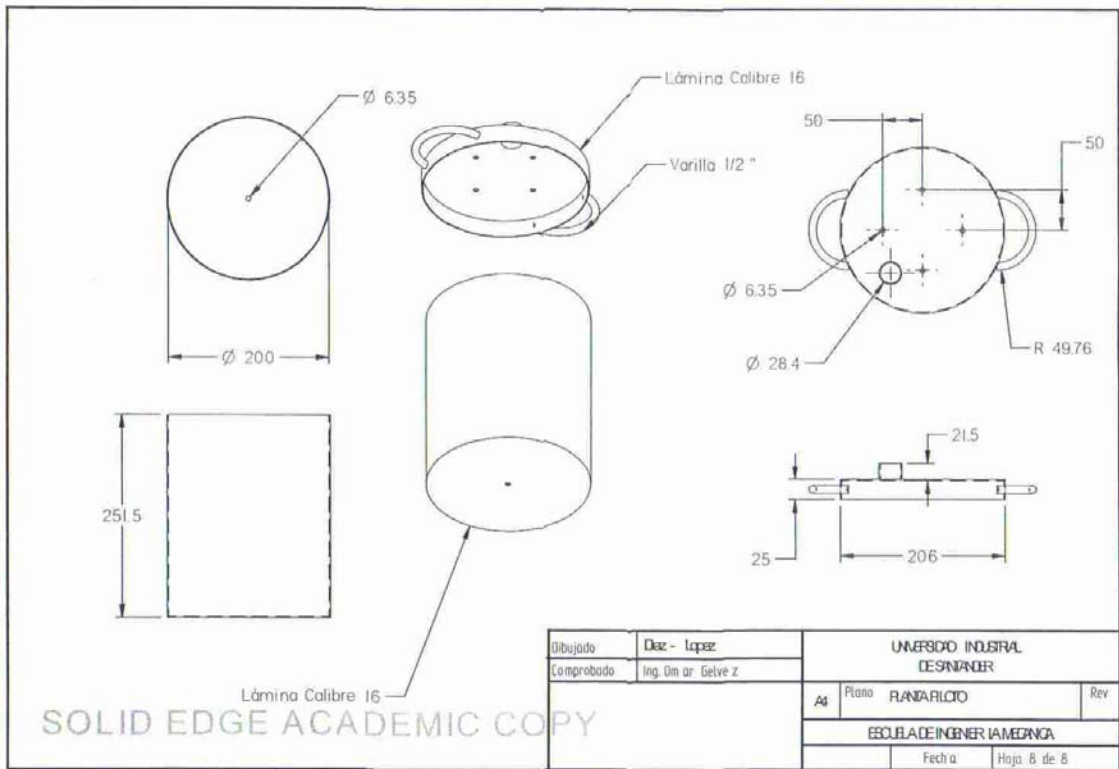






SOLID EDGE ACADEMIC COPY


Dibujado	Diez - Lopez	UNIVERSO INDUSTRIAL DISEÑADOR	
Comprobado	Ing. Omar Gelvez	A4	Plano PLANARILLO
		ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA	
		Fecha	Hoja 7 de 8



SOLID EDGE ACADEMIC COPY

Dibujado	Diaz - Lopez	UNIVERSO INDUSTRIAL DESIGNER		
Comprobado	Ing. Omar Gelvez			
		A4	Plano PLANARILLO	Rev
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA				
		Fecha	Hoja 8 de 8	

ANEXO D. RESULTADOS PRUEBA CRONOMATOGRAFICA

	LABORATORIO DE CROMATOGRAFIA UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER CIUDADELA UNIVERSITARIA, CARRERA 27 , CALLE 9 EDIFICIO CAMILO TORRES INFORME DE RESULTADOS DE ANÁLISIS	LC-IRA
---	---	--------

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE ÁCIDOS GRASOS SEGÚN LA NORMA ISO 5508 EN UNA MUESTRA DE BIODIESEL

1. DATOS GENERALES

ENTIDAD SOLICITANTE: OMAR GELVEZ AROCHA

NOMBRE DE LA(S) MUESTRA(S): "Biodiesel"

ANÁLISIS SOLICITADO(S): Perfil de ésteres metílicos de ácidos grasos por cromatografía de gases de alta resolución con detector de ionización en llama, según la norma ISO 5508.

FECHA: Octubre 15 de 2005


No DE SERVICIO(S): 981494

2. DESCRIPCIÓN DEL ANÁLISIS

El análisis de los ésteres metílicos de ácidos grasos se llevó a cabo por cromatografía de gases de alta resolución con detector de ionización en llama (HRGC-FID), según las norma ISO 5508 ("*Animal and Vegetable Fats and Oils - Analysis by Gas Chromatography of Methyl Ester of Fatty Acids*").

LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS SON VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA RECIBIDA.

