



UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO

**CAMPUS IRAPUATO - SALAMANCA
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS**

*“OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE BIODIESEL
A PARTIR DE ACEITE VEGETAL USADO Y SU EFECTO
EN LAS PRESENTACIONES DE UN MCLA”*

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO MECÁNICO**

PRESENTA:

EMMA EDITH FLORES PATIÑO

DIRECTORES:

**DR. JOSÉ MANUEL RIESCO ÁVILA
DR. DIONISIO HUMBERTO MALAGÓN ROMERO**

SALAMANCA, GTO.

OCTUBRE 2017

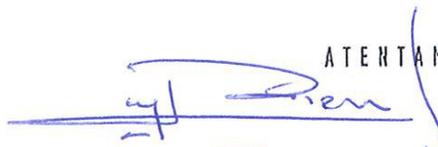
Salamanca, Gto., a 16 de Octubre del 2017.

M. EN I. J. ANTONIO ALVAREZ JAIME
COORDINADOR DE ASUNTOS ESCOLARES
P R E S E N T E.-

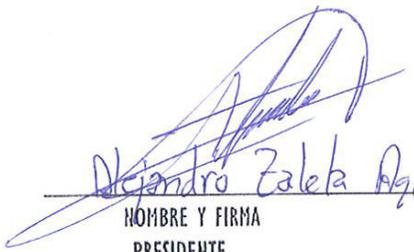
Por medio de la presente, se otorga autorización para proceder a los trámites de impresión, empastado de tesis y titulación al alumno (a) Emma Edith Flores Palino del Programa de Licenciatura en Ingeniería Mecánica y cuyo número de NUA es: 193916 del cual soy director. El título de la tesis es: Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite vegetal usado y su efecto en las presentaciones de un MCI A

Hago constar que he revisado dicho trabajo y he tenido comunicación con los dos sinodales asignados para la revisión de la tesis, por lo que no hay impedimento alguno para fijar la fecha de examen de titulación.

ATENTAMENTE


José Manuel Risco Avila
NOMBRE Y FIRMA
DIRECTOR DE TESIS
SECRETARIO


Dionisio Palacios Jimenez
NOMBRE Y FIRMA
DIRECTOR DE TESIS


Alejandro Zuleta Aguilar
NOMBRE Y FIRMA
PRESIDENTE


Sergio Cano Anovade
NOMBRE Y FIRMA
VOCAL

“Nunca consideres el estudio como una obligación, sino como una oportunidad para penetrar en el bello y maravilloso, mundo de saber” - Albert Einstein.

Agradecimientos

A Dios: por darme esa fuerza que siempre necesito día a día para lograr mis mayores anhelos.

A mis padres: Margarita Patiño Rodríguez y Carlos Flores Vargas por ayudarme para concluir mi carrera profesional y preocuparse por mí siempre.

A mis hermanos: María Mercedes, Juana, Carlos, Margarita, María Isabel, Martín, Martha y José Ignacio por contar siempre con ellos.

A mis amigos de la generación: Nayeli, Claudia, Fany, Martín, Poncho, Oziel, Alonso, Nancy, Jorge, Ale, Edith, Dulce, Giselle, Faly, David, América, Beto, Erick, Charly, Paola y Edith la tocaya por compartir momentos increíbles durante los largos años de mi carrera universitaria y formar parte de mi vida como mis compañeros de algunas clases.

A mis amigos: Karina, Gaby, Olga, Lety, Lunita Nay Pérez, Luis y Pedro por esas charlas de conversación y risas que compartimos y formar parte de mi vida.

Al grupo de invercost: Gámez, Toño, Julio, César, J. Diego, Sotelo, Diego, Basurto, Chava, Donni, Lupe, Néstor y Luz por estar dando lata que no quieren ir por el garrafón de agua y hacer el aseo de la oficina. A las jefas Bere y Marina por ser las compañeras de trabajo cuando yo estuve en el grupo.

A mis directores: Dr. José Manuel Riesco y Dr. Dionisio Humberto Malagón por su asesoramiento y enseñanza para realizar mi trabajo de tesis.

A mis senoidales: Dr. Alejandro Zaleya y Dr. Sergio Cano por dedicar un momento de su tiempo para escucharme y revisar mi trabajo.

ÍNDICE	6
TABLAS	9
FIGURAS	11
NOMENCLATURA	12
OBJETIVO	13
OBJETIVO ESPECÍFICOS	13
JUSTIFICACIÓN	14
INTRODUCCIÓN	16
CAPÍTULO I	18
1. BIODIESEL	18
1.1. Definición	18
1.2. Producción mundial de biodiesel	19
1.3. Aplicaciones del biodiesel	20
1.4. Características del biodiesel	21
1.5. Especificaciones del biodiesel	22
1.6. Ventajas y desventajas del biodiesel	24
1.7. Materias primas para la obtención del biodiesel	25
1.7.1. Características de la materia prima	26
1.7.2. Aceite de vegetal usado	28
1.8. Catalizadores	29
1.8.1. Catalizadores básicos o alcalinos	29
1.8.2. Catalizadores ácidos	30
1.8.3. Catalizadores enzimáticos	31
1.8.4. Catalizadores heterogéneos	32
1.9. Alcoholes	32
1.10. Método para la obtención del biodiesel	33
1.10.1. Transesterificación	33

CAPÍTULO II	36
2. MATERIALES Y MÉTODOS	36
2.1. Materia prima	36
2.2. Adecuación de la materia prima	36
2.3. Caracterización del aceite vegetal usado	37
2.3.1. Densidad	37
2.3.2. Viscosidad	38
2.3.3. Índice de acidez	41
2.3.4. Índice de saponificación	43
2.3.5. Índice de yodo	46
2.4. Identificación de Variables del Proceso	48
2.4.1. Aceite vegetal usado	48
2.4.2. Velocidad de agitación	49
2.4.3. Temperatura	49
2.4.4. Tiempo de reacción	49
2.4.5. Tipo de alcohol	49
2.4.6. Relación molar alcohol:aceite	49
2.4.7. Porcentaje del catalizador	49
2.4.8. Tipo de catalizador	50
2.5. Diseño de experimento	50
2.6. Proceso de la producción del biodiesel en el laboratorio	52
2.7. Montaje para de la obtención del biodiesel a nivel laboratorio	52
2.8. Decantación y purificación del biodiesel	54
2.9. Cromatografía de gases	57
2.9.1. Método del análisis de glicerina y glicéridos	57
2.9.2. Método del análisis del porcentaje FAME	62
2.9.3. Método del análisis de la concentración del metanol	66
2.10. Banco de pruebas del MEC	70

CAPÍTULO III	74
3. RESULTADOS	74
3.1. Caracterización del aceite vegetal usado	74
3.1.1. Densidad	74
3.1.2. Viscosidad	74
3.1.3. Índice de acidez	75
3.1.4. Índice de saponificación	76
3.1.5. Índice de yodo	76
3.2. Obtención del biodiesel	77
3.3. Caracterización del biodiesel	79
3.3.1. Densidad	79
3.3.2. Viscosidad	80
3.3.3. Poder calorífico	81
3.3.4. Cromatografía de gases	81
3.3.5. Prueba del MEC	84
CAPÍTULO IV	88
4. CONCLUSIONES	88
REFERENCIAS	90
ANEXOS	95
A. Variables de la producción para cada muestra del biodiesel	95
B. Formula y nombre de los ácidos grasos (FAMES)	96
C. Cromatografía de gases	97
I. Método del análisis de Glicerina y Glicéridos	97
II. Método del análisis del porcentaje de FAME	105
III. Método del análisis de la concentración del metanol	113

CAPÍTULO I: BIODIESEL

Tabla 1.1 Tipos de emisiones contaminantes del biodiesel y su porcentaje de mezcla [15].	21
Tabla 1.2 Propiedades físicas y químicas comparativas del biodiesel vs diesel fósil [21].	22
Tabla 1.3 Estándares para el biodiesel por la norma ASTM D6751-09.	23
Tabla 1.4 Estándares para el biodiesel por la norma EN 14214.	24
Tabla 1.5 Ácidos grasos saturados y sus principales características [24].	26
Tabla 1.6 Ácidos grasos insaturados más importantes [24].	27
Tabla 1.7 Composición de ácidos grasos de algunos aceites vegetales [25], [26].	28

CAPÍTULO II: MATERIALES Y MÉTODOS

Tabla 2.1 Cantidad de muestra.	42
Tabla 2.2 Parámetros de elección para índice de yodo.	47
Tabla 2.3 Variables para la obtención del biodiesel.	50
Tabla 2.4 Factores y niveles del diseño de experimentos.	51
Tabla 2.5 Diseño experimentos variable de respuesta esteres metílicos.	51
Tabla 2.6 Tiempos de retención y áreas de glicerol y glicéridos.	61
Tabla 2.7 Tiempos de retención.	61
Tabla 2.8 Estándares	63
Tabla 2.9 Tiempos de retención y áreas de los picos identificados.	65
Tabla 2.10 Tiempo de retención del metanol e isopropanol.	70

CAPÍTULO III: RESULTADOS

Tabla 3.1 Densidad de aceite vegetal usado.	74
Tabla 3.2 Viscosidad cinemática del aceite vegetal usado.	75
Tabla 3.3 Índice y porcentaje de acidez del aceite vegetal usado.	76
Tabla 3.4 Índice de saponificación del aceite vegetal usado.	76
Tabla 3.5 Índice de yodo del aceite vegetal usado.	77
Tabla 3.6 Obtención del biodiesel.	78
Tabla 3.7 Densidad del biodiesel.	80
Tabla 3.8 Viscosidad cinemática del biodiesel.	80
Tabla 3.9 Poder calorífico del biodiesel.	81

Tabla 3.10. Concentración % p/p de monoglicéridos, diglicéridos, triglicéridos y glicérol.	82
Tabla 3.11 Porcentaje de FAME.	83
Tabla 3.12 Concentración de metanol en % p/p.	84
Tabla 3.13 Mezclas utilizadas en el motor de combustión interna.	85
Tabla 3.14 Propiedades del diesel y mezclas diesel-biodiesel.	85

CAPÍTULO I: BIODIESEL

Figura 1.1 Ciclo del biodiesel [16].	19
Figura 1.2 Principales productores mundiales de biodiesel 2005-2017 [18].	20
Figura 1.3 Reacción de Transesterificación [35].	33
Figura 1.4 Reacción de triglicéridos a diglicéridos [35].	34
Figura 1.5 Reacción de diglicérido a monoglicérido [35].	34
Figura 1.6 Reacción de monoglicérido a glicerina [35].	35

CAPÍTULO II: MATERIALES Y MÉTODOS

Figura 2.1 Aceite usado.	37
Figura 2.2 Viscosímetro Cannon–Fenske Routine [35].	40
Figura 2.3 Reacción química del índice de saponificación [36].	44
Figura 2.4. Proceso de obtención de biodiesel de biodiesel [26].	52
Figura 2.5 Montaje para la producción de biodiesel.	53
Figura 2.6 Probeta con el producto final de la reacción de transesterificación.	54
Figura 2.7 Biodiesel y glicerina.	55
Figura 2.8 Lavado de biodiesel a) Primer, b) Segundo y c) Tercero.	56
Figura 2.9 a) Biodiesel y b) Residuo de glicerina.	56
Figura 2.10. Biodiesel purificado.	57
Figura 2.11 Cromatograma de glicerol y glicéridos.	60
Figura 2.12 Cromatograma de los estándares.	65
Figura 2.13 Cromatograma del metanol.	69
Figura 2.14. Banco de pruebas. GUNT HAMBURG CT159.	70
Figura 2.15. Banco de pruebas modular para motores de 1 Cilindro, 2.2 kW [47].	71
Figura 2.16. Unidad universal de accionamiento y frenado HM365 [48].	72
Figura 2.17. MEC o motor diesel de cuatro tiempos para el banco de pruebas GUNT HAMBURG CT159 [49].	73

CAPÍTULO III: RESULTADOS

Figura 3.1 Biodiesel con el catalizador KOH.	78
Figura 3.2 Biodiesel con el catalizador NaOH.	79
Figura 3.3. Curvas de par para los diferentes combustibles ensayados	86
Figura 3.4. Curvas de potencia para los diferentes combustibles ensayados.	86
Figura 3.5 Curvas de consumo específico de combustible.	87

NOMENCLATURA

AGL	Ácidos Grasos Libres
ASTM	American Society for Testing and Materials
B100	Diesel al 100%
B20	Mezcla de diesel al 80 % y biodiesel al 20 %
B40	Mezcla de diesel al 60 % y biodiesel al 40 %
B50	Mezcla de diesel al 50 % y biodiesel al 50%
CIEMAT	Centro de Investigación Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas
CH ₃ OH	Alcohol metanol
C ₂ H ₆ OH	Alcohol etanol
CO ₂	Dióxido de carbono
FAME	Fatty Acid Methyl Ester
FID	Ionización de Flama
IS	Internal Standard
ISO	International Organization for Standardization
GC	Cromatógrafo de Gases
KOH	Hidróxido de potasio
MEC	Motor de Encendido por Compresión
MCIA	Motor de Combustión Interna Alternativo
MSTFA	N-Metil-n-trimetilsilil trifluoroacetamida
MTBE	Éter metil tert-butílico
NaOH	Hidróxido de sodio
NaOMe	Metilato de sodio
NE	Normas Europeas
NMX	Norma Mexicana
NO _x	Óxidos de nitrógeno
SO _x	Óxidos de azufre
PC	Poder calorífico

OBJETIVO

Evaluar la obtención de biodiesel a partir de aceite vegetal usado, mediante el método de transesterificación, variando el tipo de catalizador, la relación molar entre el alcohol y el aceite, y el porcentaje de catalizador. El biodiesel obtenido será caracterizado, para obtener sus propiedades físico-químicas, y la mejor muestra se probará en un motor de combustión interna de encendido por compresión.

OBJETIVO ESPECÍFICOS

- Caracterización del aceite vegetal usado.
- Determinar la relación molar óptima entre el alcohol y el aceite, y el porcentaje y tipo de catalizador (hidróxido de sodio o hidróxido de potasio) en la producción de biodiesel.
- Obtener las propiedades físico-químicas del biodiesel obtenido.
- Analizar el efecto de la mejor muestra de biodiesel obtenida, en las prestaciones de un motor de combustión interna de encendido por compresión.

Ante la presencia de problemas mundiales como el cambio climático y el agotamiento de combustibles fósiles, es necesario impulsar la investigación, el desarrollo y la innovación de energías renovables como los biocombustibles, para reducir el efecto invernadero y la contaminación [1]. Una de las principales causas de la contaminación del aire es la quema de combustibles fósiles, ya que la combustión de los mismos produce grandes cantidades de gases de efecto invernadero dióxido de carbono (CO_2), óxidos de nitrógeno (NO_x), óxidos de azufre (SO_x), hidrocarburos no quemados y cenizas finas. México depende en más del 90% de recursos no renovables como el petróleo y el gas [2], por lo que es importante una búsqueda de combustibles renovables, con el objetivo de reducir el consumo o incluso sustituir completamente a los combustibles derivados del petróleo [3].

El biodiésel es un combustible alternativo al diesel de petróleo, es un producto biodegradable, no tóxico y menos perjudicial para el ambiente en comparación con el diésel de petróleo. Este biocombustible es una mezcla de metil ésteres de ácidos grasos (Fatty Acid Methyl Ester, FAME, por sus siglas en inglés), obtenidos de recursos renovables, como los aceites vegetales y las grasas animales [4].

La obtención biodiesel a partir de aceite vegetal usando, se estará reciclando un residuo contaminante, estos residuos representa una importante alternativa ecológica, ya que cada un litro de aceite vegetal usado que es tirado al drenaje contamina 1000 de litros de agua [1].

El aprovechamiento de aceite vegetal usado para producir biocombustibles puede resolver varios problemas a la vez [5]:

- Permite reducir la contaminación que genera estos residuos.
- Permite la generación de combustible alternativo que puede utilizarse en motores diesel, con lo que reduce las emisiones de CO_2 .
- Ofrece una económica alternativa relacionada a la recolección del aceite vegetal usado.

El uso de biodiesel como combustible alternativo, se tiene beneficios como la mejora de la combustión interna de los motores y la reducción de la emisión de gases de efecto invernadero El Departamento de Energía de los Estados Unidos reportó que el uso del biodiesel reduce las partículas contaminantes

hasta un 65%, lo que a su vez reduce el riesgo de cáncer en la población hasta 90% [2].

En México, cerca del 88% de la energía primaria que se consume proviene del petróleo. Llega a nosotros cada día en una gran variedad de formas. Es la principal fuente de insumos para generar energía eléctrica, permite la producción de combustibles para los sectores de transporte e industrial [2]. El petróleo es uno de los recursos económicos más importantes de México, quien tiene más de 12 mil 350 millones de barriles de reservas probadas de este material, lo que convierte al país en uno de los de mayor cantidad de crudo en el mundo [6].

Con el fin de evitar el rápido agotamiento de las reservas y el cambio climático que se ha convertido en un problema grave que enfrenta la humanidad, originado principalmente, por el aumento de los niveles de dióxido de carbono (CO_2) en la atmósfera, como resultado de la quema de combustibles fósiles, debido a estos dos temas importantes existe la necesidad de encontrar combustibles alternativos por ejemplo el biogás, biomasa, bioetanol, biodiesel, etc. [7].

Uno de los combustibles alternativos que puede alargar la vida de las reservas del petróleo y mejorar el cambio climático disminuyendo los niveles de CO_2 , sustituyendo al diesel convencional es el biodiesel, que es un combustible líquido que se puede obtener a partir de aceites vegetales o grasas animales [8].

El uso de este tipo de combustibles se ha conocido desde la invención del motor diesel de Rudolf Diesel, que tuvo el primer lugar desarrollo para el uso en automóviles, como una opción diferente a los combustibles derivados del petróleo. En la presentación del motor diesel en la Exposición Mundial de París en 1900, Rudolf Diesel usó aceite de maní como combustible [9]. Resurgimiento la idea a Diesel de emplear aceites vegetales en sus motores, empieza a cobrar fuerza nuevamente hacia finales del siglo XX, esta vez bajo la forma de biodiesel impulsado principalmente encontrar alternativas al uso de combustibles fósiles.

El biodiésel producido a partir de aceites vegetales usados es una alternativa novedosa, que no pone en peligro la seguridad alimentaria y es una buena solución para la eliminación del residuo dejado por los aceites usados, que normalmente son arrojados a desagües, lo que esto genera tapamiento en la tuberías, daños ambientales y riesgos para la salud [5].

El proceso de producción del biodiesel se realiza a partir de la reacción de los triglicéridos, provenientes del aceite vegetal o animal con un alcohol para formar ésteres metílicos o etílicos, esta reacción llamada como transesterificación [10]. La reacción de transesterificación dependiendo el alcohol utilizado para la producción del biodiesel se obtendrá ésteres metílicos al utilizar metanol y ésteres etílicos al utilizar etanol. La reacción anterior se lleva a cabo en presencia de catalizadores de tipo básico o alcalino como el hidróxido de sodio NaOH e hidróxido de potasio KOH o metóxido, catalizadores enzimáticos y catalizadores ácidos [11].

En este trabajo se produjo biodiesel mediante el método de transesterificación teniendo como materia prima el aceite vegetal usado de la cafetería de la División de Ingenierías Campus Irapuato-Salamanca y usando metanol para formar ésteres metílicos, variando el tipo de catalizador (hidróxido de sodio y de potasio), la relación molar entre el alcohol y el aceite (9:1 y 6:1), y el porcentaje de catalizador (1,0% y 1,5% respecto al aceite) y también se evalúan sus propiedades físico-químicas del biodiesel y su efecto en las prestaciones de un motor de combustión interna alternativo (MCIA).

1. BIODIESEL

1.1. Definición

El biodiésel es un combustible obtenido a partir de aceites vegetales [2]. Sus propiedades son similares al combustible diesel fósil, y se puede mezclar. La American Society for Testing and Materials (ASTM) define al biodiesel o Fatty Acid Methyl Ester (FAME) como los “ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de lípidos renovables tales como aceites vegetales que se emplean en motores de encendidos por compresión (MEC) o motores diesel” [12].

La materia prima básica para la producción del biodiesel son los aceites de origen animal o vegetal obtenidos de oleaginosas por ejemplo soja, palma higuera, girasol, maíz, etc. y también aceites vegetales reciclados [13]. La obtención del biodiesel se realiza mediante una reacción química entre los triglicéridos contenidos en estos aceites y un alcohol como el etanol o el metanol. Estas reacciones químicas se los conocen como esterificación y transesterificación [14].

En la Figura 1.1 se ilustra el ciclo para la obtención del biodiesel el cual consiste [15]:

- Extracción del aceite de las plantas.
- Uso del aceite para cocinar.
- Desechar el aceite.
- Reacción del aceite y un alcohol (proceso que se llama transesterificación).
- Separación del biodiesel y glicerol.
- Uso del biodiesel en motores o maquinas térmicas.



Figura 1.1 Ciclo del biodiesel [16].

1.2. Producción mundial de biodiesel

La producción de biodiesel como una alternativa energética para los motores de combustión interna alternativos, el uso de biodiesel alarga el tiempo de vida de los diesel fósiles, hoy en día es fundamentalmente usar biodiesel en países de Europa, Estados Unidos y Brasil, países de primer orden en el desarrollo tecnológico [17].

La producción mundial de biodiesel alcanzará y podrá unos 24000 millones de litros en 2017. Se observar en la Figura 1.2 que la producción está liderada por la Unión Europea y en seguida por los Estados Unidos de América, y se prevé también un crecimiento importante para Brasil, Indonesia y Malasia. La Unión Europea representa más de la mitad de producción de biodiesel mundial en 2017 [18].

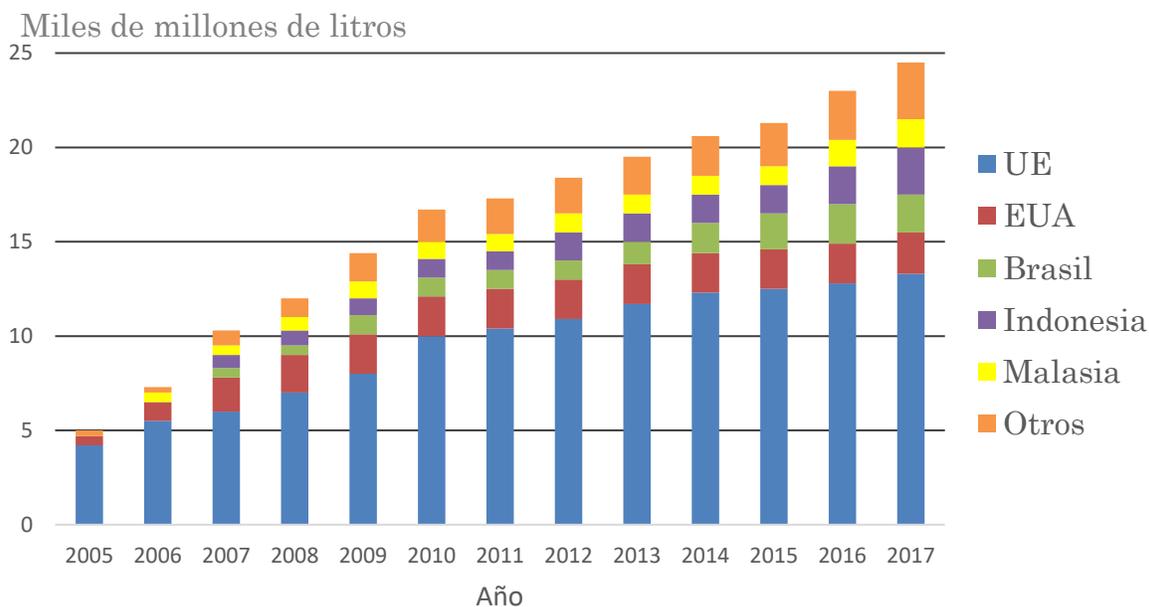


Figura 1.2 Principales productores mundiales de biodiesel 2005-2017 [18].

1.3. Aplicaciones del biodiesel

El biodiesel puede ser utilizado en estado puro o puede ser mezclado con diesel fósil [5]. Se utiliza un sistema conocido como la "B", factor que indica la cantidad de biodiesel en cualquier mezcla de combustible. La mezcla más utilizada es B20, que representa 20% de biodiesel y 80% de diesel fósil el cual se puede utilizar general en motores diesel sin modifica. El biodiesel también puede ser utilizado en su forma pura B100, pero puede requerir algunas modificaciones del motor para evitar problemas de mantenimiento y rendimiento [14].

Para evitar problemas en el motor con el uso de biodiesel como combustible se utiliza una mezcla de diesel-biodiesel. El biodiesel que utilizar en los motores de combustión interna proporciona un porcentaje del contenido de FAME (ésteres) que está presente en el biocombustible. La cantidad permitida de la porción de biodiesel como combustible alternativo, la ASTM D975 actualmente permite hasta 5% de biodiesel (mezcla B5) y la ASTM D7467 es la especificación estándar que cubre mezclas de 20% de biodiesel (mezcla B20) [19].

El Centro de Investigación Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (CIEMAT), contemplan emisiones de gases y su efectos sobre la salud en certificar los combustibles y sus posibles aditivos, se puede establecer la Tabla 1.1 comparativa entre biodiesel B20 (20% de biodiesel + 80% de diesel) y biodiesel

B100 (100% biodiesel, sin mezclar con diesel fósil), tomando como referencia el diesel derivado del petróleo [15].

Tabla 1.1 Tipos de emisiones contaminantes del biodiesel y su porcentaje de mezcla [15].

Tipos de emisión	B20	B100
Hidrocarburos no quemados	-20%	-67%
Monóxidos de carbono	-12%	-48%
Partículas en suspensión	-12%	-47%
NO _x	-2%, +2%	+10%
Derivados del azufre	-20%	-100%
Hidrocarburos aromáticos policíclicos	-13%	-80%
Nitratos de hidrocarburos aromáticos policíclicos	-50%	-90%
Ozono potencial	-10%	-50%

El biodiesel, reduce la emisión de hidrocarburos aromáticos policíclicos y sus derivados nitrogenados, todos ellos inidentificados como potencial causante de cáncer [15].

Los motores diesel al trabajar con biodiesel experimentan una pérdida de potencia debida principalmente al menor poder calorífico del biodiesel, aunque esto se ve compensado con el hecho de ser este un recurso renovable y sin impacto negativo en el medio ambiente [20].

1.4. Características del biodiesel

En la Tabla 1.2 se comparan las propiedades físicas y químicas del biodiesel y del diesel fósil, indicándose las normas establecidas para obtener una calidad uniforme de los biocombustibles [21].

Tabla 1.2 Propiedades físicas y químicas comparativas del biodiesel vs diesel fósil [21].

Propiedades	Unidades	Biodiesel	Diesel
Norma		ASTM D6751	ASTM PS121
Composición		C12-CC22 FAME	C10-C21 Hidrocarburo
Viscosidad cinemática 40 °C	mm ² /2	1.9 -6.0	1.3-4.1
Densidad 15 °C	kg/m ³	860-900*	850
Agua	% vol.	0.50 máx	161
Carbono	% p/p	77	87
Hidrógeno	% p/p	12	13
Oxígeno	% p/p	11	0
Azufre	% p/p	0.05 máx	0.05 máx
Poder Calorífico	kJ/kg	39750	45190
Punto de ebullición	°C	182-338	188-343
Punto de inflamación	°C	93 min.	60-80
Punto de niebla	°C	-3 a 12	-15 a -5
Número de Cetano		47 min.	48 min.
Relación estequiometria aire/ combustible	masa/ma sa	13.8	15

*Reportado por la norma EN 14214.

1.5. Especificaciones del biodiesel

Las normas ASTM D6751-09 y EN 14214 han especificado los métodos que se deben realizar al biodiesel para asegurar su correcto funcionamiento [22].

En la Tabla 1.3 se encuentran las especificaciones y métodos para el biodiesel con la norma ASTM D6751-09.

Tabla 1.3 Estándares para el biodiesel por la norma ASTM D6751-09.

Propiedad	Unidades			Método de prueba
		Mín.	Máx.	
Punto de Inflamación	°C	93	-	ASTM D93
Agua	% vol	-	0.05	ASTM D2709
Temperatura de Destilación	°C	-	360	ASTM D1160
Viscosidad Cinemática a 40°C	mm ² /s	1.9	6.0	ASTM D445
Densidad a 20°C*	kg/m ³	-	-	-
Contenido de éster (FAME)*	%	-	-	-
Cenizas sulfatadas	% p/p	-	0.020	ASMT D874
Azufre	% p/p		0.05	ASMT D5453
Número de Cetano		47	-	ASTM D613
Carbón Residual	% p/p	0.05		ASTM D4530
Número Ácido	mgOH/kg	0.80		ASTM D664
Estabilidad a la oxidación*	h	-	-	-
Índice de Yodo*		-	-	-
Contenido de metanol o etanol*	% p/p	-	-	-
Éster metílico de ácido linoléico*	% p/p	-	-	-
Metil ésteres poliinsaturados*	% p/p	-	-	-
Contenido de Na + K*	mg/kg	-	-	-
Contenido de Ca + Mg*	mg/kg	-	-	-
Contenido de Fósforo	% p/p	0.001		ASTM D4951
Contenido de monoglicéridos*	% p/p	-	-	-
Contenido de diglicéridos*	% p/p	-	-	-
Contenido de triglicéridos*	% p/p	-	-	-
Glicerina libre	% p/p	0.020		ASTM D6584
Glicerina Total	% p/p	0.240		ASTM D6584

*No reportado por la norma ASTM D6751-09

En la Tabla 1.4 se encuentran las especificaciones y métodos de las pruebas para el biodiesel con la norma EN 14214.

