

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ

Colegio de Ciencias e Ingeniería

**Caracterización de las Propiedades Físicoquímicas de
Biodiesel Extraído de Aceite Reciclado de Origen Vegetal**

Proyecto de Investigación

Daniela Alejandra Pantoja Cabrera

Ingeniería Mecánica

**Trabajo de titulación presentado como requisito
para la obtención del título de
Ingeniera Mecánica**

Quito, 27 de abril de 2018

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ
COLEGIO POLITÉCNICO

HOJA DE CALIFICACIÓN
DE TRABAJO DE TITULACIÓN

**Caracterización de las Propiedades Físicoquímicas de
Biodiesel Extraído de Aceite Reciclado de Origen Vegetal**

Daniela Alejandra Pantoja Cabrera

Calificación:

Nombre del profesor, Título académico

David Escudero, PhD

Firma del profesor

Quito, 27 de abril de 2018

Derechos de Autor

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

Firma del estudiante: _____

Nombres y apellidos: Daniela Alejandra Pantoja Cabrera

Código: 00116102

Cédula de Identidad: 1723355366

Lugar y fecha: Quito, 27 de abril de 2018

RESUMEN

Los biocombustibles se muestran como una de las alternativas medioambientalmente amigables más factibles para reemplazar en la actualidad a los combustibles de origen fósil. Considerando la necesidad de generación de este tipo de energía alternativa de forma limpia pero también eficiente; este estudio consistió en producir biodiesel a base de aceite reciclado de cocina de origen vegetal cuyos componentes en estado original son oleínas de palma y aceite puro de soya, usando el principio de transesterificación utilizando hidróxido de sodio (NaOH) como catalizador y metanol (CH₃OH). Con las muestras de biodiesel se procedió a caracterizar sus propiedades fisicoquímicas, y en base al análisis se determinó su factibilidad de uso en vehículos de transporte en particular para el autobús universitario. Para este trabajo se analizaron las propiedades fisicoquímicas de las muestras obtenidas en base a los requerimientos de la norma ecuatoriana vigente NTE INEN 2482 "Biodiesel requisitos". Este estudio aplicó pruebas determinadas en las normas (ASTM o EN) basadas en la importancia futura dentro del funcionamiento de un vehículo. Los ensayos realizados y evaluados fueron los siguientes: cromatografía de capa fina,, capacidad calorífica, densidad relativa, punto de inflamación, contenido de agua por centrifugación, viscosidad cinemática, contenido de azufre, corrosión a la lámina de cobre, porcentaje de sedimentos y agua, porcentaje de cenizas, temperatura de destilación, índice de cetano, punto de nube y punto de escurrimiento. A través de los ensayos se determinó la calidad del Biodiesel, y se verificó que los valores obtenidos de las diferentes propiedades son aceptables para un funcionamiento efectivo y sin problemas en el uso futuro como fuente de combustible de un motor. Por esto, en base a los resultados de las pruebas analizadas se lo catalogó como apto para uso en vehículos en base a los requerimientos nacionales vigentes.

Palabras clave:

Biodiesel

Biocombustibles

Aceites Reciclados

Transesterificación

Caracterización Fisicoquímica

NTE INEN 2482

ABSTRACT

Biofuels are shown as one of the most feasible environmentally friendly alternatives to replace currently fossil fuels. Considering the need to generate this type of alternative energy in a clean but also efficient way; this study consisted in the production of biodiesel from recycled vegetable oil as raw material, whose original components are palm olefins and pure soybean oil using the principle of transesterification with sodium hydroxide (NaOH) as catalyst and methanol (CH₃OH) and the characterization of its physicochemical properties, to determine its feasibility to use in transport vehicles in particular the university bus. For this work, the physicochemical properties of the samples obtained were analyzed based on the requirements of the current Ecuadorian standard NTE INEN 2482 "Biodiesel requirements". This study applied tests determined in the standards (ASTM o EN) based on the future importance within the operation of a vehicle. The tests carried out and evaluated were the ones that follows: (add previous thesis table) relative density, flash point, water content by centrifugation, kinematic viscosity, sulfur content, corrosion to the copper foil, percentage of sediments and water, percentage of ash, distillation temperature, cetane index, cloud point and runoff point. Through the tests the quality of the biodiesel was determined, and it was verified that the parameters are correct and acceptable for an effective use as the fuel source of a diesel engine. Therefore, based on the results of the tests analyzed, it was classified as suitable for use in vehicles based on the current national requirements.