Carrera 27 - Calle 9, Ciudad Universitaria, Edificio Camilo Torres: 202-204, Teléfono: (0X7) 6344000 Ext. 2471.
Línea directa (0X7) 645 6737, Fax (0X7) 635 8210, Celular: (315) 879 3865, A.A. 678 Bucaramanga, Colombia.
E-mail: elena@tucan.uis.edu.co, rene@tucan.uis.edu.co

	LABORATORIO DE CROMATOGRAFIA UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER CIUADAELA UNIVERSITARIA, CARRERA 27 , CALLE 9 EDIFICIO CAMILO TORRES	LC-IRA
	INFORME DE RESULTADOS DE ANALISIS	

3. Parámetros analíticos

CG Modelo: HP 5890A Series II (Hewlett-Packard, Palo Alto, California, USA)

Detector: FID Temperatura: 270 °C

Horno Temperatura inicial: 130 °C tiempo inicial: 1 min

a 6.5 °C/min hasta 170 °C durante 0 min

a 2.8 °C/min hasta 215 °C durante 20 min

a 40 °C/min hasta 230 °C durante 3 min

Columna Longitud (m) 60 d.i (mm): 0.25

Fase: DB-23 [50%-cianopropil-poli(metilsiloxano)] Espesor(μm): 0.25

Velocidad del gas de arrastre: 1.5 mL/min (100 °C)

Presión de entrada de columna: 200 kPa

Inyector Manual: ---- Automático: HP-7683

Split: 35 mL/min Splitless: --- Relación split: 24:1

Temperatura (°C): 250

Volumen de inyección (μL): 1.0


Gases Carrier: Helio (99.995%) Nitrógeno (mL/min): 25

Aire (mL/min): 360 Mezcla Ar/CH₄ (mL/min): ---

Hidrógeno (mL/min): 33

LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS SON VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA RECIBIDA.

Carrera 27 - Calle 9, Ciudad Universitaria, Edificio Camilo Torres: 202-204, Teléfono: (0X7) 6344000 Ext. 2471.
 Línea directa (0X7) 645 6737, Fax (0X7) 635 8210. Celular: (315) 879 3865. A.A. 678 Bucaramanga, Colombia.
 E-mail: elena@tucan.uis.edu.co, rene@tucan.uis.edu.co

	LABORATORIO DE CROMATOGRAFIA UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER CIUADELA UNIVERSITARIA, CARRERA 27 , CALLE 9 EDIFICIO CAMILO TORRES	LC-IRA
	INFORME DE RESULTADOS DE ANÁLISIS	

4. RESULTADOS

El porcentaje relativo (%) de los ésteres metílicos de ácidos grasos en la muestra analizada se presenta en la **Tabla 1**.

Tabla 1. Cantidad relativa (%) de ésteres metílicos de ácidos grasos presentes en la muestra identificada como: "Biodiesel de Palma Aceitera".

Éster metílico del ácido graso	Cantidad relativa (%)
Caprilico	<0.1
Cáprico	<0.1
Láurico	0.4
Mirístico	1.1
Pentadecanoico	<0.1
Palmítico	38.5
Palmitoleico	0.2
Heptadecanoico	0.1
<i>cis</i> - 10- Heptadecanoico	<0.1
Esteárico	3.8
Elaídico	<0.1
Oleico	44.2
Linoleico	9.5
Linolénico	0.2
Araquídico	0.4
Eicosenoico	0.2
Behénico	<0.1

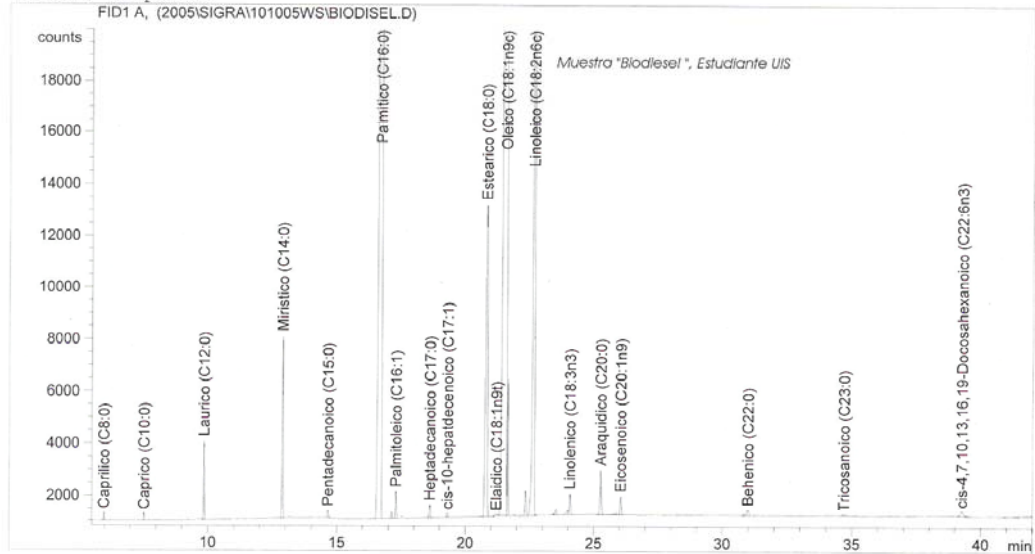
LOS DATOS REPORTADOS EN ESTE INFORME DE ANÁLISIS SON VÁLIDOS ÚNICAMENTE PARA LA MUESTRA RECIBIDA.