Tabla 1.4 Estándares para el biodiesel por la norma EN14214.

Propiedad	Unidades			Método de prueba
		Mín.	Máx.	
Punto de Inflamación	°C	101	-	EN ISO 2719 EN ISO 3679
Agua	mg/kg	-	500	EN ISO 12937
Temperatura de Destilación*	°C	-	-	-
Viscosidad Cinemática a 40°C	mm ² /s	3.5	5.0	EN ISO 3104
Densidad a 20°C	kg/m ³	860	900	EN ISO 3675 EN ISO 12185
Contenido de éster (FAME)	%	96.5	-	EN 14103
Cenizas sulfatadas	% p/p		0.020	ISO 8937
Azufre	mg/kg	10		EN ISO 20846
Número de Cetano		51	-	EN ISO 5165
Carbón Residual	% p/p	0.30		EN ISO 10370
Número Ácido	mgOH/kg	0.50		EN 14104
Estabilidad a la oxidación	h	6		EN 14112
Índice de Yodo		120		EN 14111
Contenido de metanol o etanol	% p/p	0.20		EN 14110
Éster metílico de ácido linoléico	% p/p	12		EN 14103
Metil ésteres poliinsaturados	% p/p	1		No reportado
Contenido de Na + K	mg/kg	5		EN 14108 EN 14109
Contenido de Ca + Mg	mg/kg	5		EN 14538
Contenido de Fósforo	mg/kg	10		EN 14107
Contenido de monoglicéridos	% p/p		0.8	EN 14105
Contenido de diglicéridos	% p/p		0.2	EN 14105
Contenido de triglicéridos	% p/p		0.2	EN 14105
Glicerina libre	% p/p	0.02		EN 14105/EN 14106
Glicerina Total	% p/p	0.25		EN 14105

*No reportado por la norma EN 14214.

1.6. Ventajas y desventajas del biodiesel

El biodiesel es un producto similar al diesel del petróleo, que se deriva de aceites vegetales o animales, por lo que lo constituye un biocombustible

renovable. El biodiesel presenta algunas ventajas y desventajas como biocombustible [23].

Ventajas:

- El biodiesel es un recurso renovable, biodegradable y no tóxico.
- Reducción de emisiones de gases que contribuyen a diferentes fenómenos medioambientales.
- Puede ser usado en mezcla con diesel en motores de encendido por compresión.
- Los gases resultantes de la combustión no contienen óxidos de azufre (SOx), principales causantes de la lluvia ácida.
- Aprovechamiento de aceites de origen vegetal o animal.
- Ahorro de combustibles agotables, en la medida que se sustituye el empleo de combustibles fósiles por biocombustibles renovables.

Desventajas:

- Pérdida de un 5% de potencia
- Tiene un menor poder calorífico, con un mayor consumo de combustible.
- Pueden existir problemas de congelación a los -8 °C
- El biodiesel se oxida con más rapidez que el diesel, característica que puede ser un problema para el almacenamiento a largo plazo para este producto.
- El biodiesel viejo se vuelve ácido y forma sedimentos saliendo de los estándares de calidad.

1.7. Materias primas para la obtención del biodiesel

Las materias primas que se pueden emplear en la obtención del biodiesel se pueden clasificar en [12]:

- *Aceites vegetales*

Oleaginosas: girasol, raps, colza, soja, coco, palma, girasol, maíz, higuera, etc.

- *Aceites vegetales usados*

El aceite es reciclado por ejemplo de restaurantes, cocinas económicas, hoteles, escuelas, hogares, etc.

- *Grasas animales*

Sebo de cerdos, pollos y los subproductos de la producción de ácidos grasos omega 3 provenientes del pescado.

1.7.1. Características de la materia prima

La materia prima oleaginosas está conformada por ácidos grasos que constituyen la parte predominante y químicamente activa de los triglicéridos, los ácidos grasos que los constituyen son los que determinan sus propiedades fisicoquímicas y están compuestos por ácidos grasos saturados e insaturados [13]:

- *Ácidos grasos saturados*

Los ácidos grasos saturados sólo tienen enlaces simples entre los átomos de carbono y se encuentran en los aceites vegetales y animales [24], en la Tabla 1.5 se observa el nombre del ácido grasos saturado, número de átomos de carbono, fórmula y abreviación:

Tabla 1.5 Ácidos grasos saturados y sus principales características [24].

Nombre del ácido	Número de átomos de carbono	Fórmula	Abreviación
Butírico	4	C_3H_7COOH	C4:0
Caprónico	6	$C_5H_{11}COOH$	C6:0
Caprílico	8	$C_7H_{15}COOH$	C8:0
Caprico	10	$C_9H_{19}COOH$	C10:0
Láurico	12	$C_{11}H_{23}COOH$	C12:0
Mirístico	14	$C_{13}H_{27}COOH$	C14:0
Palmítico	16	$C_{15}H_{31}COOH$	C16:0
Esteárico	18	$C_{17}H_{35}COOH$	C18:0
Aráquino	20	$C_{19}H_{39}COOH$	C20:0
Behénico	22	$C_{21}H_{43}COOH$	C22:0
Lignocérico	24	$C_{23}H_{47}COOH$	C24:0

- *Ácidos grasos insaturados*

Los ácidos grasos insaturados tienen uno o varios enlaces dobles en los carbonos de la cadena. La distancia entre los átomos de estos carbonos no es la misma que con los otros, ni los ángulos de enlace, por lo que los ácidos grasos insaturados presentan codos, con cambios de dirección, en los lugares donde

aparece un doble enlace entre átomos de carbono [24]. Se encuentran en los aceites vegetales y animales, dada la relativa dificultad a su caracterización, son conocidos con menos seguridad que los saturados. Los ácidos grasos intensamente insaturados son con cuatro o más enlaces dobles, que se encuentran en los aceites marinos, son particularmente difíciles de estudiar por la facilidad con que se isomerizan o polimerizan por acción del calor o de los agentes químicos [25]. En la Tabla 1.6 se presentan los ácidos grasos insaturados más importantes.

Tabla 1.6 Ácidos grasos insaturados más importantes [24].

Nombre común del ácido	Número de átomos de carbono	Número de dobles enlaces	Fórmula	Abreviación
Miristoleico	14	1	$C_{13}H_{25}COOH$	C14:1
Palmitoleico	16	1	$C_{15}H_{29}COOH$	C16:1
Oleico	18	1	$C_{17}H_{33}COOH$	C18:1
Linoleico	18	2	$C_{17}H_{31}COOH$	C18:2
γ -Linolénico	18	3	$C_{17}H_{29}COOH$	C18:3
Araquidónico	20	4	$C_{19}H_{31}COOH$	C20:4
Erúcico	22	1	$C_{21}H_{41}COOH$	C22:1

El aceite vegetal usado en la producción del biodiesel puede obtenerse a partir de diversas oleaginosas por ejemplo palma, soja, coco, maíz, etc. Estas oleaginosas difieren en sus especies, sus características y en relación con el contenido de aceite en la composición de ácidos grasos, en la Tabla 1.7 se ilustra la composición de ácidos grasos y el porcentaje de algunas oleaginosas [25].

Tabla 1.7 Composición de ácidos grasos de algunos aceites vegetales [25], [26].

Aceite	Contenido de ácido graso (%)							
	Mirístico C14:0	Palmítico C16:0	Palmitoleic o C16:1	Estearico C18:0	Oleico C18:1	Linoleico C18:2	Linolénico C18:3	Aráquino C20:0
Cacahuete	-	6.3	-	4.9	60.6	21.6	-	3.3
Soja	-	6.5	-	4.2	32.0	49.3	2.2	0.7
Palma	1.1	39.7	0.3	4.5	43.5	10.9	-	-
Girasol	-	7.0	-	4.0	27.0	60.0	-	-
Maíz	-	7.3	-	3.3	43.4	39.1	-	29.3
Oliva	0.1	6.9	-	2.3	84.4	4.6	-	0.1
Coco	18.0	9.0	-	3.0	6.0	2.0	-	-
Algodón	0.3	19.1	-	1.9	33.2	39.4	-	0.6
Usado	0.45	10.72	0.59	3.9	40.18	35.89	7.78	0.48

La composición variable del perfil y contenido de ácidos grasos de las materias primas presentadas interfiere en las características y la calidad del biodiesel. El contenido de ácidos grasos saturados e insaturados es muy variable entre las materias primas [26].

El biodiesel producido de materias primas con alto contenido de ácidos grasos saturados o monoinsaturados tiene mejor resistencia a la oxidación.

1.7.2. Aceite de vegetal usado

La alternativa de utilizar los aceites usados es de gran importancia, sin embargo, un inconveniente del uso de aceites usados como materia prima para la producción de biodiésel es que tienen propiedades diferentes a las de los aceites refinados o crudos, ya que son degradados por reacciones hidrolíticas y oxidativas que ocurren durante su uso [26]. Las propiedades de los aceites vegetales usados dependen del tipo de tratamiento al que son sometidos. El tipo de aceite, duración de la cocción, temperatura del aceite, exposición al aire, el periodo de almacenamiento y el tipo de alimento cocinado, determinan la presencia de contaminantes, que le darán al aceite usado en sus características finales [27]. Las altas temperaturas de los procesos típicos de cocción y el agua de los alimentos aceleran la hidrólisis de los triglicéridos e incrementan el contenido de ácidos grasos libres (AGL), impartiendo al aceite un color más

oscuro y un olor [28]. A pesar de estos inconvenientes podemos obtener biodiesel de aceites usado y a su vez se estar reciclado los aceites vegetales usados que son arrojados por coladeras y son un contenedor para en medio ambiente.

1.8. Catalizadores

La transesterificación de los triglicéridos puede ser realizada mediante diferentes procesos catalíticos [25]. Los catalizadores utilizados pueden ser clasificados de la siguiente manera:

- *Catalizadores básicos o alcalinos*
Hidróxido de sodio (NaOH), hidróxido de potasio (KOH), metilato de sodio (NaOMe).
- *Catalizadores ácidos*
Ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico.
- *Catalizadores enzimáticos*
Lipasas.
- *Catalizadores heterogéneos*
Catalizadores en fase sólida.

El proceso más conocido, utilizado y hasta el momento más efectivo es el que emplea catalizadores básicos o alcalinos.

1.8.1. Catalizadores básicos o alcalinos

En el caso de la catálisis alcalina, es muy importante que los catalizadores se mantengan en un estado anhidro. Debe evitarse su contacto prolongado con el aire, pues éste disminuye su efectividad debido a la interacción con la humedad y con el dióxido de carbono. Los tres catalizadores cáusticos tienen ventajas y desventajas, se describen a continuación, y su elección depende de cada caso concreto, [25].

- *Hidróxido de sodio (NaOH)*
Viene en forma de cristales que deben ser disueltos en el metanol antes de la transesterificación. Es un producto barato y fácil de conseguir, pero es cáustico e irritante, y su manipulación directa sin protección respiratoria y para la piel debe evitarse. Además, el NaOH es muy higroscópico (absorbe humedad del ambiente), lo cual hace que los cristales se peguen entre sí y sean más difíciles

de manipular, y reduce su eficacia. Finalmente, la reacción con el metanol es exotérmica, genera calor, donde se realiza esta disolución debe mantenerse refrigerado para evitar que se evapore el alcohol (causando pérdidas de este insumo y riesgos de incendio y para la salud del personal que lo use).

- *Hidróxido de potasio (KOH)*

Muy similar al NaOH, el hidróxido de potasio KOH viene también en forma de cristales que deben ser disueltos en el metanol antes de la transesterificación. Es un producto barato y disponible en la mayoría de lugares. Las dificultades de operación y riesgos son similares a los que existen con NaOH, sin embargo, algunos estudios han demostrado que utilizando KOH se obtienen mejores rendimientos de transformación que con NaOH. Además, el KOH se disuelve más fácilmente que el NaOH en el metanol, lo cual facilita el primer paso previo a la transesterificación. Los jabones de potasio son líquidos, a diferencia de los de sodio que son sólidos. Esto hace que el glicerol crudo sea más fácil de drenar luego de la separación del biodiesel cuando se trabaja con KOH.

- *Metilato de sodio (NaOMe)*

No está disponible en estado puro, debido a que es muy inflamable. Se presenta entonces comercialmente como una solución al 30% en metanol. Esta solución es un líquido, lo cual constituye la principal ventaja: su manipulación (su alta inflamabilidad y toxicidad) es sencilla, puede ser adaptada a un proceso continuo y realizarse mecánicamente sin necesidad de intervención de los operarios. Algunos estudios arrojan que el metilato es un catalizador más efectivo que los anteriores, pero otros indican que NaOH es mejor que NaOMe. Igualmente, otros estudios indican que al utilizarse menor cantidad de metilato, al final quedan menos sales de sodio disueltas en el glicerol, lo cual hace su purificación más sencilla. Otros, en cambio, mencionan que este catalizador causa la formación de diferentes subproductos, principalmente sales de sodio, que deben ser tratados como residuos, y que además requiere utilizar aceite de alta calidad. En conclusión, el metilato de sodio parece ser un muy buen catalizador con materias primas adecuadas, pero su costo es alto y su disponibilidad limitada.

1.8.2. Catalizadores ácidos

Los catalizadores ácidos pueden ser utilizados tanto para la esterificación de ácidos grasos libres con el fin de convertirlos directamente en ésteres o para la transesterificación de los triglicéridos [29]. Cuando la materia prima es un

aceite vegetal usado con alto contenido de ácidos grasos libres (AGL), la esterificación ácida es el primer proceso para tratar estos AGL y como segundo proceso por la transesterificación alcalina (con NaOH o KOH como catalizadores) para convertir los triglicéridos subsistentes [25].

Un problema enorme con los catalizadores ácidos es que cuando se emplean, suelen ocasionar corrosión, también esta reacción es extremadamente lenta y requiere de un exceso aún mayor de alcohol [21].

1.8.3. Catalizadores enzimáticos

Los catalizadores enzimáticos como las lipasas (enzimas que en los seres vivientes están encargadas de descomponer las grasas para permitir su digestión y asimilación) son capaces de catalizar la transesterificación de los triglicéridos superando los problemas ya mencionados. Especialmente, el glicerol puede ser removido fácilmente, los ácidos grasos libres pueden ser convertidos totalmente en ésteres, y la presencia de agua no es problemática. Sin embargo, los costos de producción de las lipasas aún son mucho más caros que los de los catalizadores alcalinos [29].

Algunas ventajas y desventajas de utilizar lipasas como catalizadores para la producción de biodiesel son [25]:

Ventajas:

- Se pueden regenerar y reutilizar luego de la reacción (simplemente el residuo sólido se deja en el reactor).
- Esto permite una alta concentración de la enzima, lo cual ayuda a una mejor reacción.
- La separación y purificación del biodiesel es más sencilla, ya que no tiene que eliminarse ningún componente alcalino o ácido.

Desventajas:

- El mayor costo de este catalizador.
- El riesgo de que el metanol inactive a las enzimas. Esto se supera añadiendo el alcohol por partes, o utilizando co-solventes que ayuden a disolver el metanol en el aceite.
- El riesgo de que el glicerol inactive a las enzimas al acumularse y cubrirlas. Las soluciones propuestas han sido añadir silica gel para absorber el glicerol, lavar las enzimas periódicamente con solventes

orgánicos para remover el glicerol, o usar un co-solvente que ayude a diluir el glicerol.

1.8.4. Catalizadores heterogéneos

Los catalizadores heterogéneos son aquellos que se encuentran en una fase diferente a los otros catalizadores. Es decir, que no se encuentran disueltos en el alcohol o aceite, sino que son sólidos, y por lo tanto fácilmente recuperables al final de la reacción [30].

Este tipo de catalizadores permiten superar algunos de los principales problemas de los catalizadores homogéneos como el hidróxido de sodio o potasio, o el metilato de sodio: los procesos de purificación del biodiesel para separar los restos de catalizador, y los de tratamiento de efluentes contaminados con los catalizadores [28].

Como ventajas del proceso, la purificación del biodiesel sólo requiere la evaporación del metanol sobrante y la adsorción del glicerol, sin necesidad de lavado con agua. Asimismo, el glicerol producido es incoloro, de una pureza del 98%, sin presencia de cenizas u otros componentes inorgánicos. Las principales impurezas en el glicerol son agua y metanol [25].

1.9. Alcoholes

El alcohol es el principal insumo para la producción de biodiesel. Los alcoholes que más comúnmente se utilizan para producir biodiesel son metanol y etanol. El metanol es el alcohol más utilizado debido a su alta reactividad y bajo costo; además, los ésteres de metilo presentan mejores propiedades [28]. El etanol también se puede utilizar, este tiene que ser lo más puro (agua libre) como sea posible. El alcohol etílico que contiene tan sólo 2% de agua tendríamos problemas para producción del biodiesel [32].

- *Alcohol metílico o metanol (CH₃OH)*

El CH₃OH es un líquido incoloro e inflamable con un punto de ebullición de 65 °C, volátil, venenoso y soluble en agua. Se obtiene de la oxidación incompleta del gas natural o se puede producir sintéticamente a partir del monóxido de carbono y el hidrogeno. Se utiliza como solvente, combustible, anticongelante para automóviles [33]. El metanol es buena alternativa para la obtención de biodiesel y su reacción es más rápida que con el etanol.

- *Alcohol etílico o etanol (C₂H₆OH)*

El C₂H₆OH es un alcohol que se presenta como un líquido incoloro e inflamable con un punto de ebullición de 78 °C. Es un líquido transparente e incoloro, con sabor a quemado y un olor agradable característico. Es conocido sencillamente con el nombre de alcohol [34]. Al utilizar etanol para la obtención de biodiesel tendría que ser un etanol una alta pureza.

1.10. Método para la obtención del biodiesel

La manera más común de obtener biodiesel es mediante una reacción de *transesterificación*, en la cual un triglicérido reacciona con un alcohol para formar ésteres y glicerol [31].

1.10.1. Transesterificación

En la reacción de transesterificación de un aceite o grasa animal, los triglicéridos reaccionan con un alcohol generalmente metanol o etanol, produciendo ésteres (biodiesel) y glicerina, tal como se muestra en la reacción de la Figura 1.3. El metanol y el etanol se utilizan a nivel industrial porque son fáciles de conseguir. Para que la reacción transcurra a una velocidad adecuada, es necesaria la presencia de un catalizador para su reacción [35].

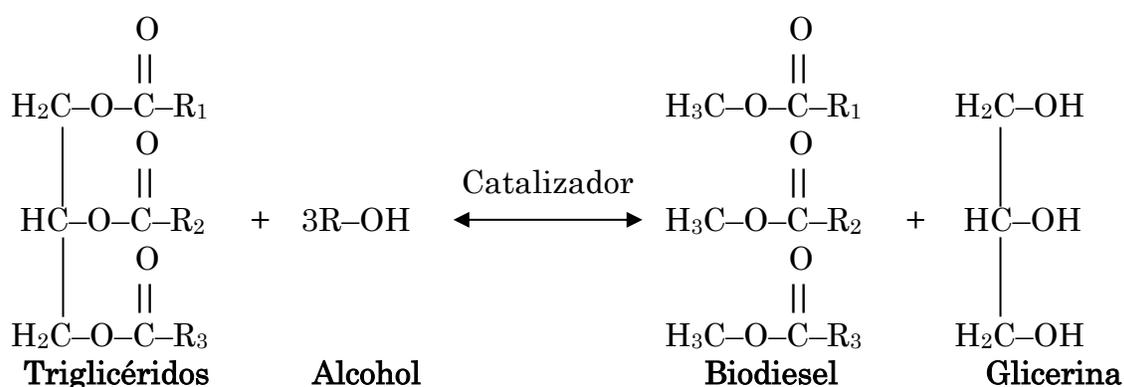


Figura 1.3 Reacción de Transesterificación [35].

La reacción de transesterificación consiste en un proceso de tres reacciones reversibles, donde los triglicéridos son convertidos a diglicéridos, los cuales son convertidos en monoglicéridos y posteriormente en glicerina [35], a continuación, se muestra las 3 reacciones:

1. En triglicérido reacciona con el alcohol y forma un éster y un diglicérido, como se muestra en la Figura 1.4.

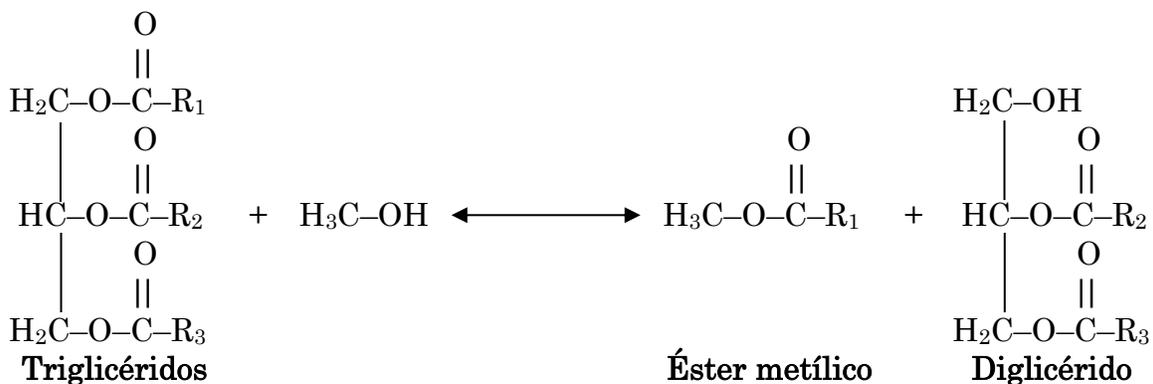


Figura 1.4 Reacción de triglicéridos a diglicéridos [35].

2. El diglicérido reacciona con el alcohol y forma otro éster y un monoglicérido, como se muestra en la Figura 1.5.

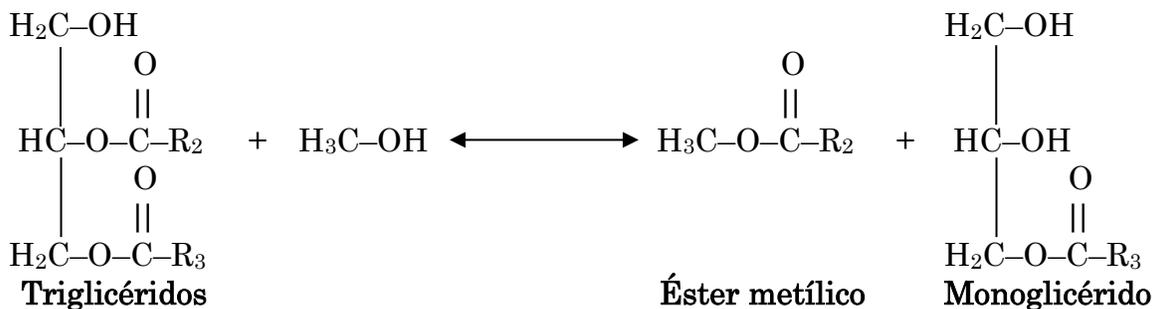


Figura 1.5 Reacción de diglicérido a monoglicérido [35].

3. El monoglicérido reacciona con el alcohol y forma otro éster y glicerina, como se muestra en la Figura 1.6.

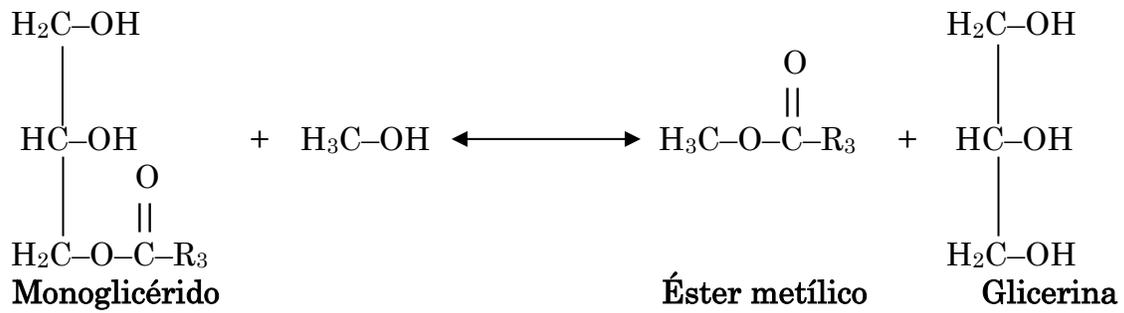


Figura 1.6 Reacción de monoglicérido a glicerina [35].

Durante la reacción de transesterificación se liberan tres moléculas de ésteres metílicos, es decir, tres moléculas de biodiesel. La relación estequiométrica entre el alcohol y el aceite es 3:1. En la reacción estequiométrica se tiene un exceso de alcohol para favorecer el equilibrio hacia la formación del biodiesel [31].

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Es capítulo se presentan los materiales que son necesarios para la producción del biodiesel, de igual manera se explican los métodos para el análisis del biodiesel.

2.1. Materia prima

Para este proyecto el aceite vegetal usado es aceite reciclado de la cafetería de la Universidad de Guanajuato, Campus Irapuato-Salamanca durante dos semanas, durante estas dos semanas se recolecto ocho litros de aceite. El aceite vegetal usado es de canola, soya, girasol, cártamo y otros. El aceite vegetal usado después de ser recolectado es refrigerado a -3°C para que no se llegue a ranciar ya que los aceites usados presentan rancidez.

2.2. Adecuación de la materia prima

Al aceite vegetal usado se realiza el proceso de filtrado y un tratamiento térmico para eliminar las impurezas que pueda presentar el aceite. Este proceso es necesario porque al ser un aceite vegetal usado tiene residuos de comida y una cantidad de agua lo cual podría afectar en la calidad del proceso de obtención del biodiesel. El filtrado se realiza a través de un papel filtro cuantitativo no. 4, que permite retener hasta $25\ \mu\text{m}$, el aceite vegetal usado se calienta a $80\ ^{\circ}\text{C}$ durante 10 min para poder disminuir la viscosidad y se pueda filtrar más rápido [34], al mismo tiempo poder eliminar la humedad que pueda presentar el aceite ya que este aceite fue usado. En la Figura 2.1 se puede observar que el aceite fue poco usado para cocinar una o dos veces, el aceite usado contiene pocos residuos de comida que esto facilita el filtrado que sea más rápido.

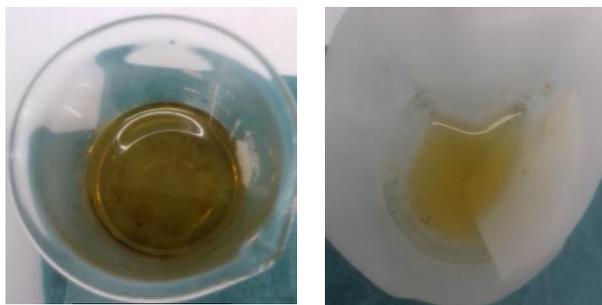


Figura 2.1 Aceite usado.

2.3. Caracterización del aceite vegetal usado

La materia prima (aceite vegetal usado: canola, soja, girasol, cártamo y otros) se caracteriza con las siguientes propiedades:

2.3.1. Densidad

Es la relación entre el peso y el volumen de una sustancia a una temperatura y presión atmosférica definidas. La densidad se expresa en unidades de peso sobre unidades de volumen (g/ml o kg/l), en el sistema métrico [37], [38].

Para determinar la densidad se utiliza la norma NMX-F-075-SCFI-2012 / ISO 6883-2017, el método consiste en determinar la masa a volúmenes iguales del aceite, bajo condiciones específicas de temperatura a 20 °C

Materiales

- Picnómetro de 50 ml.
- Termómetro graduado de 0 °C a 68 °C, con escala dividida en décimos de grados.
- Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Reactivos

Los reactivos que se mencionan deben ser grado analítico.

- Agua destilada.
- Alcohol etílico al 96 °
- Éter etílico.

- Mezcla sulfocrómica (Estos reactivos podrán ser de grado comercial). En un matraz aforado de 1000 ml. se colocan 55 ml de solución saturada de dicromato de potasio y se completa a 1000 ml. con ácido sulfúrico concentrado.

NOTA: Este reactivo es altamente corrosivo y peligroso que se debe manejar cuidadosamente y con equipo de protección. Su preparación y manejo debe de realizarse con extrema precaución. Preferentemente se debe de preparar y manejar en una campana de extracción.

Procedimiento

1. Se limpia cuidadosamente el picnómetro con la mezcla sulfocrómica y se enjuaga con agua destilada. Se escurre y luego se baña sucesivamente con etanol y éter etílico. Se seca interiormente utilizando una corriente de aire seco.
2. Se determina la masa del picnómetro completo.
3. Se llena el picnómetro con el aceite evitando la formación de burbujas de aire, se coloca el termómetro y se deja destapada la rama del capilar.
4. Verificar la temperatura del aceite que se encuentre a 20 °C, obtenida la temperatura deseada se tapa la rama del capilar. Se seca exteriormente y se determina su masa.
5. Aplicar la siguiente ecuación (2.1) para obtener la densidad:

$$\rho = \frac{m_a - m_p}{V} \quad (2.1)$$

donde:

ρ : es la densidad del aceite dada en g/ml.

m_a : es la masa del picnómetro con el aceite en g.

m_p : es la masa del picnómetro completo en g.