Keywords:

Biodiesel

Biofuels

Recycled Vegetable Oil

Transesterification

Physicochemical Properties

NTE INEN 2482

TABLA DE CONTENIDO

1. Introducción.....	10
2. Metodología.....	18
3. Resultados y Discusiones.....	34
4. Conclusiones	44
5. Referencias bibliográficas.....	46
6. Anexo A: resultados pruebas realizadas en laboratorios externos.....	49

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Cuadro comparativo propiedades del diésel vs varios aceites (M. Campos y F. Marcos, 2011)	12
Tabla 2. Cuadro comparativo propiedades del diésel vs biodiesel (M. Campos y F. Marcos, 2011)	12
Tabla 3. Requerimientos del Biodiesel – RTE INEN 2482 (Ecuatoriana, 2013)	13
Tabla 4. Propiedades fisicoquímicas de biodiesel en diferentes países (M. Campos y F. Marcos).....	15
Tabla 5. Propiedades fisicoquímicas de distintos tipos de materia prima (Leung).....	18
Tabla 6. Humedad e índice de saponificación del aceite reciclado	19
Tabla 7. Propiedades Organolépticas Biodiesel producido con transesterificación	34
Tabla 8. Valores de retención de distintas muestras de biodiesel	35
Tabla 9. Resultados pruebas fisicoquímicas del Biodiesel producido	36

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Proceso de producción Biodiesel	20
Figura 2. Abaco para índice de cetano calculado	31

NOMENCLATURA

B = temperatura en C, del 50% a 760 mm Hg, cuando ha sido determinado según la Norma INEN 926.

d = densidad API determinada según la Norma INEN 1 500,

D = densidad a 15 °C, determinado por el método ASTM D 1298, hasta que exista la Norma INEN correspondiente,

ICc = índice de cetano calculado,

M = temperatura, en °F del 50% a 760 mm Hg, cuando ha sido determinado por el método indicado en la Norma INEN 926 y corregido para las condiciones barométricas estándar, Rf= Relación entre las distancias recorridas por el soluto y por el eluyente desde el origen de la placa

1. INTRODUCCIÓN

El estudio e investigación dentro del campo de biocombustibles en Ecuador a lo largo de los años ha sido deficiente considerando que su naturaleza como país petrolero no lo ha requerido; sin embargo, el crecimiento de las energías alternativas a nivel mundial y las regulaciones enfocadas en el medio ambiente han convertido este punto en una prioridad. La crisis energética ha afectado a todo el mundo debido a la reducción de los recursos naturales no renovables y limitados, especialmente las reservas de petróleo ocasionando un aumento sustancial en los problemas ambientales (Barnwal y Sharma, 2005); en base a esto alternativas como los biocombustibles han sido una base para la solución; constituyendo una forma de hacer frente a la demanda de combustible. Es por esto que desde el año 2010 Ecuador lanzó un plan piloto de producción con el fin de tener gasolina mezclada al 5% con Etanol y desde el 2013 se dispuso que el diésel de origen fósil contenga una mezcla de 10% de biodiesel (ProEcuador, 2013); esto se ha realizado con la expectativa de mejorar la actividad agrícola y generar beneficios ambientales considerando una elevada expectativa de crecimiento en el mercado de biocombustibles en Ecuador (ProEcuador, 2013).

Ecuador necesita implementar energías alternativas y a través de ello fomentar la cultura de reciclaje especialmente de aceites vegetales con el fin de producir mayor cantidad de biocombustible y causar un mayor impacto ambiental positivo disminuyendo riesgos de salud y del medioambiente, ya que las mezclas de diésel-biodiesel reducirán las emisiones contaminantes. El biodiesel que se deriva de aceites vegetales reduce las emisiones de gases de efecto invernadero, basándose en el ciclo de vida donde el dióxido de carbono que se libera durante el proceso de combustión es absorbido por las plantas y usado en su crecimiento (National Renewable Energy

Laboratory, 2014). El biodiesel produce menores emisiones de óxidos de sulfuro (SO_x), dióxido de carbono (CO_2), material particulado y monóxido de carbono (CO) que el diésel normal; cabe mencionar que los porcentajes de reducción dependen de la cantidad y calidad de biodiesel que reemplace al diésel. Si existiría un reemplazo del 100% se eliminan por completo las emisiones de óxidos de sulfuro, se reduce en un 47% el monóxido de carbono y en un 95% el dióxido de carbono (García, 2013).