Carrera 27 – Calle 9, Ciudad Universitaria, Edificio Camilo Torres: 202-204, Teléfono: (0X7) 6344000 Ext. 2471.
 Línea directa (0X7) 645 6737. Fax (0X7) 635 8210. Celular: (315) 879 3865. A.A. 678 Bucaramanga, Colombia.
 E-mail: elena@tucan.uis.edu.co, rene@tucan.uis.edu.co

```

=====
Injection Date : 06/10/2005 09:50:21 p.m.      Seq. Line : 12
Sample Name    : biodisel                      Vial : 12
Acq. Operator  : Elena E. Stashenko - UIS      Inj : 1
Acq. Instrument : Instrument 2                 Inj Volume : 2 µl
Acq. Method    : C:\HPCHEM\2\METHODS\FAMEDB23.M
Last changed   : 01/01/1988 12:07:00 a.m. by Elena E. Stashenko - UIS
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEEK.M
Last changed   : 24/10/2005 05:32:53 p.m.
                (modified after loading)
    
```

Metodo Terpenos



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 18/10/2005 09:39:44 a.m.
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area counts*s	Area %	Name
1	5.090		0.0000	0.00000	0.00000	Caproico (C6:0)
2	5.978	BB	0.0265	549.41632	0.03431	Caprilico (C8:0)
3	6.650		0.0000	0.00000	0.00000	Nonanoico (C9:0)
4	7.531	BB	0.0283	531.48462	0.03319	Caprico (C10:0)
5	8.590		0.0000	0.00000	0.00000	Undecanoico (C11:0)
6	9.847	BB	0.0320	6342.84082	0.39610	Laurico (C12:0)
7	11.260		0.0000	0.00000	0.00000	Tridecanoico (C13:0)
8	12.882	BB	0.0378	1.68539e4	1.05251	Miristico (C14:0)
9	13.640		0.0000	0.00000	0.00000	Miristoleico (C14:1n5)
10	14.650	BB	0.0425	836.55664	0.05224	Pentadecanoico (C15:0)
11	15.510		0.0000	0.00000	0.00000	cis-10-pentadecenoico (C15:1)
12	16.710	BB	0.0704	6.15256e5	38.42194	Palmitico (C16:0)
13	17.299	BB	0.0410	2885.77979	0.18021	Palmitoleico (C16:1)
14	18.618	BB	0.0442	1573.05579	0.09824	Heptadecanoico (C17:0)
15	19.299	BB	0.0445	492.72150	0.03077	cis-10-hepatdecenoico (C17:1)

Data File C:\HPCHEM\1\DATA\2005\SIGRA\101005WS\BIODISEL.D Sample Name: biodisel

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area counts*s	Area %	Name
16	20.815	BB	0.0692	6.13429e4	3.83078	Estearico (C18:0)
17	21.212	BB	0.0920	511.60309	0.03195	Elaidico (C18:1n9t)
18	21.573	BV	0.0864	7.07011e5	44.15192	Oleico (C18:1n9c)
19	21.920		0.0000	0.00000	0.00000	Linolelaidico (C18:2n6t)
20	22.652	PV	0.0600	1.52650e5	9.53282	Linoleico (C18:2n6c)
21	22.920		0.0000	0.00000	0.00000	Nonadecanoico (C19:0)
22	23.280		0.0000	0.00000	0.00000	g-Linolenico (C18:3n6)
23	24.073	VB	0.0517	2808.01245	0.17536	Linolenico (C18:3n3)
24	25.263	BB	0.0544	6097.24121	0.38076	Araquidico (C20:0)
25	26.045	VB	0.0580	2716.26172	0.16963	Eicosenoico (C20:1n9)
26	27.520		0.0000	0.00000	0.00000	Eicosadienoico (C20:2n6)
27	27.880		0.0000	0.00000	0.00000	Heneicosanoico (C21:0)
28	28.480		0.0000	0.00000	0.00000	Eicosatrienoico (C20:3n6)
29	29.120		0.0000	0.00000	0.00000	Araquidonico (C20:4n6)
30	29.520		0.0000	0.00000	0.00000	Eicostrienoico (C20:3n3)
31	30.984	BV	0.0717	1179.64746	0.07367	Behenico (C22:0)
32	31.330		0.0000	0.00000	0.00000	cis-5,8,11,14,17-Eicosapentaei
33	32.120		0.0000	0.00000	0.00000	Erucico (C22:1n9)
34	34.310		0.0000	0.00000	0.00000	cis-13,16-docosadienoico (C22
35	34.697	BB	0.0749	245.42194	0.01533	Tricosanoico (C23:0)
36	39.268	VB	0.1269	1582.47034	0.09882	cis-4,7,10,13,16,19-Docosahexa
37	41.060		0.0000	0.00000	0.00000	Nervonico (C24:1)
38	41.370		0.0000	0.00000	0.00000	Lignocerico (C24:0)

Totals : 1.58147e6 98.7605

Results obtained with standard integrator!
1 Warnings or Errors :

Warning : Calibrated compound(s) not found

*** End of Report ***