V : es el volumen del picnómetro (50 ml).

2.3.2. Viscosidad

La viscosidad cinemática se realiza mediante el viscosímetro *Cannon–Fenske Routine Viscometer*, homologado según la norma ASTM D 445 y D 2515.

El viscosímetro cuenta con constantes de calibración para las dos diferentes temperaturas que se puede tomar la viscosidad para fluidos transparentes [35].

Materiales

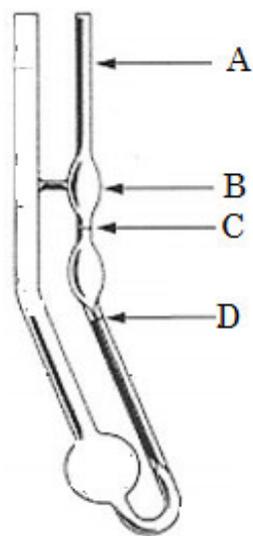
- Viscosímetro de *Cannon–Fenske Routine*.
- Vaso de precipitado de 3000 ml.
- Termómetro.
- Resistencia eléctrica para calentar agua.
- Soporte universal.
- Pinza para soporte universal.

Reactivos

Los reactivos que se mencionan deben ser grado analítico.

- Agua destilada.
- Alcohol etílico al 96 °
- Éter etílico.
- Mezcla sulfocrómica (Estos reactivos podrán ser de grado comercial). En un matraz aforado de 1000 ml. se colocan 55 ml de solución saturada de dicromato de potasio y se completa a 1000 ml. con ácido sulfúrico concentrado.

NOTA: Este reactivo es altamente corrosivo y peligroso que se debe manejar cuidadosamente y con equipo de protección. Su preparación y manejo debe de realizarse con extrema precaución. Preferentemente se debe de preparar y manejar en una campana de extracción.



a)



b)

Figura 2.2 Viscosímetro Cannon–Fenske Routine [35].

Tatos técnicos del viscosímetro:

- **Tipo:** Routine.
- **Tamaño:** 350.
- **No. de serie:** 302.
- **Constante de calibración a 40 °C / 100 °F:** 0.5245.
- **Constante de calibración a 100 °C / 210 °F:** 0.5224.

La calibración de este viscosímetro es basada en el valor del agua. 1.0038 centistokes a 20 °C. La aceleración de la gravedad en el tamaño de calibración es 980.2251 cm/sec. El método utilizado de acuerdo con la publicación del estándar ASTM con el método D445.

Procedimiento

1. Se limpia cuidadosamente el viscosímetro con la mezcla sulfocrónica y se enjuaga con agua destilada. Se escurre y luego se baña sucesivamente con etanol y éter etílico. Se seca interiormente utilizando una corriente de aire seco.
2. Calentar el agua a 40 °C y mantener la temperatura constante.
3. Introducir el viscosímetro a baño en el vaso de precipitado y sujetar el viscosímetro en el soporte universal con se muestra en la Figura 2.2 b), el agua debe cubrir el bulbo B.

4. Introducir al viscosímetro 10 ml del fluido. Para que el viscosímetro alcance el equilibrio de la temperatura del agua, esperar 10 min para la temperatura de 40 °C y 15 min para temperatura de 100 °C.
5. Aplicar succión con la perilla en el tubo A, evitando la formación de burbujas de aire y llevar el fluido al bulbo B.
6. Observar y tomar el tiempo que tarda en pasar el fluido de la marca C a la marca D.
7. La viscosidad cinemática se calcula con la ecuación (2.2)

$$\nu = k * t \quad (2.2)$$

donde:

ν : es la viscosidad cinemática en mm²/s.

k : es la constante de calibración del viscosímetro a 40 °C (constante de calibración = 0.5245).

t : es el tiempo en s.

2.3.3. Índice de acidez

La determinación del índice de acidez permite calcular la acidez del aceite vegetal debido a la presencia de ácidos grasos libres. Son ácidos grasos que tienen un grupo ácido pero que no están unidos a un alcohol [37], [38].

La acidez se determina con la norma NMX-F-101-SCFI-2012 / ISO 660:2009 / ASTM D664, este método se basa en la titulación de los ácidos grasos libres, con un álcali.

Materiales

- Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.
- Matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- Bureta de 50 ml.
- Soporte universal.
- Pinzas para bureta.
- Condensador de reflujo.
- Plancha térmica.

Reactivos

Los reactivos que se mencionan deben ser grado analítico.

- Solución de hidróxido de sodio exactamente valorada (según a la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**).
- Alcohol etílico de 95 ° (v/v) neutralizado en el momento de usarse con hidróxido de sodio 0.1 N.
- Solución indicadora de fenolftaleína al 1 % en alcohol etílico al 95 o 96 %.

Preparación de la muestra

La cantidad de muestra empleada para esta determinación debe estar de acuerdo con la siguiente Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Cantidad de muestra.

% de ácidos grasos libres	Muestra en gramos	Mililitros de alcohol	Normalidad de la solución
0.0 a 0.2	56.4 ± 0.2	50.0	0.1
0.2 a 1.0	28.2 ± 0.2	50.0	0.1
1.0 a 30.0	7.05 ± 0.05	75.0	0.25
30.0 a 50.0	7.05 ± 0.05	100.0	0.25 ó 1.0
50.0 100.0	3.525 ± 0.001	100.0	1.0

Procedimiento

1. Pesar la muestra en gramos, seca y fundida y filtrada, contenida en un el matraz Erlenmeyer.
2. Se le agrega tantos mililitros de alcohol etílico como lo indica la Tabla 2.1 previamente neutralizado.

NOTA: En el caso de las grasas y aceites vegetales usados se recomienda la mezcla al 50 % de alcohol/éter.

Si la disolución de los ácidos grasos libre no es completa en frío, caliente suavemente el matraz en la plancha térmica a reflujo hasta disolución completa de la grasa.

3. Agregar 2 ml de fenolftaleína a disolución.
4. La bureta se sostiene con la pinza en el soporte universal y se titula con hidróxido sodio a 0.1 N, agitando frecuentemente hasta que una coloración rosada persista durante 30 segundos (una coloración de rosa débil).

5. Determinar el porcentaje de ácidos grasos libres con la siguiente ecuación (2.3).

$$\text{Ácidos Grasos Libres (\% ácido oleico)} = \frac{28.2 VN}{P} \quad (2.3)$$

donde:

V: son los ml de solución valorada de hidróxido de sodio gastados en la titulación de la muestra.

N: es la normalidad de la solución de hidróxido sodio.

P: es la masa de la muestra en g.

NOTA: los ácidos grasos libres son expresados frecuentemente en términos de valor ácido o índice de acidez en vez de porcentaje de ácidos grasos libres. El valor ácido o índice de acidez es definido como el número de mililitros de KOH necesario para neutralizar un gramo de muestra. Para convertir el porcentaje de ácidos grasos libres (% ácido oleico) a valor ácido o índice de acidez, se multiplica el porcentaje de ácidos grasos libres por 1.99 como se muestra en la ecuación (2.4).

$$\text{Índice de Acidez} = \frac{28.2 VN}{P} * 1.99 = \frac{56.1 VN}{P} \quad (2.4)$$

2.3.4. Índice de saponificación

El índice de saponificación se define como la cantidad de hidróxido de potasio expresado en miligramos, necesario para saponificar un gramo de aceite o grasa [36].

La norma NMX-F-174-SCFI-2014 / ISO 3657:2002 / ASTM D5558 establece el procedimiento para determinar el índice de saponificación en los aceites vegetales o animales. Este método se basa en la reacción química de los tri-acilgliceroles o triglicéridos con un álcali, formándose jabones o sales alcalinas de los ácidos grasos y glicerina. La reacción química es la siguiente (vea Figura 2.3):

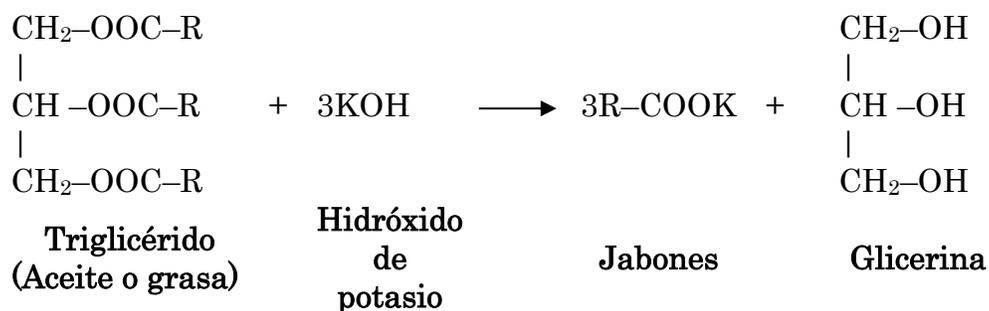


Figura 2.3 Reacción química del índice de saponificación [36].

Materiales

- Matraz Erlenmeyer de 250 ml esmerilado.
- Condensador de reflujo con junta esmerilada.
- Placa de calentamiento.
- Bureta de 50 ml.
- Pipeta volumétrica de 50 ml.
- Soporte universal.
- Pinza para bureta.

Reactivos

Los reactivos que se mencionan deben ser grado analítico.

- Ácido Clorhídrico 0.5 N, cuidadosamente valorada.
- Solución indicadora de fenolftaleína al 1 % en alcohol etílico al 96 %.
- Hidróxido de potasio 0.5 N en solución alcohólica.

NOTA: Use ropa adecuada, guantes de hule grueso, lentes y careta de protección para protegerse el tracto respiratorio contra los polvos o vapores. Prepare las soluciones siempre un extractor de humos efectivo, ya que KOH, HCl y etanol son reactivos fuertes que causa daños a la salud como quemaduras severas a la piel, irritante para los ojos y tóxicos por ingestión.

Procedimiento

1. Funda la muestra si no está líquida y filtrada a través de un papel filtro de poro fino para remover cualquier impureza presente y humedad.
2. Pese una cantidad de muestra en un matraz Erlenmeyer de tamaño tal que la titulación sea equivalente al 45–55 % del blanco. Normalmente esto requiere una muestra de 4–5 g.

3. Agregar 50 ml de solución KOH 0.5 N alcohólica con la pipeta volumétrica y permita que la pipeta escurra por período definido de tiempo.
4. Conecte el condensador y lleve a ebullición lenta pero constante hasta que la muestra esté completamente saponificada. Esto normalmente requiere de 1 hora para muestras normales. Asegúrese que el anillo de sello de vapor en el condensador no se levante hasta el tope del condensador, o que alguna pérdida pueda ocurrir.

NOTA: Algunas muestras, particularmente aquellas que sean difíciles de saponificar, pueden requerir más de 1 hora de reflujo. Esto solo puede determinarse por pruebas. La claridad y homogeneidad de la solución de prueba son indicadores parciales de la saponificación completa, pero no representan necesariamente un criterio absoluto.

5. Después de que el matraz y el condensador se han enfriado bien pero no lo suficiente para formar un gel, lave el interior del condensador con una pequeña cantidad de agua destilada. Desconecte el condensador agregue aproximadamente 1 ml del indicador de fenolftaleína.
6. Sostener la bureta con la pinza para bureta en el soporte universal, agregar a la bureta, 50 ml de la solución 0.5 N de HCL y titule.
7. Realizar un ensayo en blanco en las mismas condiciones (omitir el aceite o grasa).
8. Calcular el índice de saponificación con la siguiente ecuación (2.5).

$$\text{Índice de Saponificación} = \frac{56.1 N(V_B - V_M)}{P} \quad (2.5)$$

donde:

N : es la normalidad de la solución de ácido clorhídrico.

V_B : es el volumen en ml de 0.5 N ácido clorhídrico requerido para titular el blanco.

V_M : es el volumen en ml de 0.5 N ácido clorhídrico requerido para titular la muestra.

P : es la masa en gramos de la muestra en el ensayo.

2.3.5. Índice de yodo

El índice de yodo es la medida de la instauración de las grasas y aceites y se expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbido por gramo de muestra (% de yodo absorbido) [37].

Para obtener el índice de yodo del aceite vegetal se realiza con la norma NMX-F-152-SCFI-2011 ISO 3961:2009 / EN 14111, este método se basa en la reacción del monoclóruo de yodo con ácidos grasos, y en medir la cantidad de yodo que presente en 2/8 forma libre. En función de este se determina el grado de instauración del aceite.

Materiales

- Balanza analítica con precisión 0.0001 g.
- Matraz Erlenmeyer de 500 ml esmerilado.
- Bureta de 50 ml.
- Pipeta volumétrica de 25 ml.
- Soporte universal.
- Pinzas para bureta.
- Navecillas de vidrio.
- Varilla agitadora.
- Vaso de precipitado de 100 ml

Reactivos

- Solución Wijs, que contenga monoclóruo de yodo en ácido acético.
- Solución de Yoduro de Potasio (KI), preparada disolviendo 10 g de Yoduro de Potasio, grado reactivo KI en 100 ml de agua destilada.
- Solución de almidón soluble, 5 g de almidón en 30 ml de agua destilada.
- Solución volumétrica patrón de tiosulfato sódico, 0.1 M de tiosulfato sódico, valorada.
- Cloroformo.

Procedimiento

1. Según el índice de yodo previsto tomar el peso de la muestra de acuerdo con la Tabla 2.2. Colocar la muestra tomada en la navecilla de vidrio para que sea pesada en la balanza.

Tabla 2.2 Parámetros de elección para índice de yodo.

Índice de yodo previsto	Peso de la muestra (g)
<5	3
5 a 20	1
21 a 50	0.4
51 a 100	0.2
101 a 150	0.13
151 a 200	0.1

2. Introducir la muestra en el matraz Erlenmeyer, con la pipeta volumétrica agregar 10 ml del cloroformo y 10 ml del reactivo de Wijs.
3. Agitar con la varilla agitadora hasta que se mezclen las soluciones y tapar la boca del matraz Erlenmeyer
4. Colocar el matraz Erlenmeyer en la oscuridad durante 1 hora
5. Preparar un ensayo en blanco que consiste en introducir en el matraz Erlenmeyer, con la pipeta volumétrica 10 ml del cloroformo y 10 ml del reactivo de Wijs. Repetir el paso 3 y 4.
6. Transcurrido el tiempo indicado, agregar a cada uno de los matraces Erlenmeyers 10 ml de solución de yoduro potásico y 75 ml de agua.
7. Sostener la bureta con la pinza para bureta en el soporte universal, agregar a la bureta, 50 ml de la disolución de tiosulfato sódico
8. Valorar con la disolución de tiosulfato sódico hasta obtener un color amarillo paja producido por el yodo.
9. Añadir unas gotas de engrudo de almidón y continuar la valoración hasta el momento preciso en que desaparezca el color azul oscuro después de una agitación muy intensa.
10. Determinación del índice de yodo con la siguiente ecuación (2.6).

$$\text{Índice de Yodo} = \frac{12.69 M(V_B - V_S)}{P} \quad (2.6)$$

donde:

M : es la molaridad de la solución del Tiosulfato de Sodio.

V_B : es el volumen de solución tituladora, en ml del ensayo en blanco.

V_S : es el volumen de solución tituladora, en ml de la muestra.

P : es la masa de la muestra en g.

2.4. Identificación de Variables del Proceso

Para el proceso de obtención de biodiesel se tiene las siguientes variables:

1. Aceite vegetal
2. Velocidad de agitación
3. Temperatura
4. Tiempo de reacción
5. Tipo de alcohol
6. Relación molar alcohol:aceite
7. Porcentaje en peso del catalizador
8. Tipo de catalizador

2.4.1. Aceite vegetal usado

Este aceite vegetal usado es recolectado de la cafetería de la Universidad de Guanajuato, Campus Irapuato Salamanca por dos semanas, se recolecta ocho litros. El aceite es caracterizado con la densidad, viscosidad, índice de acidez, índice de saponificación e índice de yodo.

Se puede realizar o no realizar un pre-tratamiento dependiendo el contenido de ácidos grasos libres, este pre-tratamiento es la esterificación (conversión de ácidos grasos en metilésteres), ya que el aceite vegetal usado a utilizar en este trabajo no tiene un porcentaje de ácidos grasos libres superior al 1 %, por lo tanto se descarta el pre-tratamiento y sólo se realiza la transesterificación (conversión de triacilglicéridos en metilésteres) [36], [39].

El aceite vegetal usado fue adquirido como un producto de desecho de la cafetería de la universidad por lo cual no tiene costo económico al adquirirlo. Para este trabajo se utiliza seis litros de aceite vegetal usado, ya que el uso de aceites recolectados en distintos días puede afectar los resultados del trabajo, para evitar que esto suceda, se mezcla todo el aceite que fue recolectado durante las dos semanas, ya mezclado se toma el aceite necesario para la caracterización del aceite, el aceite permanece en refrigeración a -3°C para evitar la rancidez.

2.4.2. Velocidad de agitación

La velocidad de agitación de la reacción de transesterificación es de 300 rpm ya que es la necesaria para alcanzar una homogeneidad en las sustancias presentes en la reacción [40].

2.4.3. Temperatura

La temperatura de reacción se fijó en 60 °C, ya que la temperatura de evaporación del metanol es de 65 °C [36], [40].

2.4.4. Tiempo de reacción

El tiempo de reacción se fijó en dos horas tiempo necesario para que se lleve a cabo procesos de transesterificación [40].

2.4.5. Tipo de alcohol

Se seleccionó el alcohol metílico para los experimentos, porque posee características que favorecen la reacción haciéndola más sencilla, logrando una velocidad de reacción más rápida y bajo costo que otros alcoholes [36].

2.4.6. Relación molar alcohol:aceite

La relación metanol:aceite para estos experimentos es de 6:1 y 9:1 ya que tener exceso de alcohol favorece el procesos de transesterificación [36].

2.4.7. Porcentaje del catalizador

El porcentaje de catalizador es una variable importante para tener en cuenta, porque determina la velocidad de reacción y también porque su exceso puede generar saponificación; para este caso específico los valores del porcentaje de catalizador se establecen el 1,0% y 1,5% respecto al aceite [40].

2.4.8. Tipo de catalizador

Es necesario contar con un catalizador para que ocurra la reacción que produce el biodiesel, los catalizadores básicos o alcalino son los que se utilizan a nivel industrial en la transesterificación, ya que actúan mucho más rápido. El tipo de catalizadores utilizados a nivel industrial son hidróxido de sodio (NaOH) e hidróxido de potasio (KOH) [31] y son económicos.

El catalizador hidróxido de sodio y potasio se diluye en el metanol, esto con el fin de evitar que el catalizador sólido reaccione de manera directa con el aceite ya que así favorecerá la reacción de saponificación.

En la siguiente Tabla 2.3 se muestran las variables para la obtención del biodiesel, en base de estas ocho variables se toman tres variables para el diseño de experimento: relación molar alcohol:aceite, tipo de catalizador y porcentaje del catalizador.

Tabla 2.3 Variables para la obtención del biodiesel.

Variable	Valor
Aceite	Usado
Velocidad de agitación	300 rpm
Temperatura	60 °C
Tiempo de la reacción	2 horas
Tipo de alcohol	Metanol
Relación molar alcohol:aceite	6:1 y 9:1
Porcentaje del catalizador	1% y 1.5%
Tipo de catalizador	NaOH e KOH

2.5. Diseño de experimento

Se realiza un diseño de experimentos 2^3 donde son ocho ensayos. En Tabla 2.4 se muestra los factores de la producción del biodiesel: relación molar metanol:aceite, tipo de catalizador y porcentaje de catalizador, ya que estos factores son de gran importancia para la producción, para cada uno los factores elegidos para el diseño experimental se tiene dos respectivos niveles (-) y (+).

Tabla 2.4 Factores y niveles del diseño de experimentos.

Factores	Niveles	
Relación molar metanol:aceite	-	6:1
	+	9:1
Tipo de catalizador	-	KOH
	+	NaOH
Porcentaje de catalizador	-	1%
	+	1.5%

En la Tabla 2.5 se muestra el diseño experimental con ocho ensayos a realizar en el laboratorio, cada ensayo se tiene que realizar cuidadosamente con el equipo adecuado porque se trabaja con reactivos tóxicos.

Tabla 2.5 Diseño experimentos variable de respuesta esteres metílicos.

Ensayo	Tipo de catalizador	Catalizador % m/m	Relación molar metanol: aceite
1	KOH	1	6:1
2	KOH	1.5	6:1
3	KOH	1	9:1
4	KOH	1.5	9:1
5	NaOH	1	6:1
6	NaOH	1.5	6:1
7	NaOH	1	9:1
8	NaOH	1.5	9:1

Es necesario realizar primero la disolución del catalizador (metanol más KOH o NaOH), la disolución se realiza mediante una plancha de agitación magnética, un agitador magnético, un vaso de precipitado 500 ml y en a una campana de extracción de vapores porque el metanol es un líquido volátil. Usar ropa adecuada para el laboratorio (bata de algodón, guante látex, cubre bocas, etc.).

El catalizador se coloca en agitación y temperatura constante de 300 rpm y 30 °C respetivamente, esto es para que sea más rápida la disolución La mezcla esta lista cuando se presenta una sola fase cristalina

2.6. Proceso de la producción del biodiesel en el laboratorio

En la Figura 2.4 se presenta el diagrama de proceso a seguir para la obtención del biodiesel en el laboratorio.

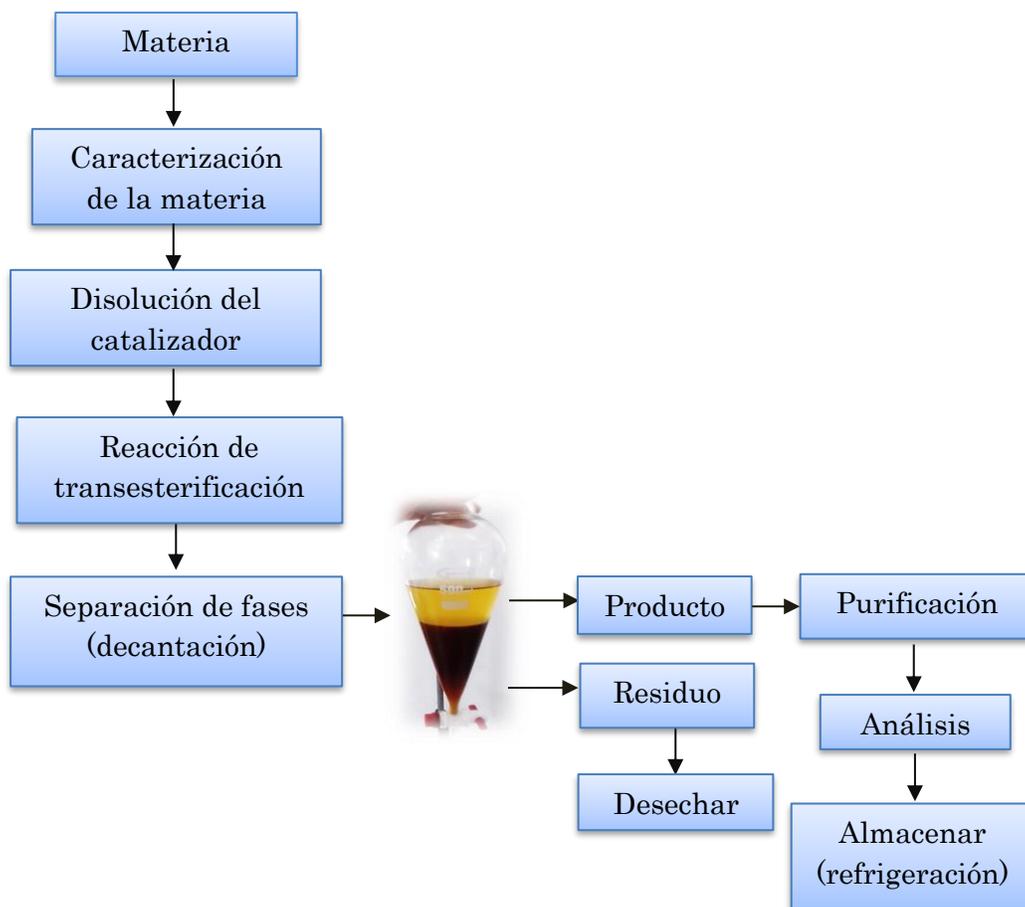


Figura 2.4. Proceso de obtención de biodiesel de biodiesel [26].

2.7. Montaje para de la obtención del biodiesel a nivel laboratorio

A continuación, se presentan los materiales necesarios para el montaje en el laboratorio para la obtención del biodiesel:

Partes del montaje:

1. Reactor de 250 ml
2. Condensador de reflujo
3. Soporte universal

4. Pinza para soporte universal
5. Plancha de agitación magnética
6. Manguera látex
7. Bomba recirculadora
8. Resistencia para agua
9. Recipiente rectangular
10. Llave de agua
11. Coladera
12. Enchufe de luz
13. Agitador magnético (se encuentra adentro del reactor)
14. Termómetro (para medir la temperatura del agua del recipiente)

El montaje a nivel laboratorio es montado como se muestra en la Figura 2.5. En este montaje es donde se realiza la reacción de transesterificación (agitación de aceite y el catalizador) durante un tiempo de 2 horas. Cuando se realiza la experimentación la persona debe usar ropa adecuada para el laboratorio (bata de algodón, guante látex, cubre bocas, etc.), ya que se trabaja con reactivos peligrosos para la salud.

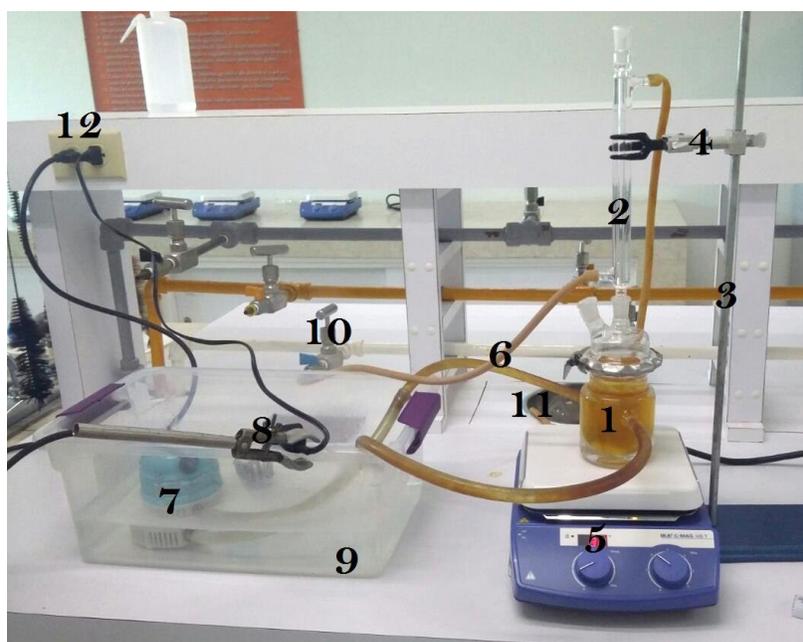


Figura 2.5 Montaje para la producción de biodiesel.

2.8. Decantación y purificación del biodiesel

Transcurridas las 2 horas de la reacción de transesterificación se detiene la agitación para realizar la separación del biodiesel y glicerina. Este producto que se encuentra en el reactor se vacía en una probeta de 500 ml para medir el producto final de la reacción como se muestra en la Figura 2.6 se tiene pérdidas para volumen final porque el metanol es un líquido muy volátil



Figura 2.6 Probeta con el producto final de la reacción de transesterificación.

El biodiesel y glicerina, se separan por diferencia de densidad, para esta separación se colca en un embudo de decantación de 500 ml y se adiciona agua destilada una 1/3 parte del volumen final que se obtuvo del biodiesel y glicerina al término de la reacción de transesterificación, se deja en reposo en el embudo de decantación por 24 horas a temperatura ambiente, esto es para que el biodiesel y el glicerol se separen por diferencias de densidades como se muestra en la Figura 2.7 y tener un mejor rendimiento de obtención del biodiesel

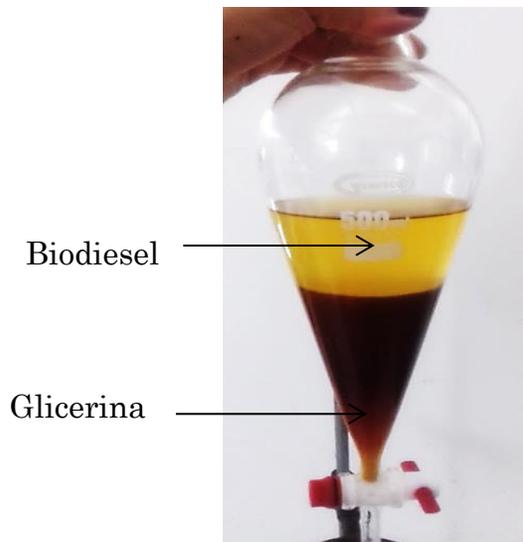


Figura 2.7 Biodiesel y glicerina.