El biodiesel es un combustible con una apariencia de color amarillo a café claro, que como su nombre lo indica es biodegradable y no tóxico, a pesar de ello su origen es muy variado desde aceites y azúcares conocidos como de primera generación, hierbas o materiales naturales pertenecientes a la segunda generación hasta aquellos a partir de algas o referentes de tercera generación, en base a esto hay estudios que demuestran que las propiedades del diésel y distintos aceites vegetales varían y pueden mejorar de acuerdo a la materia prima que sea usada como se muestra a continuación (Sarmiento, 2008).

Tabla 1. Cuadro comparativo propiedades del diésel vs varios aceites (M. Campos y F. Marcos, 2011)

Propiedades	Diésel de Petróleo	Aceite de Girasol	Éster metílico de girasol	Aceite de colza	Éster metílico de colza
Densidad (15°C) [kg/l]	0.84	0.92	0.89	0.9	0.833
Punto de ignición [°C]	63	215	183	200	153
Viscosidad cinemática [mm^2/s]	3.2	35	4.2	39	4.8
Número de cetano	45-50	33	47-51	35-40	52
Calor de combustión [MJ/kg]	44	39.5	40	-	40
Punto de enturbamiento [°C]	0	-6.6-	3	-3	-3
Azufre [% peso]	0.3	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Residuo de carbón [% peso]	0.2	0.42	0.05	-	-

Tabla 2. Cuadro comparativo propiedades del diésel vs biodiesel (M. Campos y F. Marcos, 2011)

Propiedades	Diésel	Biodiesel
Composición	C10-C21 HC	C12-C22 FAME
Agua [ppm peso]	161	0.05% máx.
Número de cetano	40-55	48-55
PCI [KJ/kg]	41860	37700
Punto de inflamación [°C]	60-80	100-170
Punto de ebullición [°C]	188-343	182-338

A pesar de ello algunos estudios han reportado que las emisiones de óxidos de nitrógeno (NO_x) se encuentran en un rango entre $\pm 10\%$ comparado con el diesel

dependiendo de las características de combustión del motor (Barnwall, 2015). Esto puede ocurrir por la mayor cantidad de oxígeno presente en el biodiesel, así como la rápida rotura de hidrocarburos y un proceso de combustión a mayores temperaturas (Palash, 2013), a pesar de ello según Sun (2010) no tiene consistencia que el valor de emisiones sea mayor; en base a ellos muchos investigadores se han concentrado en el desarrollo de biodiesel y la optimización del proceso de producción para que cumpla con los estándares y necesidades del combustible a ser usado o comercializado sin que exista algún tipo de daño en el motor o sus diferentes partes. Considerando esto, es necesario que no sólo exista biocombustible sino que el mismo cumpla con los requerimientos establecidos dentro de la norma NTE INEN 2482 “Biodiesel Requisitos” que rige el territorio nacional, estos requerimientos se resumen en la tabla 3 y se comparan con requisitos exigidos a nivel mundial en la tabla 4.

Tabla 3. Requerimientos del Biodiesel – RTE INEN 2482 (Ecuatoriana, 2013)

Requisitos	Unidad	Mínimo	Máximo	Métodos de ensayo
Densidad a 15°C	kg/m ³	860	900	ASTM D 1298
Punto de inflamación	°C	120	---	ASTM D 93
φ Agua y sedimento	%	---	0,05	ASTM D2709
Contenido de agua	mg/kg	---	500	ASTM D 95
Viscosidad cinemática a 40°C	mm ² /s	3,5	5	ASTM D 445
Cenizas sulfatadas	% (m/m)	---	0,02	ASTM D 874
Contenido de azufre	mg/kg	---	10	ASTM D 5453
W Carbón residual 1	%	---	0,05	ASTM D 4530
Corrosión lámina de cobre	Clasificación	---	3	ASTM D 130
Número de cetano	-	49	---	ASTM D 613
Temperatura de	°C	---	360	ASTM D 1160