Cumpliendo las 24 horas de decantación, al biodiesel se realiza el procedimiento de lavado para la purificación del biodiesel, ya separado los dos productos como se observa en la Figura 2.7, el lavado se realiza con agua destilada para retirar los posibles residuos de metanol, glicerina y catalizador que pudieron quedar en el biodiesel. El procedimiento de lavado se tiene que realizar de tres a siete veces para asegurar la eliminación de residuos, el número de lavados que se hace es hasta obtener un pH neutro para el agua destilada, en este ensayo por lo regular con tres lavados se obtiene la neutralidad.

A cada etapa de lavado se le agrega 100 ml de agua destilada y se realiza una separación por decantación con un tiempo de 10 minutos de reposo para cada lavado, esto es para que se separe bien el biodiesel y el agua. Como se observa en la Figura 2.8 se realiza tres lavados, en cada lavado el agua es más cristalina esto es porque se está eliminando los residuos de metanol, glicerina y catalizador que puede tener el biodiesel.

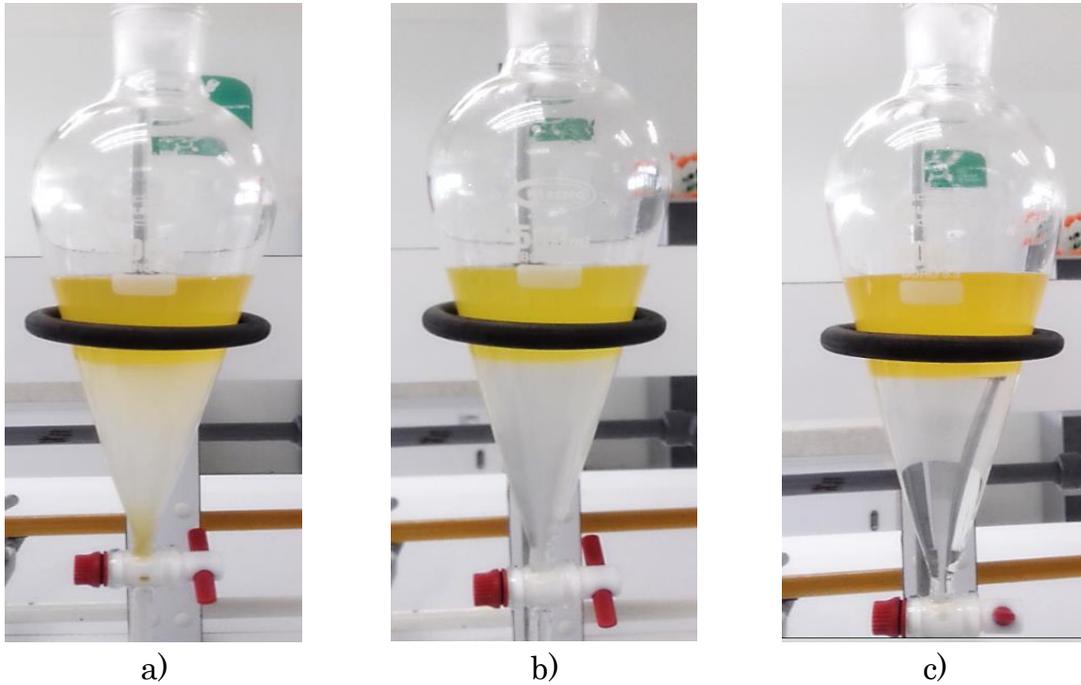


Figura 2.8 Lavado de biodiesel a) Primer, b) Segundo y c) Tercero.

En la Figura 2.9 se ilustra los productos obtenidos, biodiesel y glicerina después de la separación del biodiesel con la glicerina.

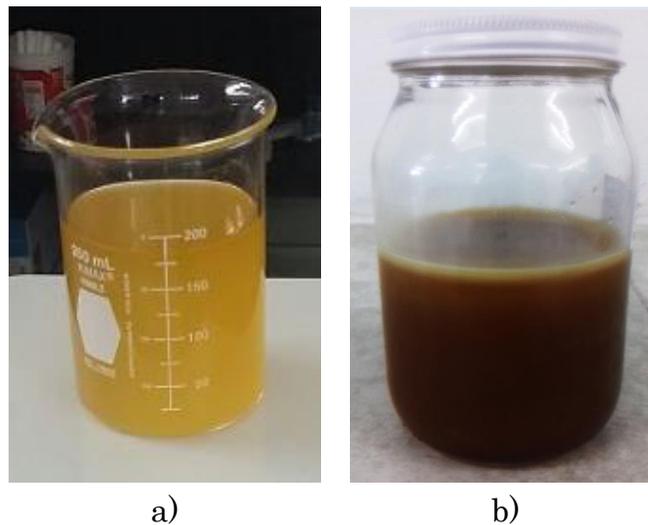


Figura 2.9 a) Biodiesel y b) Residuo de glicerina.

La deshidratación del biodiesel es para eliminar residuos de agua y metanol que puede tener el biodiesel, este proceso se realiza colocando al

biodiesel a una temperatura de 110 °C, arriba del punto de ebullición del agua para eliminar el agua y el metanol, el tiempo que se mantiene a esa temperatura al biodiesel es durante una hora.

El biodiesel con el proceso de deshidratación como en la Figura 2.10 toma un color amarillo trasparente brillante en comparación con el color amarillo opaco que se tiene antes de la deshidratación como se observa en la Figura 2.9a).



Figura 2.10. Biodiesel purificado.

El biodiesel purificado se debe almacenar correctamente para evitar su deterioro, el biodiesel es almacenado en envase adecuado de vidrio o plástico, se tapa perfectamente y se lleva a refrigeración a 4 °C. El biodiesel está listo para su uso y caracterización a realizar.

2.9. Cromatografía de gases

La cromatografía de gases es una técnica para obtener la composición del biodiesel obtenido, se realiza los siguientes análisis para cada una de las muestras:

2.9.1. Método del análisis de glicerina y glicéridos

El análisis de glicerina y glicéridos en el biodiesel se realiza en un Cromatógrafo de Gases (Varian Modelo 450 GC) con el método bajo la norma ASTM D6584 / EN14105 [39]. El método consiste en analizar el contenido de

glicerol, monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos, obtenidos de la reacción de transesterificación [42]. El procedimiento para el análisis se explica a continuación:

Características del cromatógrafo

Inyector capilar: SPI 1093 con temperatura programable.
 Detector: Detector de Ionización de Flama (FID).
 Columna: Capilar BPX-BIOD6584. Dimensiones: longitud de 30 m, diámetro interno 0.25 mm y 0.25 micra de espesor.
 Sistema de datos: Software de cromatografía: Galaxie.

Reactivos

- Heptano grado RA (Fermont.)
- Estándares cromatográficos (Sigma Aldrich).
- Estándar interno: 1,3 butanetriol.
- Estándar interno tricaprina (Sigma Aldrich).
- Reactivo silante: N-metil-n-trimetilsilil trifluoroacetamida (Sigma Aldrich).

Estándares

- Solución estándar 5 (Supelco):

Descripción	Concentración (µg/ml)			
	Glicerol	Trioleina	Monoleina	1,3 -Dioleina
ASTM D 6584 STANDARD SOLUTION 5	51	500.7	1004.4	500.8

- Estándares internos:

Descripción	Concentración (ug/ml)
1,2,4-BUTANETRIOL Estándar interno (IS) #1	940 µg/ml piridina
TRICAPRIN Estándar interno (IS) #2	8136 µg/ml piridina
N-Metil-n-trimetilsilil trifluoroacetamida (MSTFA)	

Instrumentación

- La cromatografía de gases se realiza en un equipo Varian 450 GC.
- El cromatógrafo de gases está equipado con un inyector SPI 1093 de temperatura programable para columnas capilares.
- Detector de ionización de llama.
- Columna capilar BPX-BIOD6584 con pre-columna de sílica fundida (2 m x 0.53 mm).
- Inyección manualmente de 1 µl de muestra con una jeringa de vidrio de 10 µl.
- El programa de temperaturas en el inyector: temperatura inicial de 60 °C por 0.05 min a 380 °C a una velocidad 14.5 °C/s.
- Uso de nitrógeno N₂ líquido para enfriar el inyector de 380 °C a 60 °C después de cada inyección.
- El programa de temperatura del horno de la columna: después de un período de estabilización de 1 min a 50°C (temperatura inicial del horno), se realiza una primera rampa de calentamiento hasta 180 °C con una velocidad de 15 °C/min, posteriormente una segunda rampa de calentamiento hasta 230 °C con una velocidad de 7 °C/min, y finalmente una tercera rampa de calentamiento hasta 380 °C con una velocidad de 30 °C/min y un período final de estabilización de 10 min.
- La temperatura del detector es 380 °C.
- El tiempo de cada corrida de 35 min.
- El gas de arrastre es nitrógeno N₂ con un flujo de 3.0 ml/min.
- La adquisición y el procesamiento de los datos se realizar con el software Galaxie.

Procedimiento de la preparación de los estándares

1. 5 viales de reacción de 1.5 ml.
2. Transferir el volumen de la disolución estándar ASTM D6584 STANDARD SOLUTION 5 de acuerdo con la concentración que corresponda a la curva de calibración cada analito en el vial correspondiente.
3. Adicionar 20 µl de la disolución de estándar interno identificada como IS#1.
4. Adicionar 10 µl de la disolución de estándar interno identificada como IS #2.
5. Adicionar 10 µl de MSTFA
6. Cerrar el vial y agitar cuidadosamente

7. Permitir que el vial repose a temperatura ambiente durante 20 min.
8. Repetir los pasos 2 al 7 para cada uno de los 5 estándares.
9. Adicionar heptano en el vial para llevar a 1000 μl en volumen final y agitar.
10. Preparar un blanco de reactivos en un vial de 1.5 ml adicionando 10 μl de MSTFA y heptano para llevar a 1000 μl , cerrar el vial y agitar cuidadosamente
11. Preparar un blanco de Internal Standard en un vial de 1.5 ml adicionando 20 μl de IS #1, 10 μl de IS #2 y 10 μl de MSTFA, y seguir los pasos 6 y 7.
12. Inyectar manualmente 1 μl de cada disolución en el cromatógrafo de gases para su análisis.
13. Esperar 35 minutos de la corrida del análisis.

Cromatograma del estándar de los glicéridos

Después del análisis se obtiene el cromatograma del estándar de los glicéridos (Figura 2.11), al igual se obtiene los tiempos de retención (Tabla 2.6)

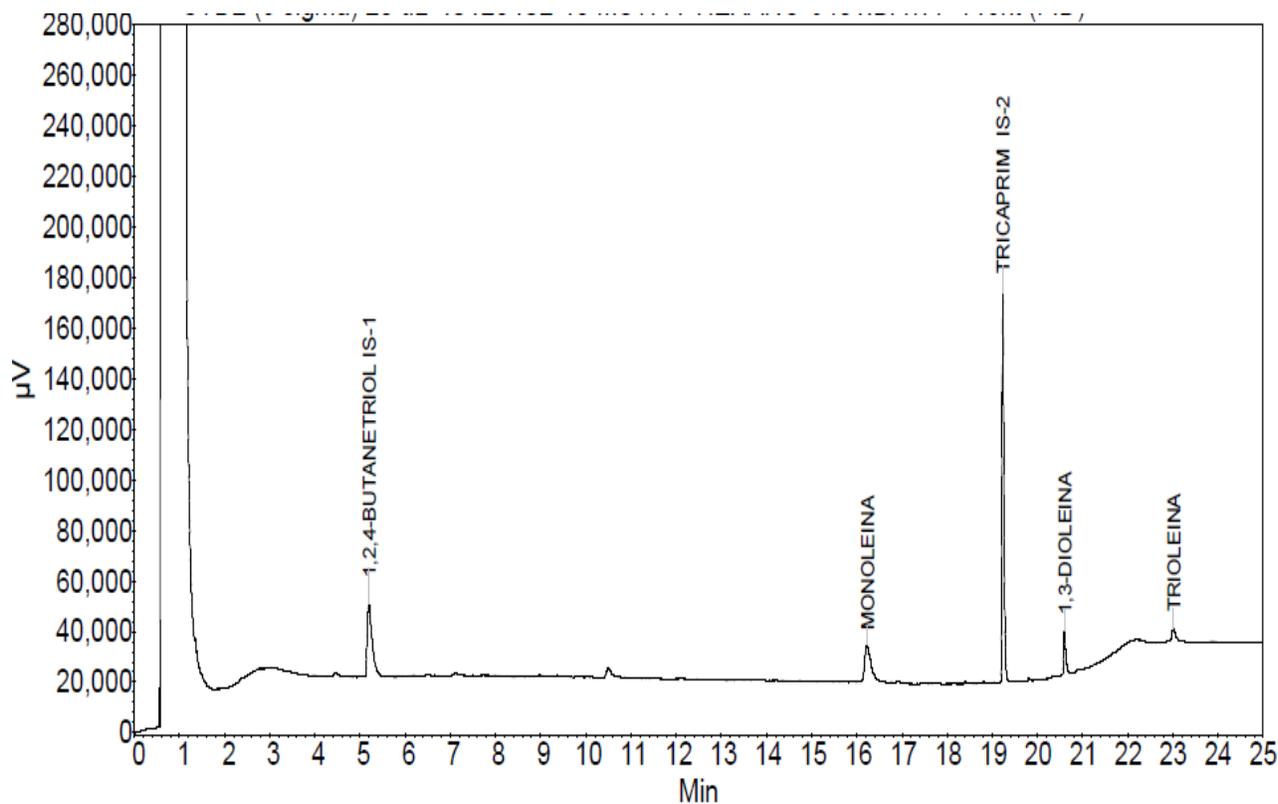


Figura 2.11 Cromatograma de glicerol y glicéridos.

Tabla 2.6 Tiempos de retención y áreas de glicerol y glicéridos.

Index	Name	Time [Min]	Area [μ V.Min]	Area % [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOL IS-1	5.19	3564.2	24.943
2	MONOLEINA	16.23	2076.0	14.529
3	TRICAPRIM IS-2	19.24	7200.8	50.393
4	1,3-DIOLEINA	20.60	988.6	6.918
5	TRIOLEINA	23.01	459.6	3.217
Total			14289.2	100.000

Index	Name	Area [μ V.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	2076.03
3	DIGLICERIDOS	988.58
4	TRIGLICERIDOS	459.62
Total		3524.23

Procedimiento del análisis de la muestra

1. En un vial de reacción de 1.5 ml pesar 0.01 g de la muestra (el peso de la muestra tiene que ser lo más precisó posible).
2. Adicionar 20 μ l de la disolución de estándar interno identificada como IS #1
3. Adicionar 10 μ l de la disolución de estándar interno identificada como IS #2.
4. Adicionar 10 μ l de MSTFA
5. Cerrar el vial y agitar cuidadosamente.
6. Permitir que el vial repose a temperatura ambiente durante 20 minutos.
7. Adicionar heptano en el vial para llevar a 1000 μ l en volumen final y agitar cuidadosamente.
8. Inyectar manualmente 1 μ l de cada disolución en el cromatógrafo de gases para su análisis.
9. Esperar 35 minutos de la corrida del análisis
10. Se obtiene el cromatograma correspondiente de la muestra analizada y se identifican los grupos de acuerdo con los tiempos de retención, estos intervalos de tiempos de retención se encuentran en la Tabla 2.7

Tabla 2.7 Tiempos de retención.

Intervalo de tiempo de retención (min)	Componente
3.5 - 3.8	Glicerol
14.0 - 17.0	Monoglicéridos
20.20 - 21.0	Diglicéridos
22.20 - 23.20	Triglicéridos

2.9.2. Método del análisis del porcentaje FAME

El análisis del porcentaje FAME en el biodiesel se realiza en un Cromatógrafo de Gases (Varian Modelo 450 GC) con el método bajo la norma EN 14103 [43]. En este análisis se obtienen el FAME y el ácido linolénico, que se encuentra en el aceite vegetal o animal para la producción del biodiesel. El contenido de FAME para el método es identificado entre los ácidos C14:0 a C24:1 [44]. Siguiendo el procedimiento se realiza el análisis del biodiesel:

Características del cromatógrafo

Inyector capilar:	Split/Splitless
Detector:	Detector de Ionización de Flama (FID)
Columna:	Capilar Omegawax™ 250. Dimensione: longitud de 30 metros, diámetro interno 0.25 mm y 0.25 micra de espesor
Sistema de datos:	Software de cromatografía Galaxie.

Reactivos

- Heptano grado RA (fermont).
- Estándar cromatográfico FAME Mix C8-C24 (Sigma Aldrich).
- Estándar interno: metil heptadecanoato (C₁₇).

Estándares

ISO/IEC 17025 e ISO Guía 34 (Tabla 2.8)

Tabla 2.8 Estándares

Elución	Analito	Número de lote	Número CAS	Cromatografía Pureza%	Peso certificado %	Incertidumbre expandida %	Peso analítico %
	Internal Standard	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	Methyl octanoate	LB97319	111-11-5	99.9	8.0	±0.51	8.2
3	Methyl decanoate	LC04160	110-42-9	99.9	8.0	±0.47	8.2
4	Methyl laurate	LB975659	111-82-0	99.9	8.0	±0.44	8.2
5	Methyl tetradecanoate	LB97558	124-10-7	99.9	8.0	±0.43	8.1
6	Methyl palmitate	LC02625	112-39-0	99.9	11.0	±0.62	11.2
7	Methyl palmitoate	LC05477	1120-25-8	99.9	5.0	±0.27	5.0
8	Methyl octadecanoate	LB97274	112-61-8	99.9	8.0	±0.50	8.1
9	Cis-9-Oleic methyl ester	LC02936	112-62-9	99.9	5.0	±0.31	5.1
10	Methyl Linolate	LC06225	112-63-0	98.9	5.0	±0.32	5.1
11	Methyl Arachidate	LC05925	1120-28-1	99.9	8.0	±0.54	8.0
12	Methyl	LC03119	301-00-8	99.9	5.0	±0.31	5.0
13	Methyl docosanoate	LC03090	929-77-1	99.7	8.0	±0.56	8.1
14	Methyl Erucate	LB99614	1120-34-9	99.9	5.0	±0.35	5.1
15	Methyl lignocerante	LC07615	2442-49-1	99.9	8.0	±0.56	8.2

Instrumentación

- La cromatografía de gases se realiza en un equipo Varian 450 GC.
- El cromatógrafo de gases está equipado con un inyector Split/Splitless 177 para columnas capilares.
- Detector de ionización de llama.
- Columna capilar Omegawax™ 250.
- Inyección manualmente de 1 µL de la muestra, utilizando una jeringa de vidrio de 10 µL.
- La temperatura en el inyector 260°C.
- El programa de temperatura del horno de la columna: después de un período de estabilización de 1 minuto a 150°C (temperatura inicial del horno), se realiza la rampa de calentamiento hasta 250°C con una

velocidad de 5°C/minuto y un período final de estabilización de 20 minutos.

- La temperatura del detector es 260°C.
- El tiempo de cada corrida de 30 minutos.
- El gas de arrastre es nitrógeno con una presión de 15 psi.
- La adquisición y el procesamiento de los datos se realizan con el software Galaxie

Procedimiento de la preparación de los estándares

1. Pesar 0.050 g del estándar interno C17:0.
2. Disolver y aforar con heptano 50 ml para dar una concentración 10 mg/ml.
3. Inyectar manualmente 1 µl de la disolución en el cromatógrafo de gases para su análisis.
4. Esperar 30 minutos de la corrida del análisis.

Resultados de los estándares

Transcurrido los 30 minutos de la corrida de la inyección se analizan los estándares y se obtiene el cromatograma de la Figura 2.12 y los tiempos de retención de cada ácido graso y tiempo de retención del estándar interno C17:0, (Tabla 2.9).

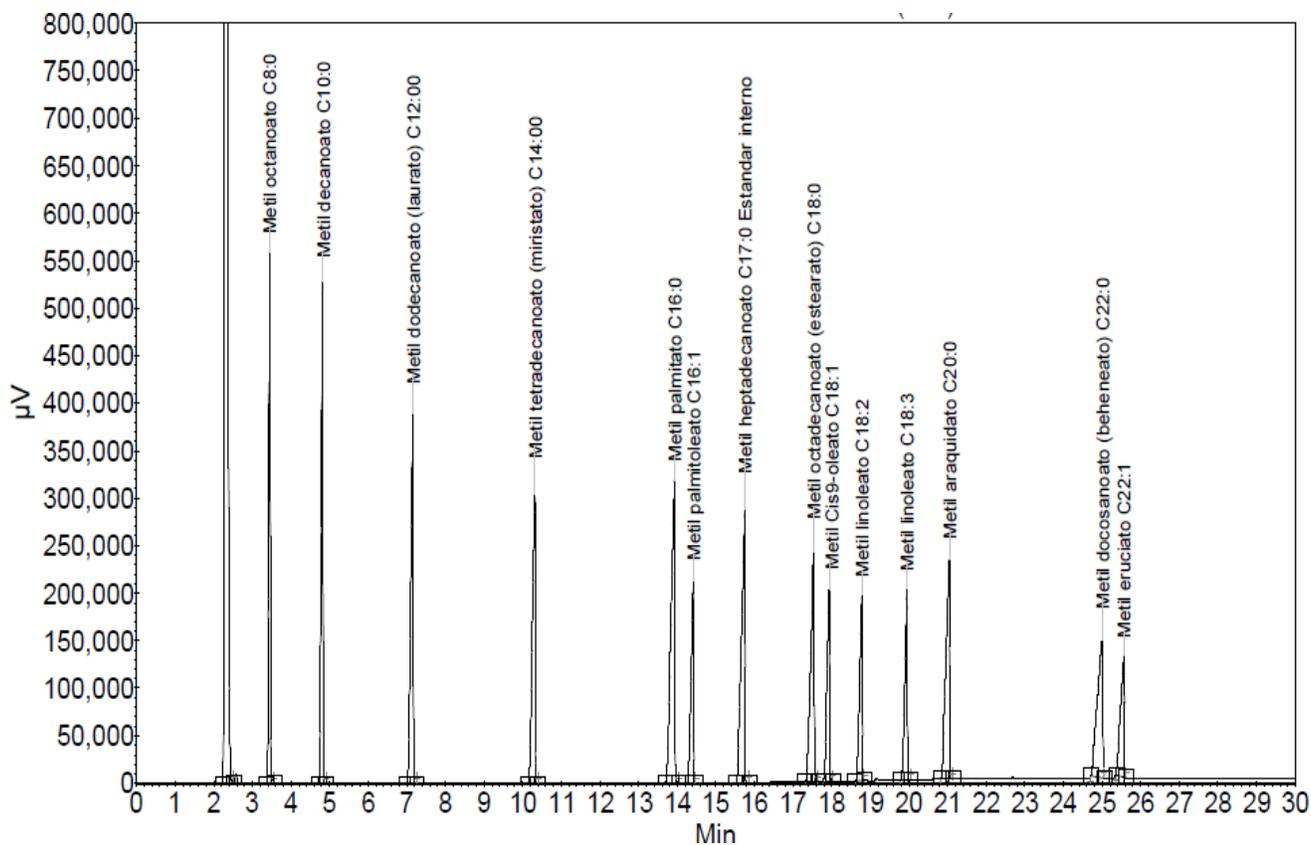


Figura 2.12 Cromatograma de los estándares.

Tabla 2.9 Tiempos de retención y áreas de los picos identificados.

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [µV.Min]	Area [µV.Sec]
1	UNKNOWN	2.28	89.935	2839115.5	170346927.9
2	Metil octanoato C8:0	3.44	0.771	24350.3	1461018.7
3	Metil decanoato C10:0	4.82	0.809	25546.8	1532808.8
4	Metil dodecanoato (laurato) C12:0	7.15	0.826	26076.0	1564559.1
5	Metil tetradecanoato (miristato) C14:0	10.31	0.808	25518.4	1531105.8
6	Metil palmitato C16:0	13.93	1.103	34806.2	2088372.2
7	Metil palmitoleato C16:1	14.41	0.499	15760.1	945607.0
8	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno	15.75	0.952	30050.1	1803007.1
9	Metil octadecanoato (estearato) C18:0	17.54	0.796	25125.4	1507521.9
10	Metil Cis9-oleato C18:1	17.93	0.501	15812.0	948722.8
11	Metil linoleato C18:2	18.78	0.493	15563.2	933794.1
12	Metil linoleato C18:3	19.94	0.485	15313.1	918787.5
13	Metil araquidato C20:0	21.04	0.789	24896.2	1493772.9
14	Metil docosanoato (beheneato) C22:0	25.00	0.758	23918.3	1435096.2
15	Metil eruciato C22:1	25.56	0.476	15012.4	900745.0
Total			100.000	3156864.1	189411846.9

Procedimiento del análisis de la muestra

1. En un vial de reacción de 1.5 ml pesar 0.05 g de la muestra (el peso de la muestra tiene que ser lo más precisó posible).
2. Adicionar 1 ml de la disolución del estándar interno C17:0.
3. Cerrar el vial de reacción y agitar cuidadosamente.
4. Inyectar manualmente 1 μ l de la disolución preparada en el cromatógrafo de gases para su análisis.
5. Esperar 30 minutos de la corrida del análisis.
6. Se obtiene el cromatograma de los FAMEs de la muestra.
7. Para calcular el % FAME de la muestra con la ecuación (3.1).
8. Para calcular el % fracción de masa para el éster metílico para cada ácido graso con la ecuación (3.2).

$$C = \frac{(\sum A) - AEI}{AEI} * \frac{CEI * VEI}{m} * 100\% \quad (3.1)$$

$$L = \frac{AL}{\sum A - AEI} * 100\% \quad (3.2)$$

donde:

$\sum A$: es el área total de los FAME C14:0 a C24:1.

AEI : es el área del metil heptadecanoato-Estandar interno C17:0.

CEI : es la concertación del metil heptadecanoato-Estandar interno C17:0, en mg/ml.

m : es la masa de muestra, en g.

AL : es el área del éster metílico ácido linolenico.

2.9.3. Método del análisis de la concentración del metanol

El análisis de la concentración de metanol en el biodiesel se realiza en un Cromatógrafo de Gases (Varian Modelo 450 GC) con el método bajo la norma EN 14110 [45]. Este análisis se realiza para saber cuánto metanol pudo quedar en el biodiesel, ya que el cual el metanol es un reactivo para la producción del biodiesel. En seguida se muestra cómo se realiza el análisis:

Características del cromatógrafo

Inyector capilar: Split/Splitless

Detector: Detector de Ionización de Flama (FID)
Columna: Capilar Omegawax™ 250. Dimensione: longitud de 30 metros, diámetro interno 0.25 mm y 0.25 micra de espesor.
Sistema de datos: Software de cromatografía Galaxie.

Reactivos

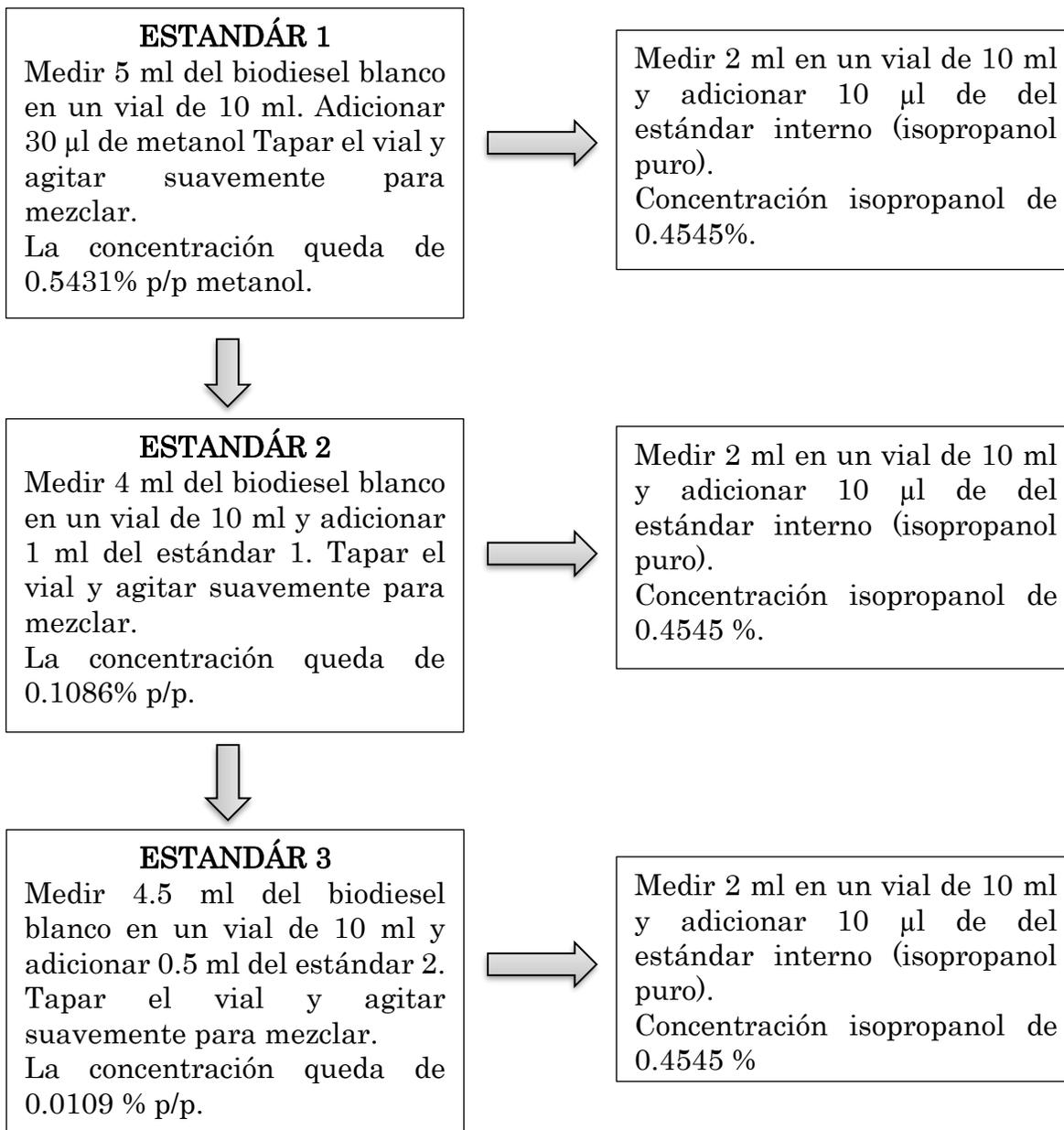
- Estándares cromatográficos.
- Metanol ACS (Jalmex).
- Estándar interno: alcohol Iso-propílico ASC (Fermont).

Instrumentación

- La cromatografía de gases se realiza en un equipo Varian 450 GC.
- El cromatógrafo de gases está equipado con un inyector Split/Splitless 177 para columnas capilares.
- Detector de ionización de llama.
- Columna capilar Omegawax™ 250.
- Inyección manualmente de 0.3 ml de la muestra, utilizando una jeringa de vidrio de 1 ml VICI Series A-2.
- La temperatura en el inyector 140 °C.
- El programa de temperatura del horno de la columna: después de un período de estabilización de 5 minuto a 50 °C (temperatura inicial del horno), la temperatura de la rampa de calentamiento hasta 180 °C con una velocidad de 10 °C/min y un período final de estabilización de 12 minutos.
- La temperatura del detector es de 220 °C.
- El tiempo de cada corrida de 30 minutos.
- El gas de arrastre que es el nitrógeno con una presión de 15 psi.
- La adquisición y el procesamiento de los datos se realizar con el software Galaxie

Procedimiento de la preparación de los estándares

1. Lavar 100 ml de biodiesel tres veces con 100 ml de agua destilada.
2. Calentar en un vaso de precipitado de 250 ml a temperatura constante de 90 °C con agitación de 300 rpm.
3. Prepara los estándares de la siguiente forma:



4. Tapar con septa y cerrar con tapa de aluminio el vial utilizado con la engargoladora para cada vial headspace.
5. Calentar el vial a temperatura constante 80 °C durante 15 minutos.
6. Inyectar manualmente 0.3 ml de la fase gaseosa del vial en el cromatógrafo de gases para su análisis.
7. Esperar 30 minutos de la corrida del análisis.

Después de analizar el estándar en el cromatógrafo de gases, se obtiene el cromatograma para el metanol (Figura 2.13).

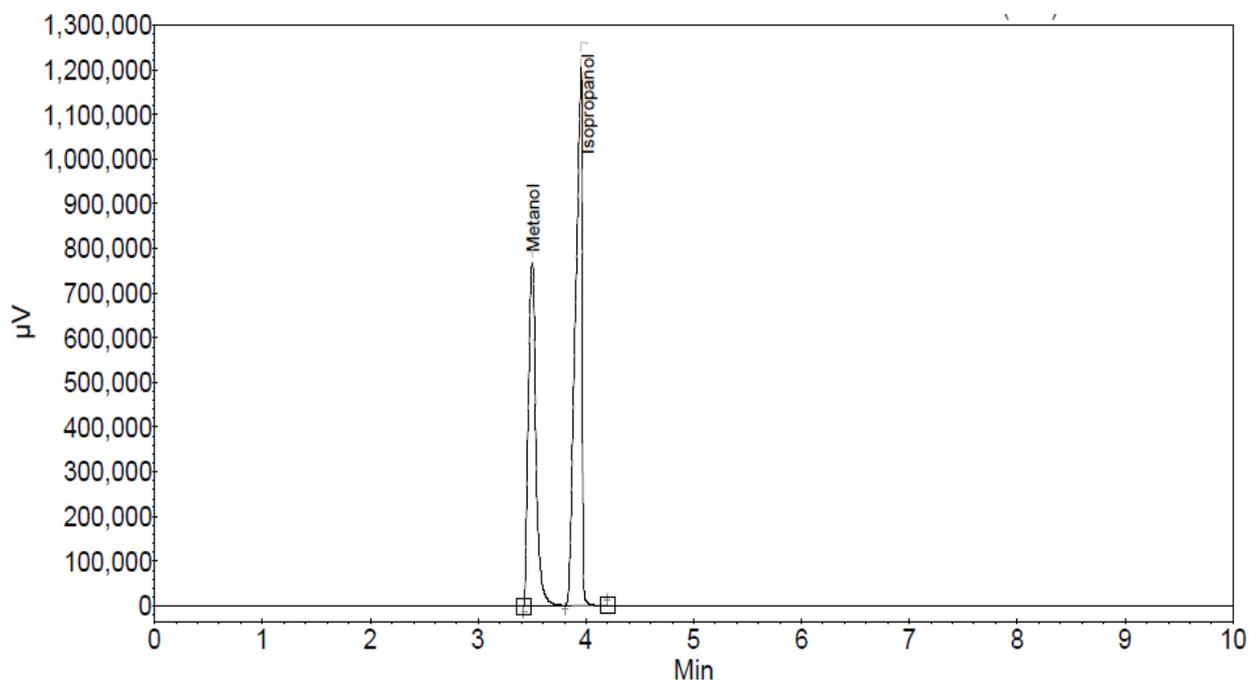


Figura 2.13 Cromatograma del metanol.

Procedimiento del análisis de la muestra

1. En un vial de reacción de 10 ml adicionar 2 ml de la muestra.
2. Adicionar 10 μ l de la disolución del estándar interno.
3. Tapar con septa y cerrar con una tapa de aluminio, utilizando la engargoladora para viales headdspace.
4. Calentar el vial a temperatura constante 80 °C durante 15 minutos
5. Inyectar manualmente 0.3 ml de la fase gaseosa del vial en el cromatógrafo de gases para su análisis.
6. Esperar 30 minutos de la corrida del análisis.

Se obtiene el cromatograma correspondiente a la muestra y se identifican el metanol y el isopropanol de acuerdo con los siguientes tiempos de retención de la Tabla 2.10

Tabla 2.10 Tiempo de retención del metanol e isopropanol.

	Tiempo (min)
Metanol	3.50
Isopropanol	3.96

2.10. Banco de pruebas del MEC

Banco de prueba:

Banco de pruebas para motores de combustión interna de un cilindro hasta potencia de 2.2 kW. En la Figura 2.14 se observa el banco de pruebas que consta de tres elementos principales [46]:

1. Banco de prueba de motores GUNT HAMBURG CT59 para el alojamiento del motor y para el mando.
2. Unidad universal de accionamiento y frenado HM365 como unidad de carga.
3. Un motor diesel de cuatro tiempos CT151.



Figura 2.14. Banco de pruebas. GUNT HAMBURG CT159.

La función principal del banco de prueba GUNT HAMBURG CT159 es el alojamiento del motor, su abastecimiento de combustible y aire y la adquisición e indicación de datos de medición relevantes. En la Figura 2.15 se observa las partes principales del banco de prueba CT159 [47]:

1. Elementos de indicación de temperaturas.

2. Manguera de aire.
3. Filtro de aire.
4. Depósito de estabilización
5. Depósito de combustible con bomba.
6. Conexiones y elementos de mando
7. Tubo de medición para consumo de combustible.

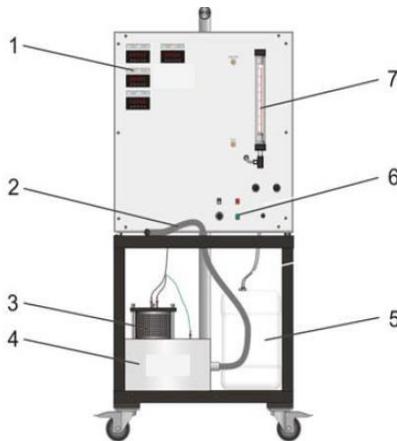


Figura 2.15. Banco de pruebas modular para motores de 1 Cilindro, 2.2 kW [47].

Datos técnicos del banco de prueba GUNT HAMBURG CT159

Rangos de medición:

- **Temperatura ambiente:** 0...100°C.
- **Temperatura del combustible:** 0...100°C.
- **Temperatura de gas de escape:** 0...1000°C.
- **Consumo de aire:** 30...333L/min
- **Consumo de combustible:** 0...50cm³/min.
- **Necesario para el funcionamiento:** 230V, 50/60Hz, 1 fase o 120V, 60Hz/CSA, 1 fase.

La unidad HM365 se utiliza en un principio para el arranque del motor. En cuanto empieza a funcionar el motor, la unidad HM365 funciona como freno para la aplicación de carga al motor de combustión interna, se presentan en la Figura 2.16 las partes principales de la unidad HM365 [48]:

1. Elementos de indicación y mando.
2. Husillo de elemento tensor para la correa trapezoidal.
3. Resistencia de carga.

4. Cerrojo.
5. Palanca de bloqueo del elemento tensor.
6. Tapa de mantenimiento transparente.
7. Cubierta protectora para correas trapezoidales



Figura 2.16. Unidad universal de accionamiento y frenado HM365 [48].

Datos técnicos de la unidad HM365

Motor asíncrono con convertidor de frecuencia:

- **Potencia:** 2200 W;
- **Número de revoluciones máx.:** aprox. 3000 min⁻¹.
- **Par máx.:** aprox. 12 Nm.

Transmisión por correa trapezoidal:

- **Longitud de la correa trapezoidal:** 1157 mm, 1180mm, 1250 mm.
- **Tipo de correa trapezoidal:** SPA.
- **Diámetro de la polea de correa:** 125 mm.
- **Resistencia de carga:** 72 Ω, 2400 W.

Rangos de medición:

- **Par:** ±15 Nm.
- **Número de revoluciones:** 0...5000 min⁻¹.

El MEC o motor diesel CT151 de la Figura 2.17 consta de un cilindro, motor de 4 tiempos y está refrigerado por aire. El motor diesel se hace arrancar con un electromotor alojado en el HM365. La refrigeración con aire tiene lugar

por medio de álabes dispuestos en el volante de inercia. La unidad de carga HM 365 se acopla por medio de una polea dispuesta sobre el árbol de salida. El motor contiene un sensor para medir la temperatura de los gases de escape. El sensor, el ruptor de la corriente de encendido y el sistema de alimentación de combustible se conectan al banco de pruebas GUNT HAMBURG CT159 [49].

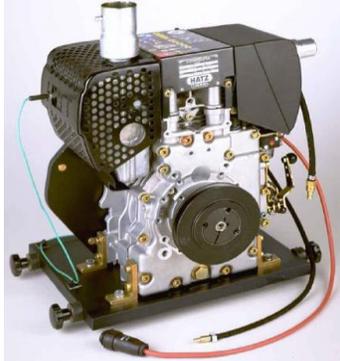


Figura 2.17. MEC o motor diesel de cuatro tiempos para el banco de pruebas GUNT HAMBURG CT159 [49].

Datos técnicos del motor de encendido por compresión (MEC) o motor diesel CT151.

- **Potencia entregada:** 2.2 kW a 3000 min⁻¹.
- **Diámetro:** 69 mm.
- **Carrera:** 62 mm.
- **Cilindrada:** 232 cm
- **Tipo de alimentación:** inyección directa
- **Numero de cilindros:** 1

El software utilizado para la prueba de combustible de los datos es GUNT con adquisición de datos a través de USB en Windows Vista o Windows 7

3. RESULTADOS

En este capítulo se presenta los resultados de la caracterización de la materia prima que es el aceite vegetal usado y el análisis del biodiesel para obtener su calidad, también se realizó la prueba de un MCIa usando mezclas de diesel-diodiesel.

3.1. Caracterización del aceite vegetal usado

La caracterización del aceite vegetal usado se realizó con métodos de las normas mexicanas.

3.1.1. Densidad

En el apartado 2.3.1 se describe el método para la toma de la densidad. Se realiza la toma de tres muestras de aceite vegetal usado, los resultados se muestran en la Tabla 3.1, se puede observar la densidad de las muestras son muy similares, La norma ASTM D1289 especifica una densidad de 0.960 g/ml por lo cual el aceite está en el rango de la norma. La desviación estándar de las mediciones fue de 0.002 lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.1 Densidad de aceite vegetal usado.

Muestra	ρ (g/ml)
1	0.9026
2	0.9064
3	0.9038
Promedio	0.9043
Desviación estándar	0.002

3.1.2. Viscosidad

En el apartado 2.3.2 se describe el método para la toma de viscosidad. La viscosidad cinemática es calculada a la temperatura de 40 °C con el viscosímetro

de *Cannon–Fenske Routine* en la Tabla 3.2 se observa los resultados de la viscosidad, se encuentra una viscosidad baja en comparación a la que reporta como máxima 50 mm²/s la norma ASTM D445, esto se debe a que el aceite vegetal no fue mucho usado al cocinar, el aceite vegetal pudo usarse sólo una vez para cocina. La desviación estándar de las mediciones fue de 0.025 lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.2 Viscosidad cinemática del aceite vegetal usado.

Muestra	v (mm ² /s)
1	22.46
2	22.41
3	22.43
Promedio	22.43
Desviación estándar	0.025

3.1.3. Índice de acidez

En el apartado 2.3.3 se describe el método para la toma del índice de acidez. La presencia de ácidos grasos debe ser mínima o nula ya que estos pueden reaccionar con el catalizador para la formación de jabones. Si existen ácidos grasos deberán ser retirados antes de la reacción de transesterificación, por la reacción de esterificación [50]. El índice de acidez debe ser 0.5 mg KOH/g como máximo y el porcentaje de acidez del 1% como máximo para que no se realice el proceso de esterificación [51], como se observa en la Tabla 3.3 los resultados de las muestras cumple dicho criterio, el cual se concluye para este tipo de aceite vegetal no se realiza la reacción de esterificación, se realiza directo la reacción de transesterificación. La desviación estándar de las mediciones fue de 0.06 lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.3 Índice y porcentaje de acidez del aceite vegetal usado.

Muestra	Índice de acidez (mg KOH/g)	Porcentaje de acidez (%)
1	0.47	0.94
2	0.48	0.95
3	0.47	0.95
Promedio	0.47	0.95
Desviación estándar	0.006	0.006

3.1.4. Índice de saponificación

En el apartado 2.3.4 se describe el método para la toma del índice de saponificación. Como se observa en la Tabla 3.4 se determina un índice de saponificación bajo esto se debe a que el aceite vegetal a lo ya mencionado que no fue muy usado al cocinar, con un índice de saponificación bajo indica que no favorece la formación de jabones cuando se realice la reacción de transesterificación la norma ATM D5558 no reporta en índice de saponificación. La desviación estándar de las mediciones fue de 0.167 lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.4 Índice de saponificación del aceite vegetal usado.

Muestra	Índice de saponificación (mg KOH/g)
1	84.15
2	83.82
3	83.94
Promedio	83.97
Desviación estándar	0.167

3.1.5. Índice de yodo

En el apartado 2.3.5 se describe el método para determinar el índice de yodo. El índice de yodo es la medida de la instauración de las grasas y aceites y se expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbido por gramo de muestra, la literatura reporta como máx. y min.

118-141 respectivamente de índice de yodo [7], [36]. Como se reporta en la Tabla 3.5 no se obtuvo un índice de yodo elevado. La desviación estándar de las mediciones fue de 0.252 lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.5 Índice de yodo del aceite vegetal usado.

Muestra	Índice de yodo (mg KOH/g)
1	121.1
2	121.6
3	121.3
Promedio	121.33
Desviación estándar	0.252

3.2. Obtención del biodiesel

Se realizan ocho combinaciones diferentes de ensayos en la Tabla 3.6 se observan. Cada ensayo obtuvo un rendimiento diferente, la muestra con mejor rendimiento es con el catalizador KOH, 1% en m/m y la reacción molar metanol:aceite 6:1.

Tabla 3.6 Obtención del biodiesel.

Muestra	Tipo de catalizador	Catalizador (%)	Metanol: Aceite	Rendimiento (%)
1	KOH	1	6:1	99
2	KOH	1.5	6:1	92.5
3	KOH	1	9:1	94.59
4	KOH	1.5	9:1	94.59
5	NaOH	1	6:1	93.75
6	NaOH	1.5	6:1	87.5
7	NaOH	1	9:1	91.89
8	NaOH	1.5	9:1	84.86

La producción de biodiesel con el catalizador KOH, el lavado del biodiesel es más rápido con tres lavados se tiene la neutralidad del agua destilada, como se observa en la Figura 3.1 no hay formación de jabón, debido a esto se obtiene un mejor rendimiento del biodiesel en la producción.



Figura 3.1 Biodiesel con el catalizador KOH.

Como se observa en la Figura 3.2 una capa ligera de jabón se formó en la producción del biodiesel con el catalizador NaOH, los lavados para estos ensayos

con este catalizador son más lavados entre cinco a siete veces para alcanzar la neutralidad del agua destilada y poder retirar el residuo de jabón que se formó durante la reacción. Esta formación de jabón afecta al rendimiento de obtención del biodiesel, se obtiene menos biodiesel.



Figura 3.2 Biodiesel con el catalizador NaOH.

3.3. Caracterización del biodiesel

Para la caracterización del biodiesel se realizan las siguientes pruebas:

- Densidad
- Viscosidad
- Poder calorífico
- Cromatografía de gases: análisis de esteres-metílicos, Fatty Acid Methyl Esters (FAME) y contenido del metanol.

3.3.1. Densidad

Los resultados de la densidad se encuentran en la Tabla 3.7 como se observa la densidad es aproximadamente a 0.863 g/ml por lo tan cumple la norma del biodiesel EN 14214, define el rango de la densidad mínima de 0.860 g/ml y la máxima de 0.900 g/ml. La densidad para cada muestra es tomada tres veces, como se observar las densidades de las muestras son muy similares todas, la desviación estándar es significativa lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.7 Densidad del biodiesel.

Muestra	ρ_1 (g/ml)	ρ_2 (g/ml)	ρ_3 (g/ml)	Promedio (g/ml)	Desviación estándar
1	0.869	0.869	0.8672	0.868	0.0010
2	0.861	0.861	0.8615	0.861	0.0003
3	0.864	0.861	0.8656	0.864	0.0023
4	0.861	0.861	0.8603	0.861	0.0004
5	0.863	0.860	0.8609	0.861	0.0015
6	0.864	0.864	0.8636	0.864	0.0002
7	0.864	0.862	0.8650	0.864	0.0015
8	0.863	0.860	0.8615	0.862	0.0015

3.3.2. Viscosidad

La viscosidad cinemática es realizada con el viscosímetro *Cannon–Fenske Routine Viscometer* a la temperatura de 40 °C, los resultados se encuentran en la Tabla 3.8. La viscosidad cinemática obtenida en las muestras cumple la norma EN 14214, el rango que especifica esta norma es de 3.5 a 5.0 mm²/s. A cada muestra se le realiza tres veces la viscosidad cinemática y como se observa en la Tabla 3.8 está la viscosidad en el rango del método. La desviación estándar es significativa en unas muestras y en otras tenemos dispersión cero, lo que indica una gran reproducibilidad de los datos.

Tabla 3.8 Viscosidad cinemática del biodiesel.

Muestra	v_1 (mm ² /s)	v_2 (mm ² /s)	v_3 (mm ² /s)	Promedio (mm ² /s)	Desviación estándar
1	4.5	4.5	4.5	4.50	0.00
2	4.4	4.4	4.3	4.37	0.06
3	4.5	4.5	4.4	4.47	0.06
4	4.4	4.4	4.3	4.37	0.06
5	4.6	4.6	4.5	4.57	0.06
6	4.3	4.3	4.3	4.30	0.00
7	4.6	4.6	4.5	4.57	0.06
8	4.5	4.4	4.4	4.43	0.06

3.3.3. Poder calorífico

El poder calorífico (PC) es tomado con una bomba calorimétrica IKA[®] Calorimeter System, modelo C2000, equipada con un sistema de enfriamiento IKA KV 600. Permite llevar a cabo el proceso según las normas: DIN 51900, BS 1016 T5, ISO 1928, ASTM D4809, ASTM D5865, ASTM D5468. Se determina el poder calorífico (PC) tres veces para cada muestra, el biodiesel tiene PC poco bajo en comparación del diesel fósil que lo tiene de 4608 kJ/kg los resultados se encuentran en la Tabla 3.9 Los datos del PC se encuentran dispersos con respecto al promedio, la muestra ocho se tiene gran reproducibilidad de los datos tiene desviación estándar 0.6.

Tabla 3.9 Poder calorífico del biodiesel.

Muestra	PC ₁ (kJ/kg)	PC ₂ (kJ/kg)	PC ₃ (kJ/kg)	Promedio (kJ/kg)	Desviación estándar
1	40308	40301	40305	40305	3.5
2	40205	40215	40219	40213	7.2
3	40219	40231	40220	40223	6.7
4	40225	40236	40225	40229	6.4
5	40242	40233	40231	40235	5.9
6	40242	40229	40235	40235	6.5
7	40283	40280	40283	40282	1.7
8	40255	40254	40255	40255	0.6

3.3.4. Cromatografía de gases

3.3.4.1. Método análisis de glicerina y glicéridos

En la Tabla 3.10 se presenta la concentración en % p/p de monoglicéridos, diglicéridos, tridiglicéridos y glicerol encontrado en cada muestra de biodiesel, en el anexo C-I se encuentran los cromatogramas de cada muestra obtenidos en el análisis del biodiesel, los picos encontrados en el cromatógrafo son el área de los glicéridos y el estándar que se utilizó.

La norma EN 14214 reporta como máximos monoglicéridos 0.8 % p/p, diglicéridos 0.2 % m/m, triglicéridos 0.2 % p/p y total de glicerol 0.25 % p/p [52]. En la Tabla 3.10 se tiene los monoglicéridos, diglicéridos, y triglicéridos de cada

muestra del biodiesel estos glicéridos están en los rangos establecidos por la norma, fue un éxito el lavado del biodiesel porque no se encontró glicerina en las muestras, en cuanto a los mono, di y triglicéridos implica que la conversión fue alta y por eso la concentración es muy baja.

Tabla 3.10. Concentración % p/p de monoglicéridos, diglicéridos, tridiglicéridos y glicerol.

Muestra	Concentración (% p/p)			
	Glicerol	Monoglicéridos	Diglicéridos	Triglicéridos
1	ND	0.001	0.004	0.015
2	ND	0.013	0.006	0.036
3	ND	0.020	0.002	ND
4	ND	0.017	0.002	ND
5	ND	0.017	0.004	0.008
6	ND	0.011	0.002	0.001
7	ND	0.017	0.003	ND
8	ND	0.022	0.004	ND

ND: No se detectó el pico de señal para ese analito.

3.3.4.2. Método del análisis del porcentaje FAME

En el análisis se obtuvo un porcentaje de FAME en cada muestra, La norma EN 14214 reporta como mínimo de porcentaje de 96.5 %, esto no quiere decir que, si se tiene un porcentaje más bajo, no se pueda usar el biodiesel, si se puede usar el biocombustible. También la norma EN 14214 reporta como máximo 12 % p/p de ácido linolénico (C18:3), en cada muestra se encuentran con menos de C18:3.

En la Tabla 3.11 encontramos el % de FAME y del ácido linolénico (C18:3) encontrado en cada muestra de biodiesel, la muestra cuatro es la que tiene el porcentaje de FAME mayor, la muestra contiene una relación molar, metanol:aceite de 9:1 con 1.5 % m de KOH, implica que hay un mayor porcentaje de metilésteres al usar KOH. En el anexo C-II se encuentran los cromatogramas de cada muestra obtenidos en el análisis del biodiesel, los ácidos C14:0 a C24:1 son la suma del área total de ácidos para el cálculo de porcentaje de FAME. No se obtuvo el porcentaje de FAME establecido por la norma EN 14214, en las demás muestra debido a la producción hasta realizarse el análisis

del biodiesel paso cinco meses almacenados, por lo cual el biodiesel se degrado. Por lo mucho debe durar cuatros meses almacenado.

Tabla 3.11 Porcentaje de FAME.

Muestra	FAME % (p/p)	Ácido linolénico C18:3 (% p/p)
1	78.5	0.329
2	89.9	8.855
3	78.5	0.389
4	97.7	8.995
5	78.7	0.286
6	91.6	0.259
7	83.5	8.899
8	91.5	8.920

3.3.4.3. Método del análisis de la concentración del metanol

En la Tabla 3.12 se observa que se encontró pequeña concentración de porcentaje de metanol en las muestras es porque se realizó un buen lavado y deshidratación del biodiesel, la norma EN 14214 reporta como máximo 0.2 % p/p de metanol.

En el anexo C-III se encuentran los cromatogramas de cada muestra obtenidos en el análisis del biodiesel, en el cromatograma se observa un pico de isopropanol que es el estándar para el obtener la concentración de metanol en las muestras.

Tabla 3.12 Concentración de metanol en % p/p.

Muestra	Tiempo de retención		Concentración de metanol (% p/p)
	Metanol	Isopropanol	
1	3.45	3.88	0.02
2	3.44	3.85	0.20
3	3.45	3.9	0.18
4	3.45	3.88	0.19
5	3.44	3.87	0.07
6	3.44	3.88	0.08
7	3.48	3.93	0.03
8	3.44	3.88	0.07

3.3.5. Prueba del MEC

Se realizó pruebas de combustible de diesel y de mezclas de diesel-biodiesel, el equipo utilizado para las pruebas fue un banco de pruebas GUNT HAMBURG CT159, equipado con un motor monocilíndrico de cuatro tiempos de encendido por compresión (MEC) con las siguientes características principales:

- **Tipo de alimentación:** Inyección Directa
- **Numero de cilindros:** 1
- **Diámetro:** 69 mm
- **Cilindrada:** 232 mm

Las pruebas realizadas de combustible en el motor de combustión interna son diesel (B100) y mezclas de diesel-biodiesel (B20, B40 y B50), las cuales se prestan en la Tabla 3.13.

Tabla 3.13 Mezclas utilizadas en el motor de combustión interna.

Combustible	Diesel (%)	Biodiesel (%)	Combustible	Diesel (%)	Biodiesel (%)
 B100	100	0	 B40	60	40
 B20	80	20	 B50	50	50

En la Tabla 3.14 se muestran las propiedades del diesel y las mezclas de diesel-biodiesel utilizadas en el banco de pruebas GUNT HAMBURG CT159 con el motor de combustión interna.

Tabla 3.14 Propiedades del diesel y mezclas diesel-biodiesel.

Combustible	Densidad (kg/m ³)	Viscosidad (Pa.s)	PCS (MJ/kg)	PCI (MJ/kg)
Diesel	817	2.61×10^{-3}	46.1	43,0
B20	827	2.97×10^{-3}	44.6	41,8
B40	838	3.22×10^{-3}	43.6	41,1
B50	839	3.27×10^{-3}	43.3	40,9

En las Figuras 3.3 y 3.4 se presentan las curvas de par y de potencia obtenidas usando diesel y las mezclas de diesel-biodiesel, en el motor de combustión interna. En ambas figuras se observa que el par y la potencia disminuyen conforme se incrementa el contenido de biodiesel en la mezcla. Esto

se debe, como era de esperarse, por la disminución en el poder calorífico del combustible, como se observa en la Tabla 3.14.