destilación al 90% recuperado				
W Glicerina libre	%	---	0,02	ASTM D 6584
W Glicerina total	%	---	0,25	ASTM D 6584
W Contenido de ésteres ²	%	96,5	---	EN 14103
Índice de yodo	g yodo/100 g	---	120	EN 14111
W Contenido de metanol/etanol	%	---	0,2	EN 14110
Contenido de fósforo	mg/kg	---	10	ASTM D 4951
Contenido de metales alcalinos (Na+K)	mg/kg	---	5	EN 14538
Contenido de metales alcalinos (Ca+Mg)	mg/kg	---	5	EN 14538
Número de acidez	mgKOH/g	---	0,5	ASTM D 664
Estabilidad a la oxidación	HORAS	6		EN 15751
Contaminación total	mg/kg		REPORTAR	EN 12662
Contenido de mono glicéridos	%(m/m)		0,4	ASTM D 6584
Contenido de diglicéridos	%(m/m)		0,1	ASTM D 6584
Contenido de triglicéridos	%(m/m)		0,1	ASTM D 6584
Contenido de éster metílico de ácido linolénico	% en masa		12	EN 14103
Punto de nube	°C		REPORTAR	ASTM D 2500
Punto de fluidez	°C		REPORTAR	ASTM D 97
Temperatura de obturación del filtro frío (CFPP).	°C		REPORTAR	ASTM D 6371
NOTA 1. Debe ser determinado en 100% de la muestra.				
NOTA 2. Incluye los ésteres grasos de cadena media y cadena larga.				

Tabla 4. Propiedades fisicoquímicas de biodiesel en diferentes países (M. Campus y F. Marcos).

Parámetros	Alemania (DIN)	Austria (ON)	Unidos (ASTM)	Francia (oficial)	Italia (UNI)	República Checa (CSN)	Ecuador (INEN)
Densidad (15°C) [g/cm ³]	0.875-0.89	0.85-0.89	-	0.87-0.89	0.86-0.90	0.87-0.89	0.86-0.9
Viscosidad a 40 [mm ² /s]	3.5-5.0	3.5-5.0	1.9-6.0	3.5-5.0	3.5-5.0	3.5-5.0	3.5-5.0
Punto de ignición [°C]	110	100	130	100	100	100	120
Número de cetano	≥49	≥49	≥47	≥49	-	≥48	≥49
Número de Neutralización [mg KOH/g]	≤0.5	≤0.8	≤0.8	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5

Se conoce que el uso de Biodiesel con valores fuera de los parámetros de aceptación indicados en la tabla anterior debido a su reacción incompleta o la presencia de contaminantes dentro de él puede generar graves daños y problemas en los motores, por lo cual para proteger al consumidor se han adoptado normas de control de calidad, basadas en características fisicoquímicas de Biodiesel puro. (Issariyakul & Dalai, 2014).

Hay varios parámetros que definen la calidad del biodiesel y los mismos deben ser comparados con valores ya establecidos por organismos de normalización

internacionales como la ASTM en EEUU o su equivalente el CEN en Europa, si bien cada prueba de la norma resalta la importancia del biodiesel en un campo específico, se realizaron las pruebas que se consideran de mayor importancia. En este aspecto se inició con la búsqueda de ésteres metílicos presentes para caracterizar la muestra a través de una cromatografía de capa fina (TLC) al compararla con un factor de retención resultante (Rf) previamente establecido y posteriormente avanzar a pruebas fisicoquímicas específicas.

Considerando el contexto social, económico y político de nuestro país actualmente, la sustentabilidad de un proyecto que busca mejorar la calidad de vida a largo plazo, al reducir emisiones y buscar un mundo más verde, es considerado una prioridad de objetivo es por eso que desde el año 2013 se busca incrementar la producción de biodiesel con extensiones de cultivo de caña, así como regulaciones que cambian la composición de los combustibles a usar dentro del país; para esto el gobierno maneja un plan de producción de gasolina Ecopaís. (ProEcuador, 2013)

Es importante considerar este aspecto pues este proyecto busca generar un entorno de negocios con capacidad de expansión, incentivar la inversión a través de medidas de apoyo en el régimen tributario, expandir la economía y el comercio exterior, ayudar al medio ambiente aprovechando sus condiciones geográficas y climáticas, así como reciclar desechos y utilizarlos para producir un combustible amigable con el medio ambiente. (ProEcuador, 2013)

Teniendo en cuenta entonces las ventajas de los biocombustibles frente a los problemas de contaminación, así como también el desarrollo que presentarán los mismos si se realiza una producción eficiente y en cumplimiento a las normas; se realizan pruebas de caracterización fisicoquímicas del Biodiesel a nivel de laboratorio para comprobar que la producción del biocombustible dentro de la Universidad San

Francisco de Quito cumple con los estándares establecidos y por lo tanto sus muestras se pueden usar en vehículos con motor a diésel.