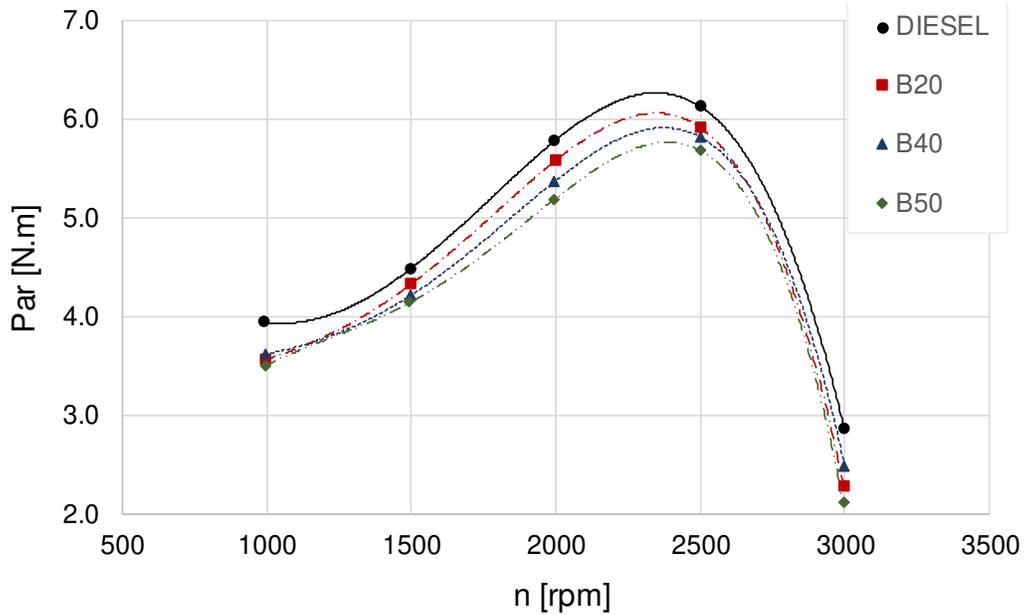


Figura 3.3. Curvas de par para los diferentes combustibles ensayados

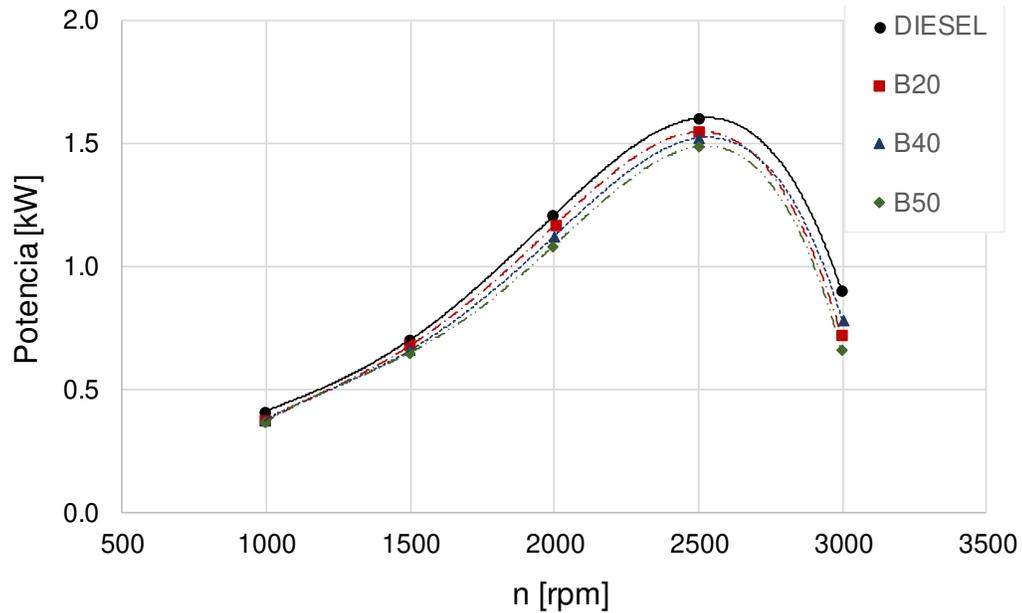


Figura 3.4. Curvas de potencia para los diferentes combustibles ensayados.

Por otro lado, como se muestra en la Figura 3.5, el consumo específico del combustible, definido como el consumo de combustible (en g/h) por unidad de potencia, se incrementa con el uso de las mezclas de biodiesel, como consecuencia de la disminución de la potencia con estas mezclas.

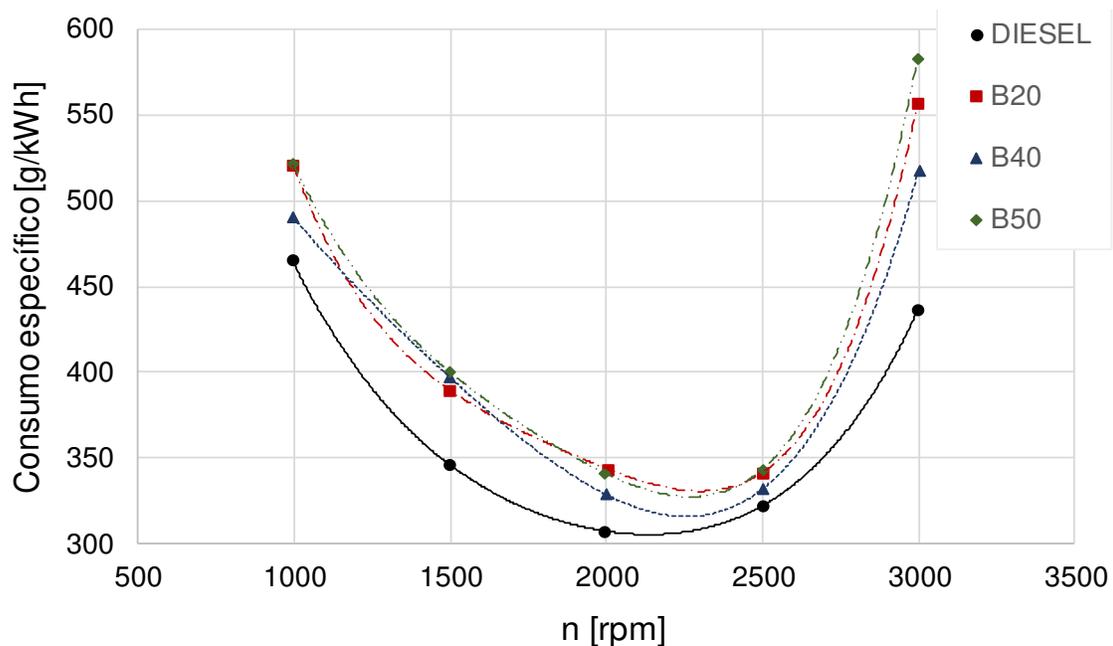


Figura 3.5 Curvas de consumo específico de combustible.

4. CONCLUSIONES

- Es buena alternativa el uso de aceites vegetal usado como materia prima, para la producción del biodiesel, ya que dicha materia si es tirada al ambiente es un contaminante para el planeta. Otra alternativa de obtener el aceite vegetal para la producción del biodiesel es de las oleaginosas por ejemplo girasol, colza, soja, coco, palma, girasol, maíz, higuera, etc. o las grasas animales por ejemplo sebo de cerdos, pollos y los subproductos de la producción de ácidos grasos omega 3 provenientes del pescado.
- Se caracteriza el aceite vegetal usado los métodos de las Normas Mexicanas (NMX), bajo a estas normas se determinaron las siguientes propiedades: densidad, viscosidad, índice de acidez, índice de saponificación e índice de yodo. Los resultados mostrados para el aceite usado y las propiedades analizadas cumplen con los estándares.
- El mejor catalizador es el KOH ya que este no se encontró formación de jabón al término de la reacción de transesterificación, con este catalizador es más rápido el lavado del biodiesel.
- El mayor rendimiento de obtención del biodiesel se obtuvo con una relación molar metanol:aceite de 6:1, con un porcentaje de KOH como catalizador de 1 % y un mayor poder calorífico en promedio de 40301 kJ/kg.
- La mayor cantidad de ésteres metílicos de ácidos grasos se obtiene con una relación molar metanol:aceite de 9:1, con un porcentaje de KOH como catalizador de 1.5 %.
- El biodiesel tiene aproximadamente una densidad de 0.863 g/ml, viscosidad de 4.5 mm²/s, poder calorífico de 40301 kJ/kg, estos resultados mostrados son muy buenos para el biodiesel.
- El biodiesel contiene menos del 0.2 % p/p de metanol. La norma EN 14214 reporta como máximo 0.2 % p/p de metanol, cual el biodiesel cumple la norma.
- No se encuentra glicerol o glicerina en el biodiesel porque fue un éxito el lavado, se tiene un porcentaje menor de contracción de los glicéridos, a los que reporta la norma EN 14214.

- Las pruebas realizadas en el motor de combustión interna, se observa que el par y la potencia del motor se reducen ligeramente con el uso de las mezclas del diesel con biodiesel, con un consecuente incremento en el consumo específico de combustible con el uso de estas mezclas.
- El biodiesel cumple las normas *ASTM D6751-09* y EN 14214.
- Con base en encuestas realizadas por la Red Mexicana de Bioenergía, los costos de producción de biodiesel a partir de aceites usados en la modalidad de “puesto en fábrica” es de 13.75 pesos por litro [53].

REFERENCIAS

- [1] «<http://biodiesel.org/home>,» Bioful, Biodiesel America's Advanced. [En línea].
- [2] J. A. Echeverría Vizcaya, J. H. Martínez González y O. Martínez Álvarez, «Obtención de Biodiesel a partir de aceites usados y catalizadores básicos,» *Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química (AMIDIQ)*, p. 6, 10 mayo 2013.
- [3] M. Mohibbe Azam, A. Waris y N. M. Nahar, «Prospects and potential of fatty acid methyl esters of some non-traditional seed oils for use as biodiesel,» *Biomass Bioenerg*, vol. 29, pp. 293-302, 2005.
- [4] C. Ibeto, A. Ofoefule y H. Ezeugwu, «Fuel quality assessment of biodiesel produced from groundnut oil (*Arachis hypogea*) and its blend with petroleum diesel,» *Am. J. Food Technol.*, n° 6, pp. 798-803, 2011.
- [5] R. Herrera Bucio y J. L. Rico Cerda, «Los aceites vegetales como fuente de biodiesel,» *Divulgación de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo*, Mayo 2015.
- [6] «<http://noticias.universia.net.mx/cultura/noticia/2016/03/18/1137477/historia-actualidad-petroleo-mexico.html>,» México, Historia y situación actual del petróleo. [En línea].
- [7] S. K. Hoekman y C. Robbins, «Review of the effects of biodiesel on NOx emission,» *Fuel Processing Technology*, vol. 96, pp. 237-249, 2012.
- [8] J. Lechuga Montenegro y F. García de la Cruz, «Biocombustibles: el debate internacional y el caso de México,» *Departamento de Economía, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco.*, p. 26, Febrero 2011.
- [9] J. L. Ramírez Duque, «Evaluación del uso de biodiesel obtenido a partir de aceite de cocina en un motor diesel,» *El hombre y la máquina*, n° 40, 2012.
- [10] A. Demirbas, «Comparison of transesterification methods for production of biodiesel from vegetable oils and fats,» *Renewable and sustainable energy reviews*, vol. 49, pp. 125-130, 2008.

- [11] M. K. Lam, K. T. Lee y A. R. Mohamed, «Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel: a review,» *Biotechnology Advances*, vol. 28, pp. 500-518, 2010.
- [12] S. M. Garrido, «Tecnología, territorio y sociedad. Producción de biodiesel a partir de aceites usados,» *Ciencias Sociales*, n° 37, pp. 75-96, 2010.
- [13] F. Torossi Baudino, «Reacciones en contexto: la transesterificación en la producción de biodiesel a partir de aceite de fritura usado,» *Real Sociedad Española de Química*, pp. 43-49, 2006.
- [14] F. Chica y F. Espinoza, «Estudio y aplicación del biodiesel,» *INGENIUS*, 2014.
- [15] J. P. Díaz Velilla, *Sistemas de energías renovables*, Madrid, España: Paraninfo, SA, 2015.
- [16] B. y. n. m. ambiente, «<https://www.ecointeligencia.com/2012/05/biodiesel-y-nuestro-medio-ambiente/>,» eco inteligencia. [En línea].
- [17] F. Montilla, «Biocombustibles-Inversión Mundial en Biocombustibles,» 14 Mayo 2014. [En línea]. Available: <http://www.econlink.com.ar/biocombustibles-inversion-mundial-biocombustibles>.
- [18] O. d. l. N. U. p. l. a. y. l. A. FOA, «El estado mundial de la agricultura y la alimentación,» de *Mercados de biocombustibles y efectos de las políticas*, Roma, 2008, pp. 47-62.
- [19] Ambrose Hughey y OMAI, «ALS Tribology,» Agosto 2015. [En línea]. Available: http://esource.alstribology.com/se017_aug2015/Agosto.html.
- [20] R. Piloto Rodríguez, R. Siernes, S. Verhelst y N. Ferrer Frontela, «Evaluación del funcionamiento de motores de combustión interna trabajando con biodiesel,» *Centro de Estudio de Tecnologías Energéticas Renovables. Facultad de Ingeniería Mecánica*, pp. 33-38, 22 Julio 2008.
- [21] M. J. Caselles Pomares, M. R. Gómez Antón, M. Molero Meneses y J. Sardá Hoyó, *Química Aplicada a la Ingeniería*, Madrid, España : UNED, 2015.

- [22] E. R. L. B. BIODISOL Energías Alternativas, «<http://www.biodisol.com>,» [En línea].
- [23] D. Lizana R., «Antecedentes sobre biodiesel,» Perú, 2011.
- [24] Biología-Geología, «http://biologia-geologia.com/biologia2/3211_acidos_grasos_saturados_e_insaturados.html,» [En línea].
- [25] P. Castro, J. Coello y L. Castillo, Opciones para la producción y uso del biodiesel, Perú: ITDG, 2007.
- [26] V. G. Tacias Pascacio, A. Rosale Quintero y B. Torrestiana Sánchez, «Evaluación t Caracterización de grasas y aceites residuales de cocina para la producción de biodiesel: un caso de estudio,» *Rev. Int. Contam. Ambie.*, pp. 303-313, 2015.
- [27] R. R. Wyse Mason y D. M. Beckles, «An investigation of restaurant waste oil characteristics for biodiesel production in Trinidad an Tabago,» *Energy Sust. Dev.*, vol. 16, pp. 515-519, 2012.
- [28] P. Felizador, M. J. Neiva Correia, I. Raposo, J. F. Mendes, R. Berkermeier y J. M. Bordado, «Production of biodiesel from waste frying oils,» *Waste Manage*, vol. 26, pp. 487-494, 2006.
- [29] Z. Al-Hamamre y J. Yamin, «Parametric study of the alkali catalyzed transterification of waste frying oil Biodiesel production,» *Energy Covers*, vol. 79, pp. 246-254, 2014.
- [30] S. Niju, K. M. Begum y N. Anantharaman, «Continuous flow reactive distillation process for biodiesel production using waste egg shells as heterogeneous catalyts,» *RSC Adv.*, vol. 4, pp. 54109-54114, 2014.
- [31] I. E. Medina Ramírez, N. A. Chávez Vela y J. Jáuregui Rincón, «Biodiesel, un combustible renovable,» *Investigación y Ciencia*, n° 55, pp. 62-70, 2012.
- [32] M. Biodiesel, «<http://www.make-biodiesel.org/Los-Ingredientes-Utilizados-en-Biodiesel/metanol-para-biodiesel.htm>,» [En línea].

- [33] Q. D. S. d. C.V., «<http://www.quidelta.com.mx>,» C.V., Química Delta S.A. . [En línea].
- [34] A. P. Gutiérrez González, «Diseño conceptual de una planta de biodiesel a partir de aceites de desecho,» Salamanca, Gto., 2011.
- [35] J. M. Marchetti, A. F. Errazu y M. J. M., «Possible methods for biodiesel production,» *Renewable and Sustainable Energy Review*, n° 11, pp. 1300-1311, 2007.
- [36] L. López, J. Bocanegra y D. Malagón Romero, «Obtención de biodiesel por transesterificación de aceite de cocina usado,» *In. Univ.*, vol. 19, n° 1, pp. 155-172, Ene.-Jun. 2015.
- [37] M. d. P. Dorado Pérez, «Desarrollo y ensayo de nuevos biocombustibles para motores diesel procedentes de diversas semillas oleaginosas y grasas vegetales usadas,» Córdoba, 2001.
- [38] M. L. Mateos Trigos, «Obtención de biodiesel utilizado aceites vegetales de reúso con radiación ultrasónica: Identificación de las mejores condiciones en la reacción de transesterificación,» Querétaro, Qro., 2014.
- [39] Z. Helwani, M. Othaman, N. Aziz, F. W. y J. Kim, «Technologies for production of biodiesel focusing on green catalytic techniques: A review,» *Fuel Processing Technology*, vol. 90, n° 12, pp. 1502-1514, 2009.
- [40] B. Murcia Ordoñez, L. C. Chavez, W. Rodríguez Pérez, M. A. Murcia y E. R. Alvarado, «Caracterización de biodiesel obtenido de aceite residual de cocina,» *Biotechnol*, vol. XV, n° 1, pp. 61-70, Julio 2013.
- [41] *ASTM 6584 / EN14105, Analysis of Free Glycerine, Mono-glycerides, Di-glycerides, Tri-glycerides..*
- [42] P. C. Narváez Rincón, J. A. Torres, F. Sánchez Castellanos y L. F. Ponce De León, «Determinación por cromatografía de gases de alquil ésteres (metílico y etílico) de ácidos grasos, en presencia de mono-, di- y triglicéridos,» *Ingeniería e Investigación*, n° 57, pp. 58-62, Abril 2005.
- [43] «Determination of Total FAME and Linolenic Acid Methyl Esters in Biodiesel According to EN- 14103,» *BRUKER*, 2010.

- [44] T. Ruppel y T. Huybrighs, «Fatty Acid Methyl Esters in B100 Biodiesel by Gas Chromatography (Modified EN 14103),» *Perkin Elmer For the better*, 2012.
- [45] T. Ruppel , W. Goodman y T. Huybrighs, «Residual Methanol in B100 Biodiesel by Hasdpace Gas Chromatography According to EN 14110,» *Perkin Elmer For the Better*, 2012.
- [46] «<http://www.gunt.de>,» Equipos para la educación en ingeniería. [En línea].
- [47] «http://www.gunt.de/images/datasheet/99/CT-159-Banco-de-Pruebas-Modular-para-Motores-de-1-Cilindro-22kW-gunt-99-pdf_1_es-ES.pdf,» CT 159, Banco de Pruebas modular para motores de un cilindro 2.2 kW. [En línea].
- [48] «http://www.gunt.de/images/datasheet/863/HM-365-Unidad-Universal-de-Accionamiento-y-Frenado-gunt-863-pdf_1_es-ES.pdf,» HM 365 Unidad universal de Accionamiento y frenado,. [En línea].
- [49] «http://www.gunt.de/images/datasheet/96/CT-151-Motor-Diesel-de-cuatro-tiempos-para-CT-159-gunt-96-pdf_1_es-ES.pdf,» CT 151 Motor diesel de cuatro tiempos CT 159. [En línea].
- [50] B. Holtsmark y O. Maestad, «Emission trading under the kyoto Protocolo, effcts on fossil fuel marks under alternative regimes,» *Energy Pclicy*, vol. 30, n° 1, pp. 207-218, 202.
- [51] C. Anastasi, R. Hudson y V. J. Simposon, «Effects of future fossil fuel use on CO2 levels in the atmosphere,» *Energy Policy*, vol. 96, n° 10, pp. 936-944, 1990.
- [52] «<http://hc250.altervista.org/EN14214.php>,» Biodiesel Coltive alternative. [En línea].
- [53] «http://www.milenio.com/negocios/biodiesel-espera-mexico-cambio_climatico-biocombustibles-medio_ambiente-milenio_0_901709836.html,» Negocios, Biodiesel a la espera de brillar en México. [En línea].

A. Variables de la producción para cada muestra del biodiesel

Se realiza un diseño de experimento 2^3 , las variables con niveles son: porcentaje de catalizador (1 y 1.5% por peso), relación metanol:aceite (6:1 y 9:1) y tipo de catalizador (KOH y NaOH) y las variables constantes son: tiempo (2 hrs), temperatura constante (60 °C) y agitación constante (400 rpm). En la tabla 1 se muestra las variables de cada muestra que fue producido cada muestra de biodiesel.

Tabla 1 Variables de la producción del biodiesel.

Muestra	% por peso	metanol:aceite	Catalizador	Tiempo (hrs)	Temperatura (°C)	Agitación (rpm)
1	1	6.1	KOH	2	60	300
2	1.5	6.1	KOH	2	60	300
3	1	9.1	KOH	2	60	300
4	1.5	9.1	KOH	2	60	300
5	1	6.1	NaOH	2	60	300
6	1.5	6.1	NaOH	2	60	300
7	1	9.1	NaOH	2	60	300
8	1.5	9.1	NaOH	2	60	300

B. Formula y nombre de los ácidos grasos (FAMEs)

Tabla 2 Ácidos grasos.

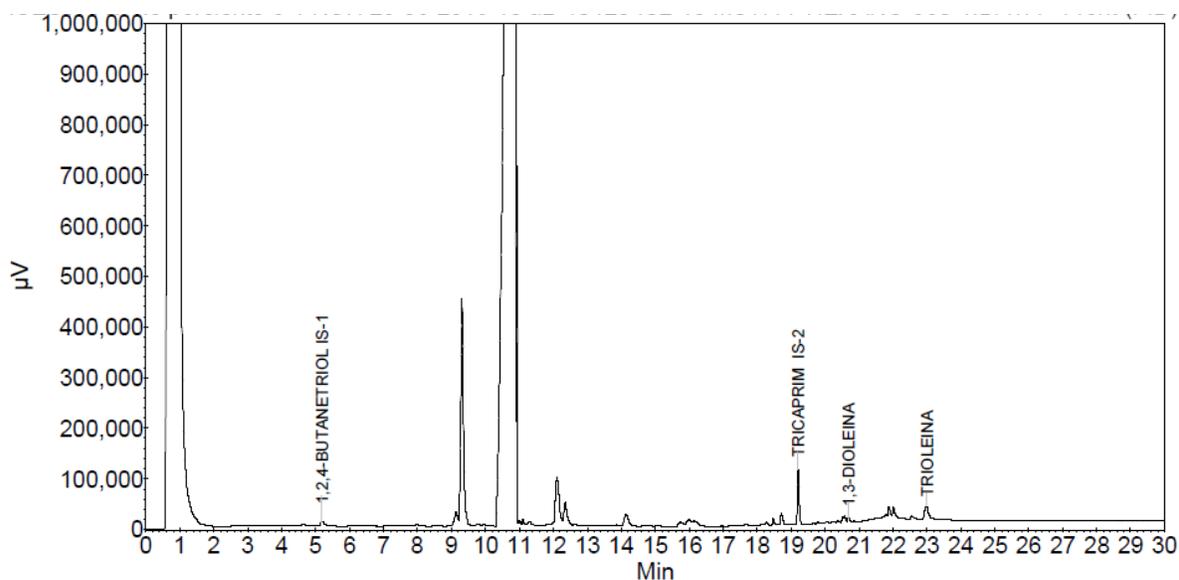
Ácido graso	Nombre	
C8:0	Caprílico	Metil octanoato
C10:0	Caprico	Metil decanoato
C12:0	Láurico	Metil dodecanoato
C14:0	Mirístico	Metil tetradecanoato
C16:0	Palmítico	Metil hexadecanoato
C16:1	Palmitoleico	Metil hexadecenoato
C18:0	Esteárico	Metil octadecanoato
C18:1- cis (n9)	Oleico	cis-9-Octadecenoico ester metilico
C18:2	Linoleico	Metil Octadecadienoico (linoleato)
C18:3	Linolénico	Metil Octadecatrienoato (linolenato)
C20:0	Aráquidico	Metil araquidato
C22:0	Behénico	Metil docosonoato
C22:1	Docosenoico (Erúcico)	Metil eruato
C24:0	Lignocérico	Metil tetracosanoico (lignocerato)

C. Cromatografía de gases

I. Método del análisis de Glicerina y Glicéridos

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 1



Resultados Grupos:

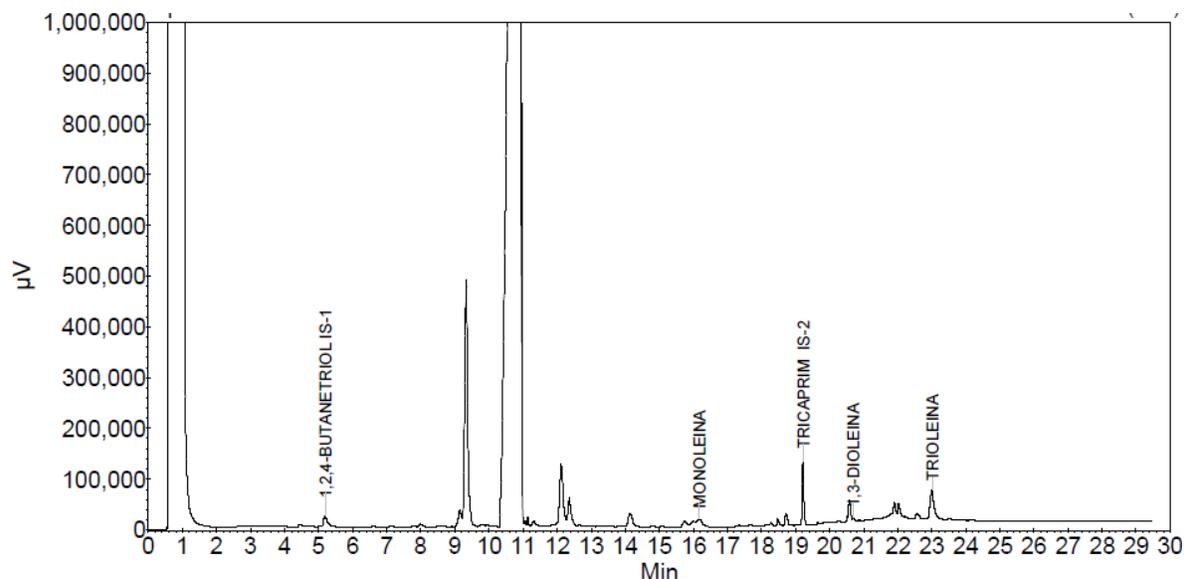
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	4671.74
3	DIGLICERIDOS	2496.38
4	TRIGLICERIDOS	4214.49
Total		11382.61

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.17	1253.0	0.139
2	TRICAPRIM IS-2	19.21	5773.8	0.641
3	1,3-DIOLEINA	20.69	615.1	0.068
4	TRIOLEINA	22.99	3542.0	0.393
Total			11188.9	1.241

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 2



Resultados Grupos:

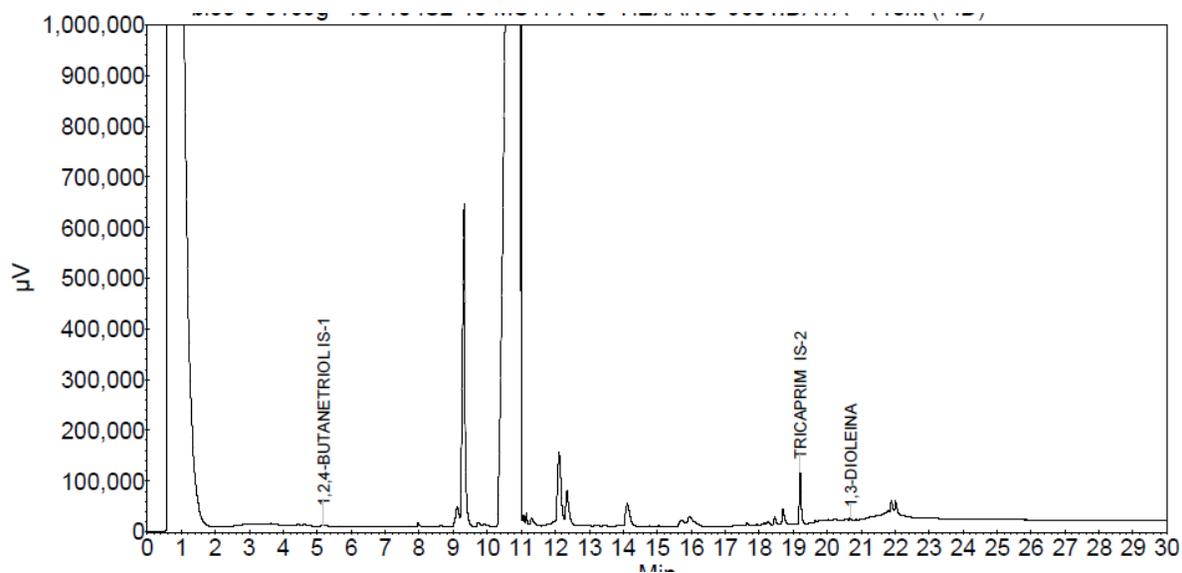
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	9725.24
3	DIGLICERIDOS	4481.19
4	TRIGLICERIDOS	9813.71
Total		24020.14

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.19	2681.8	0.247
2	MONOLEINA	16.16	2658.1	0.245
3	TRICAPRIM IS-2	19.22	6509.0	0.600
4	1,3-DIOLEINA	20.69	576.9	0.053
5	TRIOLEINA	23.00	8031.1	0.741
Total			20456.9	1.886

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 3



Resultados Grupos:

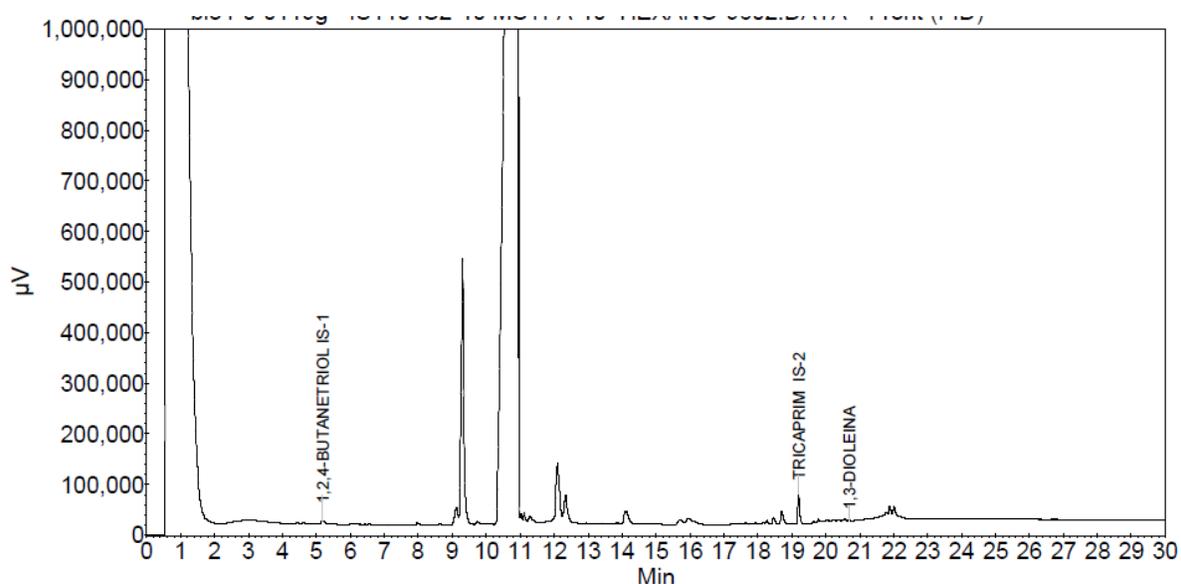
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	22270.62
3	DIGLICERIDOS	2496.76
4	TRIGLICERIDOS	0.00
Total		24767.38

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.16	603.0	0.327
2	TRICAPRIM IS-2	19.18	6625.9	3.373
3	1,3-DIOLEINA	20.66	452.3	0.231
Total			7681.2	3.931

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 4



Resultados Grupos:

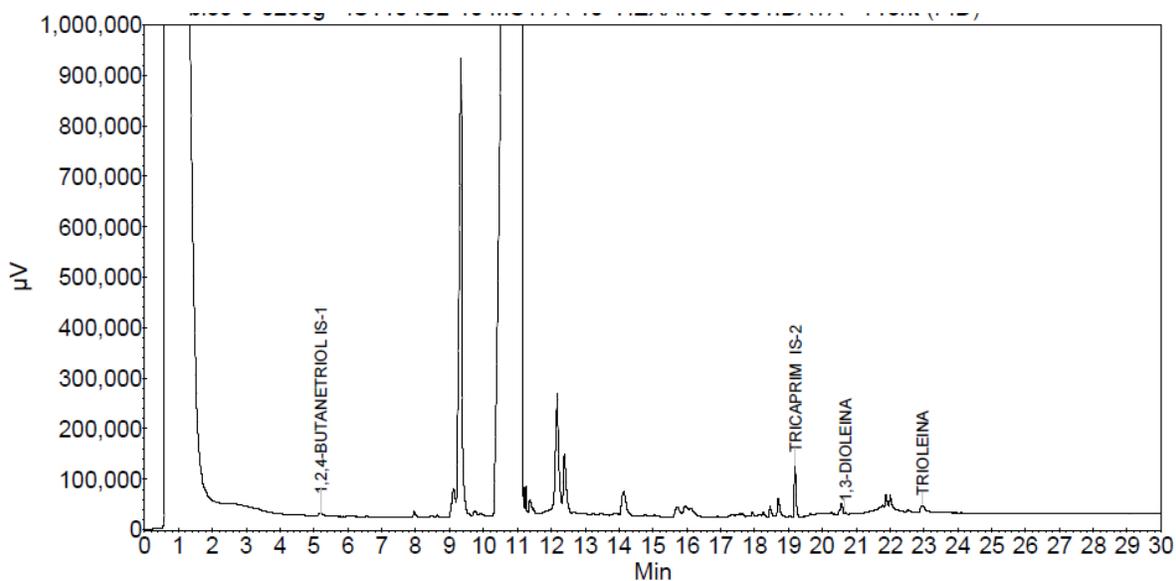
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	6053.20
3	DIGLICERIDOS	761.33
4	TRIGLICERIDOS	0.00
Total		6814.53

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.17	775.3	0.073
2	TRICAPRIM IS-2	19.20	3251.9	0.307
3	1,3-DIOLEINA	20.69	138.3	0.013
Total			4168.5	0.393

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 5



Resultados Grupos:

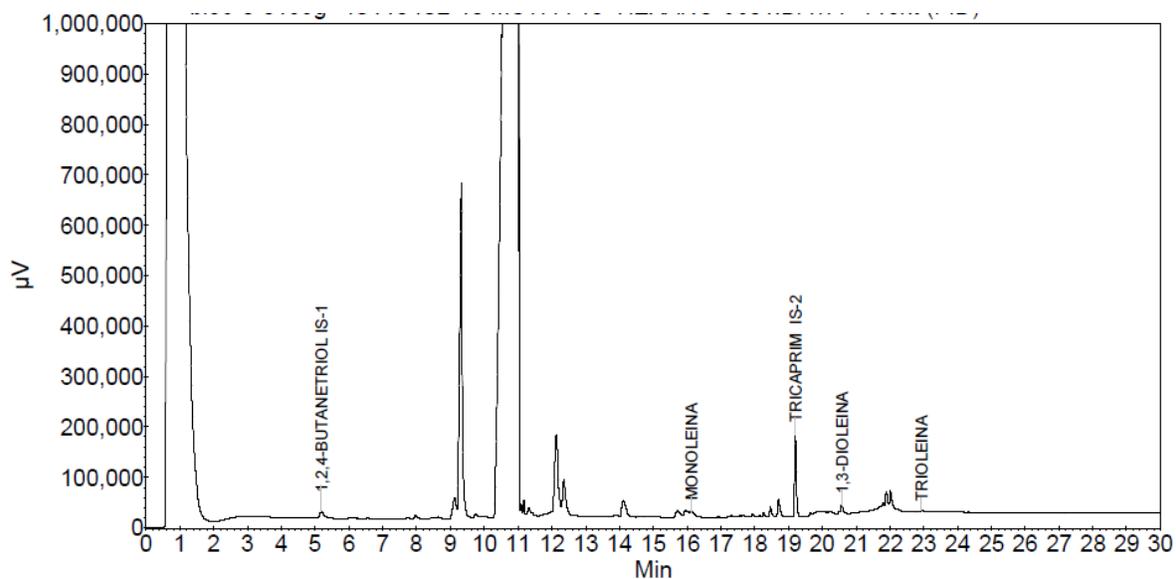
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	10284.90
3	DIGLICERIDOS	2517.58
4	TRIGLICERIDOS	1818.59
Total		14621.08

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.19	642.5	0.033
2	TRICAPRIM IS-2	19.20	5495.5	0.284
3	1,3-DIOLEINA	20.68	262.0	0.014
4	TRIOLEINA	22.94	1529.6	0.079
Total			7929.6	0.41

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 6



Resultados Grupos:

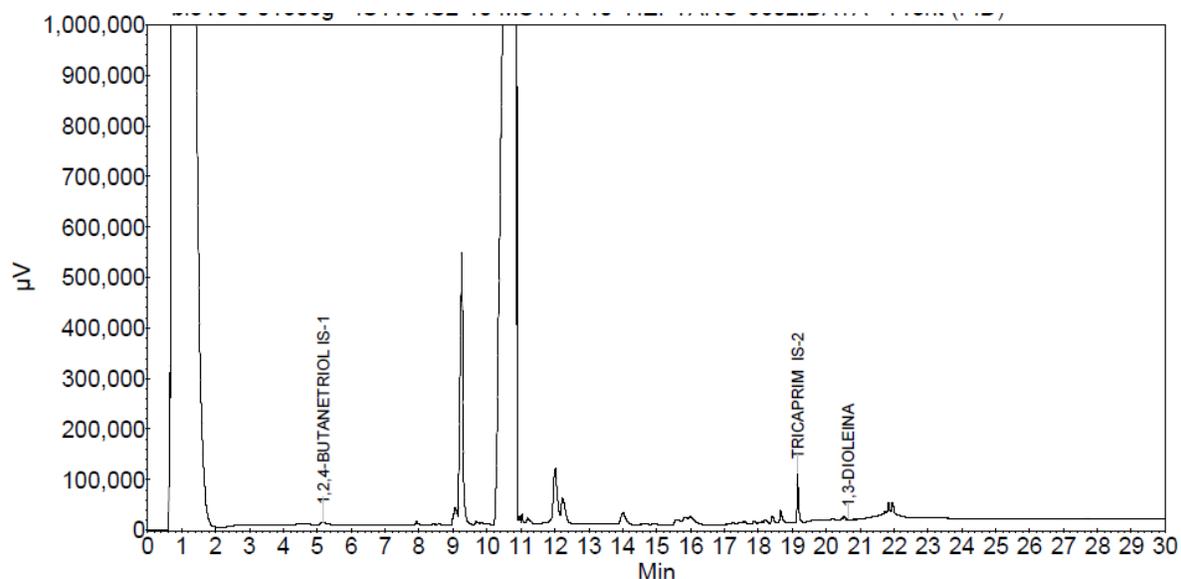
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	10879.11
3	DIGLICERIDOS	2152.04
4	TRIGLICERIDOS	257.69
Total		13288.83

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.18	1794.4	0.132
2	MONOLEINA	16.11	1900.5	0.140
3	TRICAPRIM IS-2	19.20	8667.1	0.636
4	1,3-DIOLEINA	20.58	1459.3	0.107
5	TRIOLEINA	22.93	257.7	0.019
Total			1407.9	1.034

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 7



Resultados Grupos:

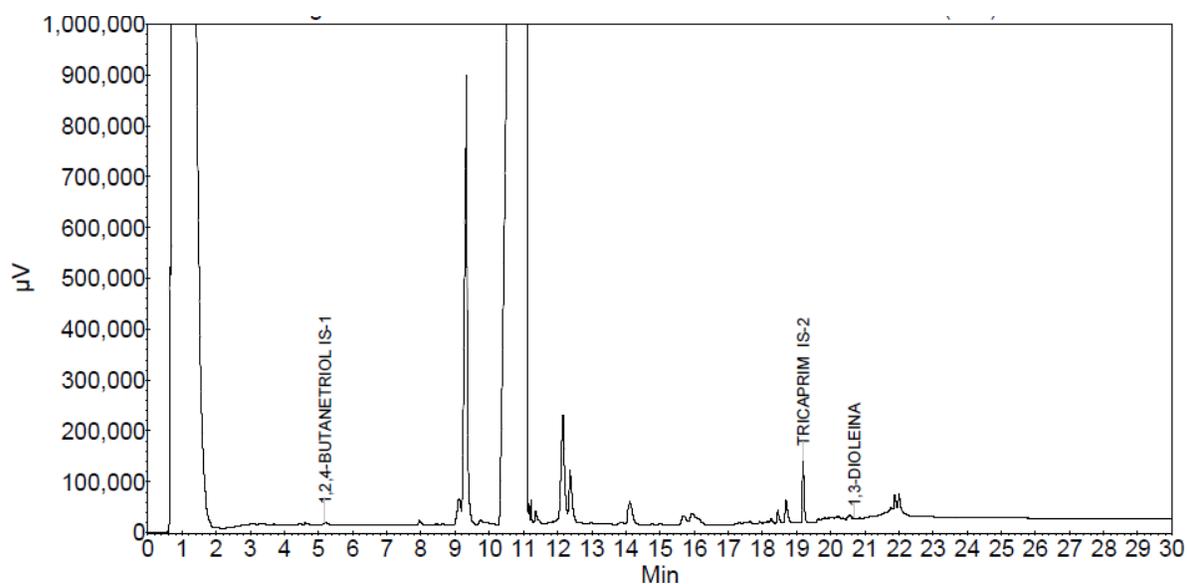
Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	11139.69
3	DIGLICERIDOS	1258.22
4	TRIGLICERIDOS	0.00
Total		12397.92

Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.16	820.9	0.075
2	TRICAPRIM IS-2	19.16	5456.6	0.496
3	1,3-DIOLEINA	20.64	125.3	0.011
Total			6402.8	0.582

Método del análisis de glicerina y glicéridos

Cromatograma de la muestra 8



Resultados Grupos:

Index	Name	Area [µV.Min]
1	GLICEROL	0.00
2	MONOGLICERIDOS	16655.20
3	DIGLICERIDOS	2806.60
4	TRIGLICERIDOS	0.00
Total		19461.80

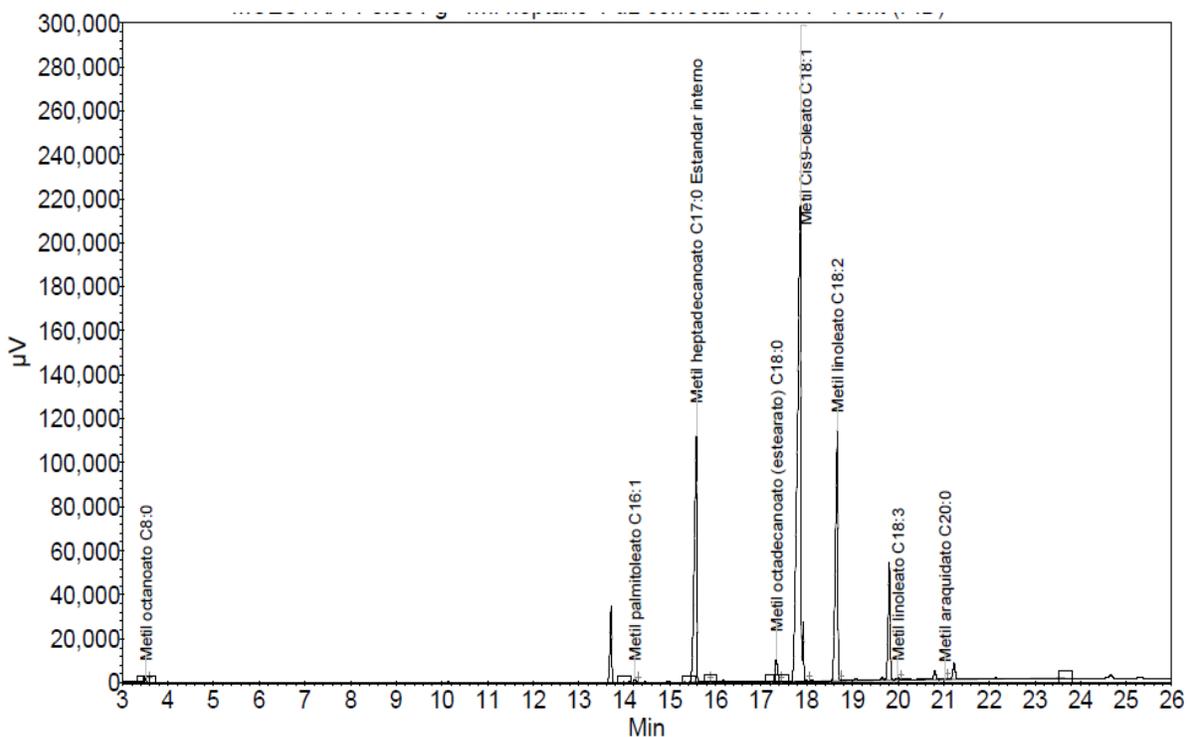
Resultados picos:

Index	Name	Time [Min]	Area [µV.Min]	Area [%]
1	1,2,4-BUTANETRIOLIS-1	5.18	634.4	0.034
2	TRICAPRIM IS-2	19.20	6561.0	0.356
3	1,3-DIOLEINA	20.69	224.3	0.012
Total			7419.7	0.402

II. Método del análisis del porcentaje de FAME

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 1

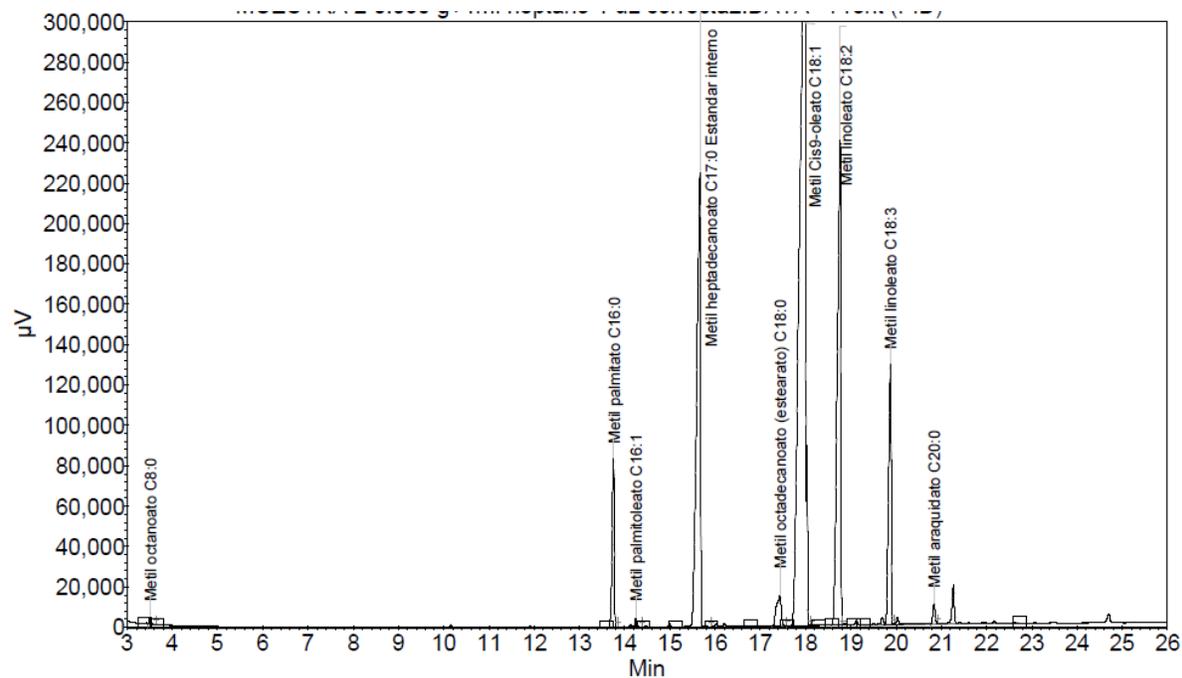


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [$\mu\text{V}\cdot\text{Min}$]	Area [$\mu\text{V}\cdot\text{Sec}$]	Name
1	3.50	0.200	71.2	4271.4	Metil octanoato C8:0
2	14.23	0.230	81.8	4908.5	Metil palmitoleato C16:1
3	15.58	20.305	7236.7	434201.6	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
4	17.34	1.837	654.8	39286.4	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
5	17.86	56.777	20235.4	1214126.4	Metil Cis9-oleato C18:1
6	18.67	20.205	7200.9	432055.5	Metil linoleato C18:2
7	20.00	0.262	93.4	5605.4	Metil linoleato C18:3
8	21.02	0.185	65.8	3950.5	Metil araquidato C20:0
Total		100.000	35640.1	2138405.6	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 2

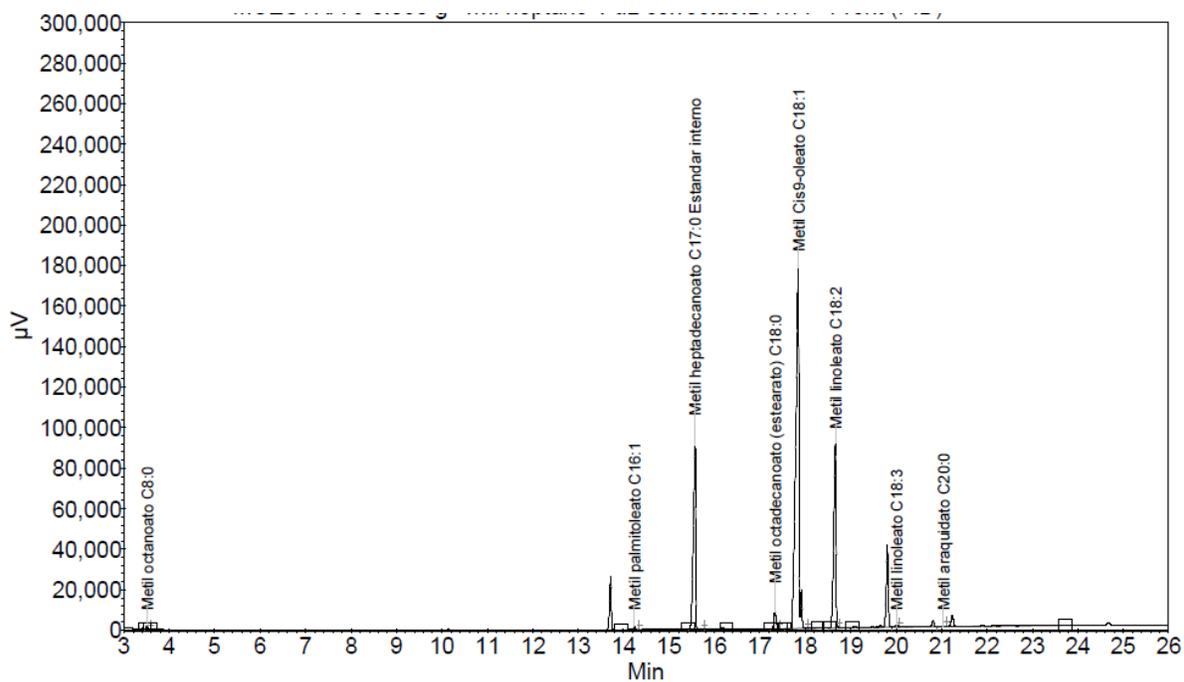


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [µV.Min]	Area [µV.Sec]	Name
1	3.51	0.122	140.1	8403.1	Metil octanoato C8:0
2	13.76	4.042	4626.4	277584.6	Metil palmitato C16:0
3	14.25	0.194	221.5	13290.5	Metil palmitoleato C16:1
4	15.67	18.399	21058.6	1263514.5	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
5	17.43	1.619	1852.8	111165.2	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
6	17.98	50.037	57269.6	3436177.7	Metil Cis9-oleato C18:1
7	18.76	17.785	20355.6	1221337.0	Metil linoleato C18:2
8	19.88	7.324	8382.2	502932.6	Metil linoleato C18:3
9	20.84	0.479	548.7	32922.0	Metil araquidato C20:0
Total		100.000	114455.5	6867327.1	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 3

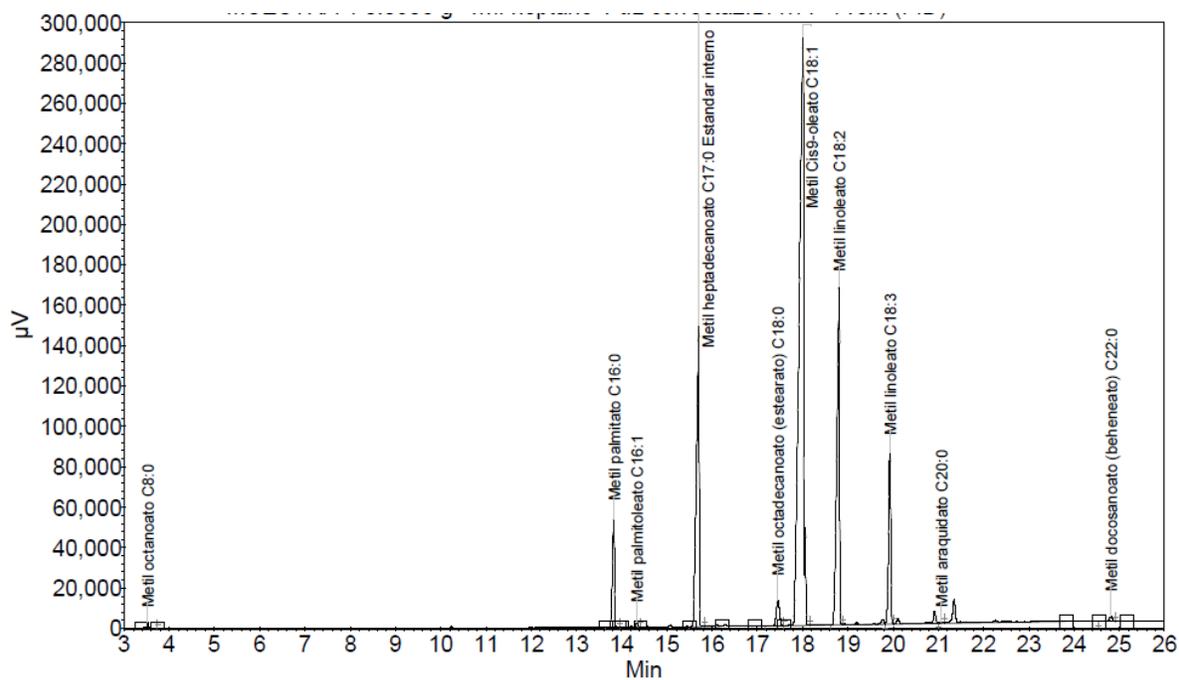


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [μ V.Min]	Area [μ V.Sec]	Name
1	3.51	0.247	65.9	3951.6	Metil octanoato C8:0
2	14.24	0.240	63.8	3828.0	Metil palmitoleato C16:1
3	15.57	20.320	5412.8	324768.3	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
4	17.34	1.835	488.7	29321.0	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
5	17.85	56.702	15103.8	906228.1	Metil Cis9-oleato C18:1
6	18.66	20.077	5348.1	320886.1	Metil linoleato C18:2
7	20.01	0.311	82.8	4965.1	Metil linoleato C18:3
8	21.04	0.269	71.5	4291.7	Metil araquidato C20:0
Total		100.000	26637.3	1598239.9	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 4

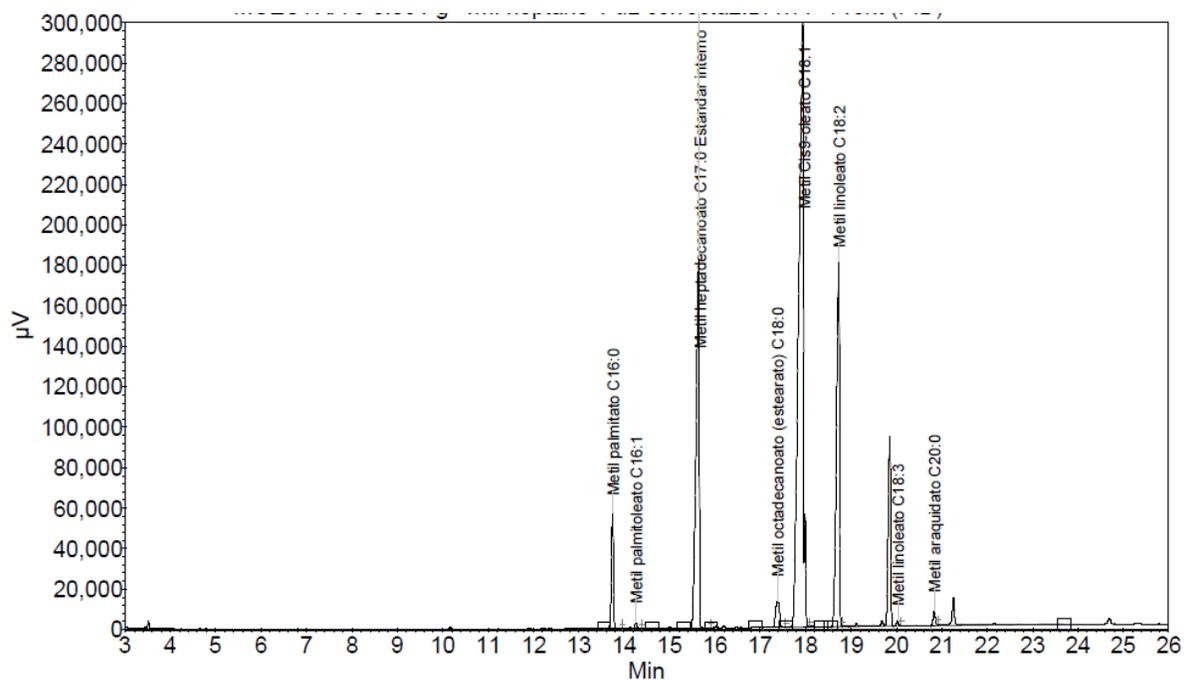


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [µV.Min]	Area [µV.Sec]	Name
1	3.52	0.153	101.0	6062.3	Metil octanoato C8:0
2	13.82	4.172	2749.7	164980.0	Metil palmitato C16:0
3	14.34	0.196	129.0	7738.7	Metil palmitoleato C16:1
4	15.70	16.761	11045.3	662720.1	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
5	17.46	1.668	1099.4	65965.9	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
6	18.01	51.004	33612.0	2016719.1	Metil Cis9-oleato C18:1
7	18.80	18.150	11960.7	717642.8	Metil linoleato C18:2
8	19.93	7.487	4934.0	296040.1	Metil linoleato C18:3
9	21.07	0.123	81.2	4875.0	Metil araquidato C20:0
10	24.81	0.286	188.5	11312.1	Metil docosanoato (beheneato) C22:0
Total		100.000	65900.9	3954056.1	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 5

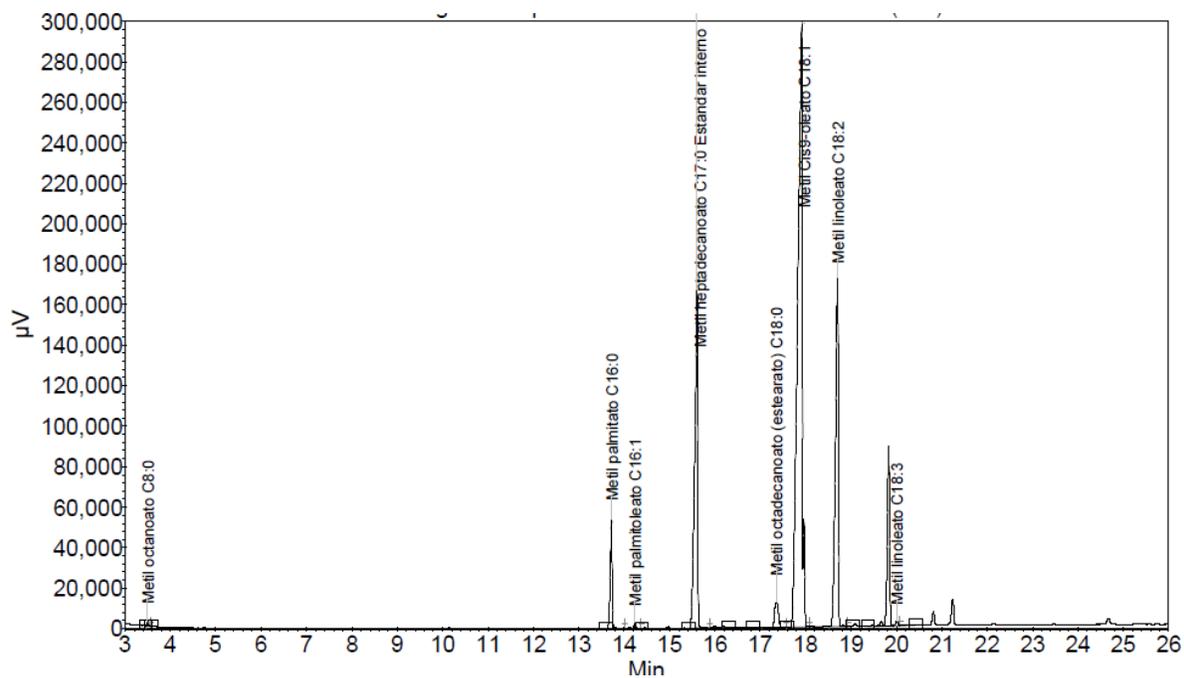


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [μ V.Min]	Area [μ V.Sec]	Name
1	13.75	4.258	3040.6	182434.0	Metil palmitato C16:0
2	14.26	0.204	145.5	8732.2	Metil palmitoleato C16:1
3	15.64	20.739	14809.8	888585.7	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
4	17.38	1.726	1232.7	73960.0	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
5	17.94	53.375	38115.5	2286927.5	Metil Cis9-oleato C18:1
6	18.73	18.915	13507.2	810434.8	Metil linoleato C18:2
7	20.03	0.227	162.0	9720.2	Metil linoleato C18:3
8	20.84	0.556	396.9	23816.8	Metil araquidato C20:0
Total		100.000	71410.2	4284611.2	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 6

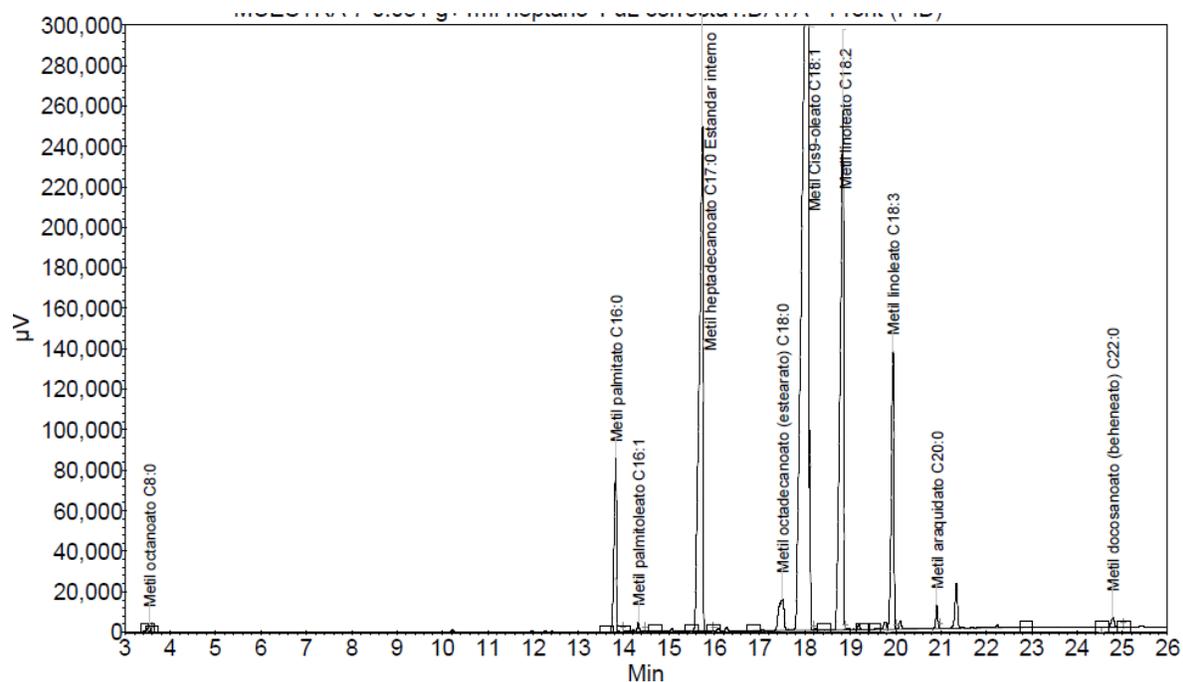


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [μ V.Min]	Area [μ V.Sec]	Name
1	3.50	0.137	90.9	5456.3	Metil octanoato C8:0
2	13.72	4.265	2832.8	169966.5	Metil palmitato C16:0
3	14.24	0.209	139.1	8346.8	Metil palmitoleato C16:1
4	15.61	19.295	12815.3	768915.9	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
5	17.36	1.766	1172.8	70369.0	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
6	17.92	54.743	36358.7	2181521.1	Metil Cis9-oleato C18:1
7	18.71	19.376	12868.9	772133.6	Metil linoleato C18:2
8	20.01	0.209	138.6	8318.7	Metil linoleato C18:3
Total		100.000	66417.1	3985027.8	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 7

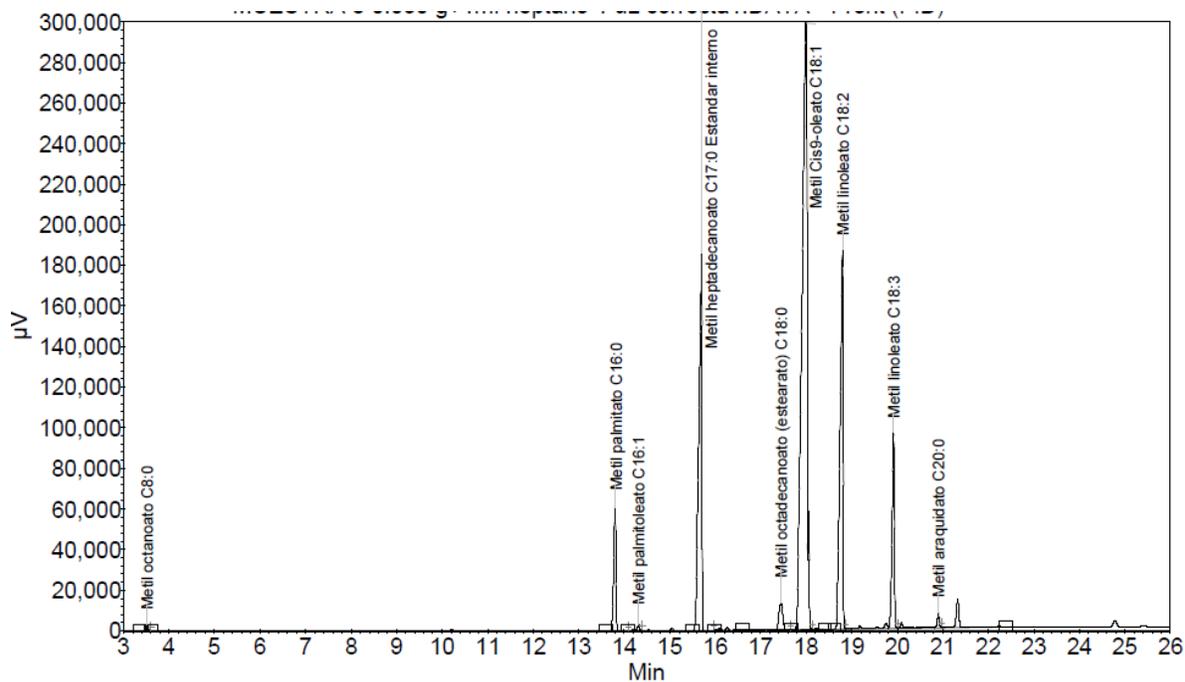


Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [µV.Min]	Area [µV.Sec]	Name
1	3.53	0.116	147.5	8848.1	Metil octanoato C8:0
2	13.82	3.866	4908.1	294485.7	Metil palmitato C16:0
3	14.33	0.181	230.0	13799.2	Metil palmitoleato C16:1
4	15.74	19.013	24136.0	1448162.3	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
5	17.51	1.645	2088.5	125310.5	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
6	18.07	49.609	62975.5	3778529.4	Metil Cis9-oleato C18:1
7	18.84	17.554	22283.8	1337026.2	Metil linoleato C18:2
8	19.95	7.207	9149.2	548954.1	Metil linoleato C18:3
9	20.91	0.507	643.8	38625.3	Metil araquidato C20:0
10	24.79	0.300	380.7	22840.0	Metil docosanoato (beheneato) C22:0
Total		100.000	126943.0	7616580.9	

Método del análisis de porcentaje de FAME

Cromatograma de la muestra 8



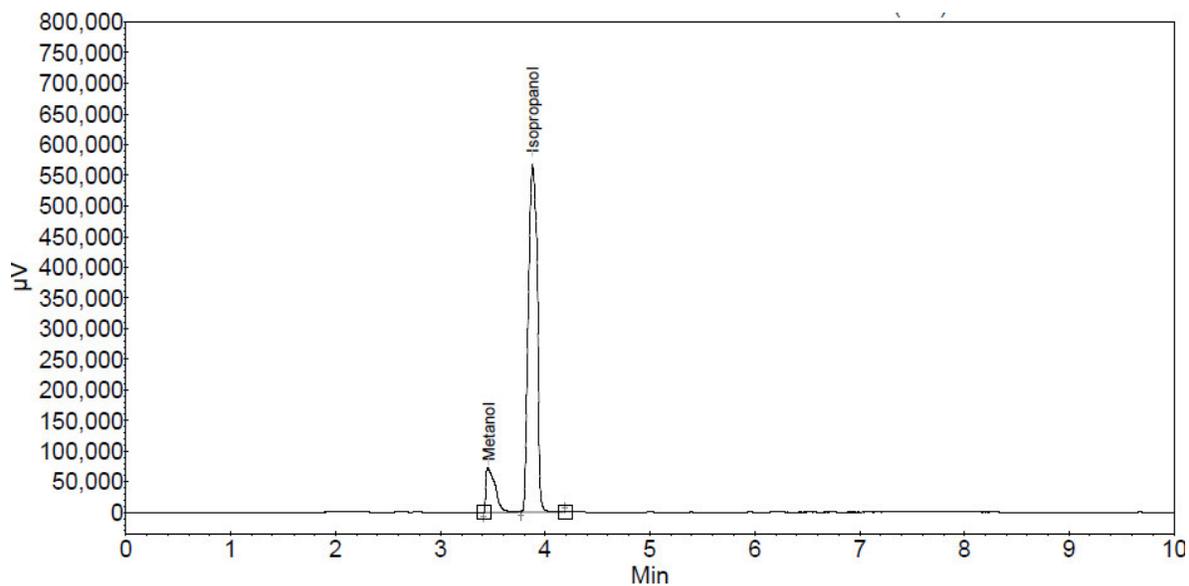
Resultados FAME

Index	Time [Min]	Area % [%]	Area [μ V.Min]	Area [μ V.Sec]	Name
1	3.51	0.200	160.6	9637.4	Metil octanoato C8:0
2	13.80	3.991	3209.7	192581.0	Metil palmitato C16:0
3	14.31	0.190	153.0	9182.4	Metil palmitoleato C16:1
4	15.70	18.807	15125.2	907510.0	Metil heptadecanoato C17:0 Estandar interno
5	17.45	1.632	1312.7	78764.0	Metil octadecanoato (estearato) C18:0
6	18.01	49.804	40053.2	2403192.2	Metil Cis9-oleato C18:1
7	18.80	17.639	14185.4	851121.4	Metil linoleato C18:2
8	19.92	7.242	5824.4	349461.2	Metil linoleato C18:3
9	20.90	0.494	396.9	23814.0	Metil araquidato C20:0
Total		100.000	80421.1	4825263.8	

III. Método del análisis de la concentración del metanol

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 1

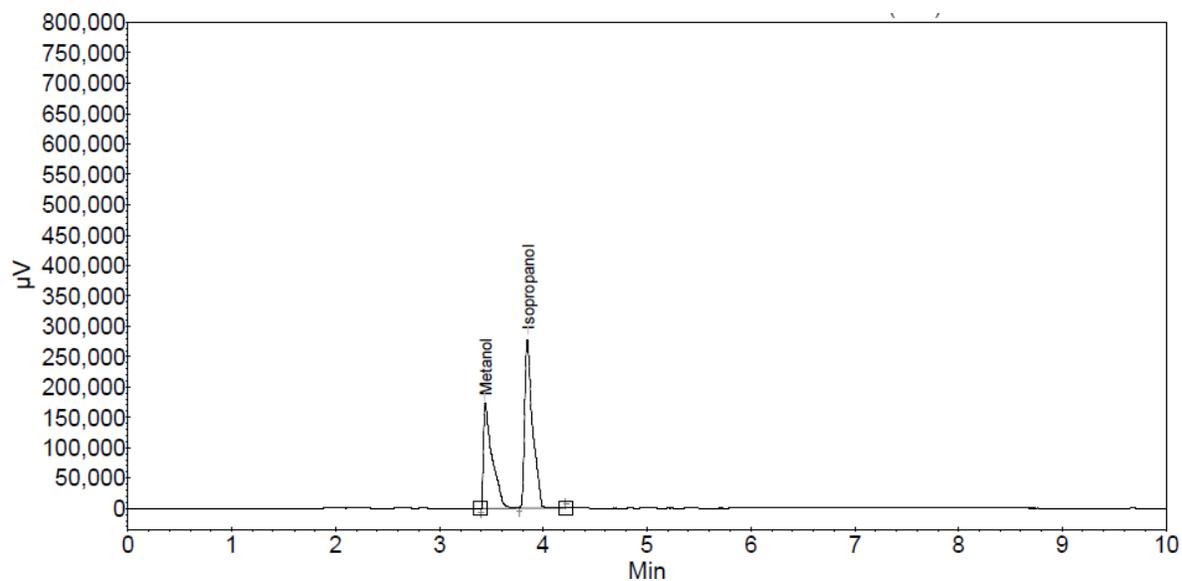


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.45	11.841	7389.1	443348.4	11.84
2	Isopropanol	3.88	88.159	55015.5	3300932.6	88.16
Total			100.000	62404.7	3744281.0	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 2

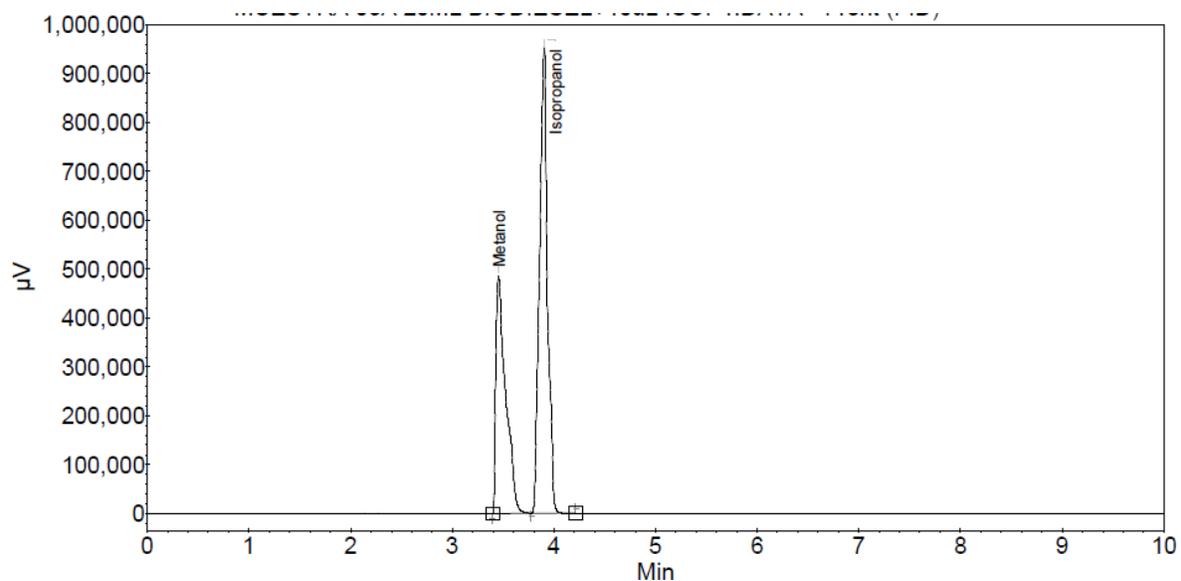


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.44	40.952	16834.2	1010053.0	40.95
2	Isopropanol	3.85	59.048	24272.9	1456373.6	59.05
Total			100.000	41107.1	2466426.6	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 3

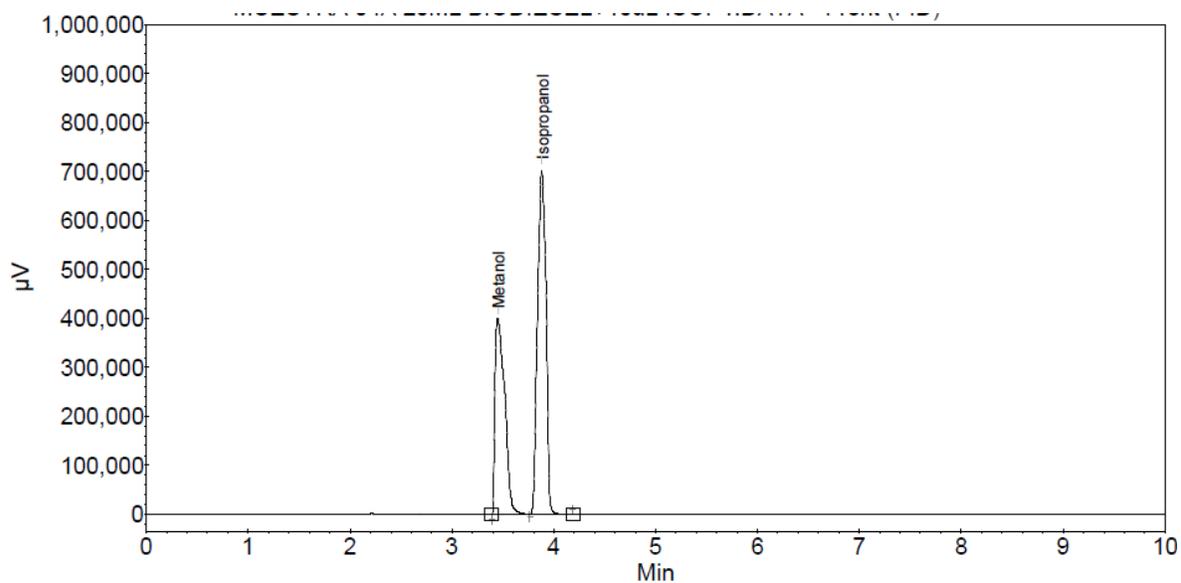


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.45	38.579	54390.2	3263411.4	38.58
2	Isopropanol	3.90	61.421	86592.7	5195561.0	61.42
Total			100.000	140982.9	8458972.4	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 4

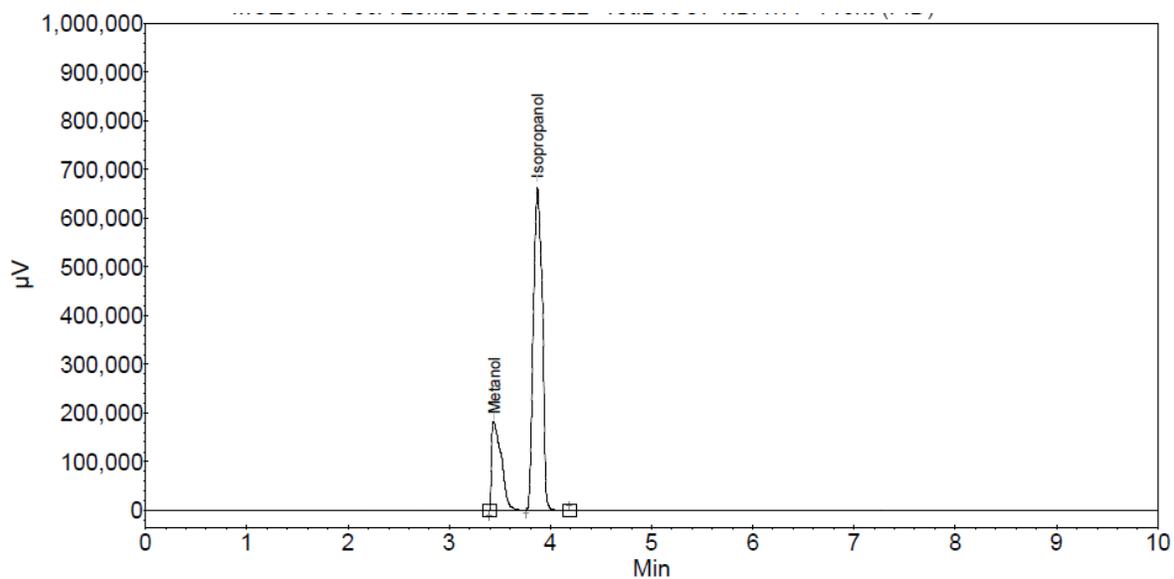


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.45	39.482	44412.1	2664727.9	39.48
2	Isopropanol	3.88	60.518	68076.0	4084559.0	60.52
Total			100.000	112488.1	6749286.9	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 5

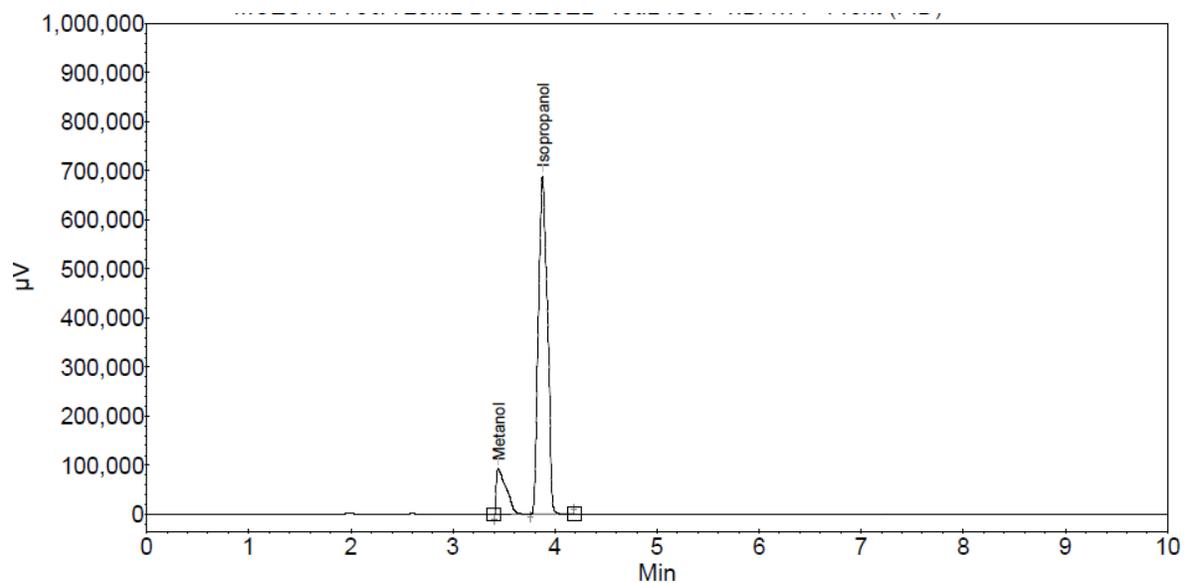


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.44	23.001	20199.5	1211968.7	23.00
2	Isopropanol	3.87	76.999	67619.6	4057178.6	77.00
Total			100.000	87819.1	5269147.3	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 6

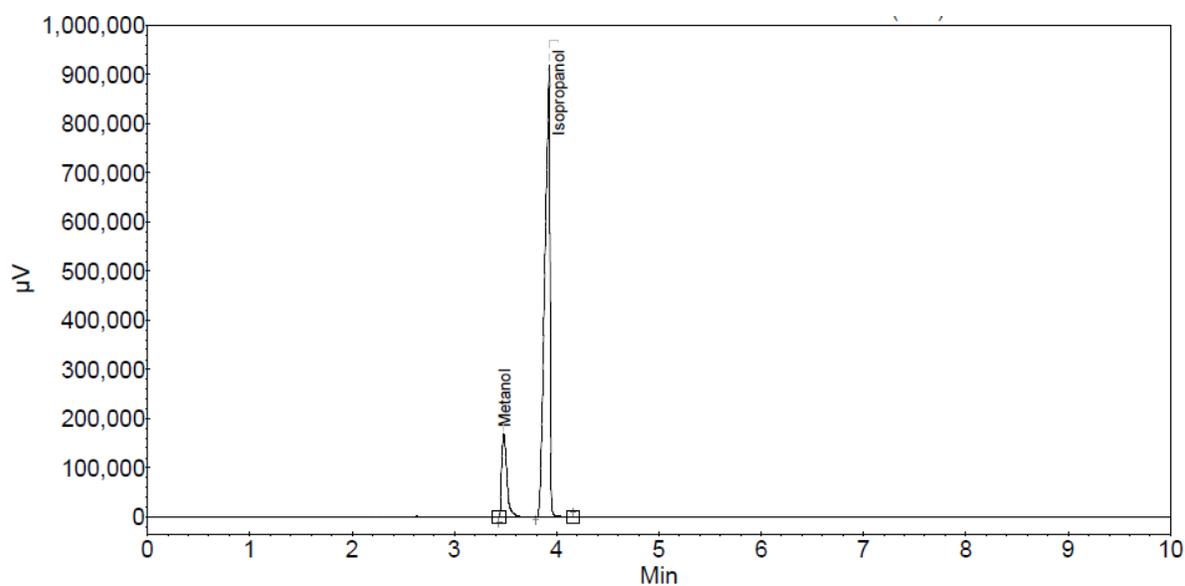


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.44	12.751	10258.0	615478.7	12.75
2	Isopropanol	3.88	87.249	70190.9	4211456.4	87.25
Total			100.000	80448.9	4826935.2	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 7

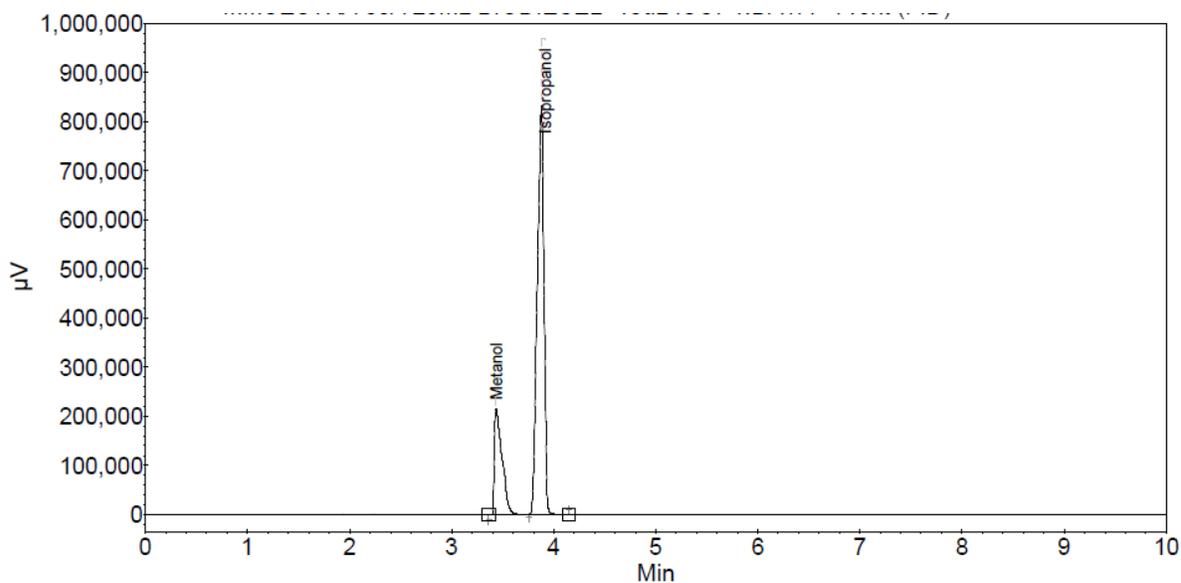


Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.48	15.556	10084.3	605057.8	15.56
2	Isopropanol	3.93	84.444	54741.0	3284461.8	84.44
Total			100.000	64825.3	3889519.6	100.00

Método del análisis de concentración del metanol

Cromatograma de la muestra 8



Resultados Metanol e Isopropanol:

Index	Name	Time [Min]	Area % [%]	Area [μV.Min]	Area [μV.Sec]	Quantity [% Area]
1	Metanol	3.44	22.795	18731.0	1123857.5	22.80
2	Isopropanol	3.88	77.205	63438.7	3806322.5	77.20
Total			100.000	82169.7	4930180.0	100.00