Existe actualmente en el Ecuador producción de Biodiesel sobre todo desarrollado por empresas privadas como La Fabril, sin embargo, su producción no abastece las necesidades del país, apenas cumple un 30% del total que se necesita. (ProEcuador, 2013). Es por esto que actualmente existen programas que incentivan este desarrollo de biocombustibles; se debe considerar que los grandes productores cumplen con los estándares de calidad y requerimientos de la ley ecuatoriana, sin embargo, los pequeños productores o proyectos piloto de producción no han tomado en cuenta la caracterización como una prioridad en sus estudios o producción. Si bien existen estudios sobre las emisiones y reducción de la contaminación al usar biodiesel, una identificación de los parámetros más críticos requeridos para cumplir con los requerimientos del Biodiesel a ser comercializado y usado en el país no se ha realizado hasta el momento.

Finalmente, considerando la importancia de la caracterización del Biodiesel a través de la repetición de pruebas y análisis estadístico se determinarán las propiedades con muestras representativas de la fabricación de biodiesel y se definirá si este tipo de materia prima y el biodiesel resultante son o no la mejor opción a ser utilizada como combustible de vehículos, considerando su caracterización fisicoquímica en base al aceite vegetal reciclado usado para su producción.

2. METODOLOGÍA

2.1 Materiales y Materia Prima

La materia prima que se utiliza para la producción de biodiesel es aceite de origen vegetal usado en las cocinas de la Universidad San Francisco de Quito cuyos componentes originales son oleínas de palma y aceite puro de soya, entrando en la categoría de reutilizado, se debe considerar que las propiedades fisicoquímicas de varios tipos de materia prima dependen de sus componentes y varían como se muestran en la tabla a continuación.

Tabla 5. Propiedades fisicoquímicas de distintos tipos de materia prima (Leung)

Materia Prima	Viscosidad a 40 [mm ² /s]	Densidad [g/cm ³]	Número de Saponificación	Número de Cetano	HHV [MJ/kg]	Temperatura de reacción [°C]	Tiempo de Transesterificación [min]	% de Rendimiento
Soya	4.08	0.885	201	52	40	65	90	>95%
Palma	4.42	0.86-0.9	207	62	34	Ambiente	584	89.2
Maíz	3.39	0.88-0.89	202	58-59	45	80	60	97.9
Reutilizado	4	-	-	-	-	60	20	94.6

Se debe considerar que los valores indicados para aceite reutilizado pueden variar pues su materia prima y procedencia afectarán directamente los valores, en el caso específico del aceite usado para la producción los valores obtenidos para humedad e índice de saponificación fueron los que se muestran en la tabla a continuación.

Tabla 6. Humedad e índice de saponificación del aceite reciclado

Ensayos Fisicoquímicos	Método	Unidad	Resultado
Humedad	INEN 39	%	0.03
Índice de Saponificación	INEN 40	Mg/g	190.51

Para la producción de Biodiesel existen varios procesos como el uso directo y mezcla, micro-emulsiones, pirolisis y transesterificación; en este caso para la producción se escogió el proceso de transesterificación considerando que permite obtener un alto número de cetano y alta eficiencia de combustión. (Leung et al., 2010).

De manera general el proceso de transesterificación consiste en una reacción a través de la cual un aceite o grasa se mezcla con alcohol y un catalizador, para formar ésteres y glicerol (Leung et al., 2010). Se considera también que el biodiesel producido se debe a la conversión de aceites triglicéridos en ésteres metílicos si se utiliza metanol (CH₃OH) como la opción de alcohol o ésteres etílicos si se utiliza etanol (López,

Bocanegra & Malagón-Romero, 2015). Basados en esto para el proceso productivo se escogió la alternativa de usar metanol (CH_3OH) y como catalizador uno de tipo homogéneo específicamente hidróxido de sodio (NaOH) gracias a su bajo costo y alta actividad catalítica a bajas temperaturas y presión atmosférica, a pesar de que el mismo tiende a producir cierta cantidad de agua; sin embargo este efecto contraproducente puede ser revertido y el proceso general es el más adecuado considerando su bajo costo y desenvolvimiento del proceso de transesterificación (Ahn, Mittelbach & Marr, 1995).

2.2 Proceso de producción

El proceso de producción de Biodiesel en la Universidad San Francisco de Quito se realizó a pequeña escala y dentro de un laboratorio para poder controlar de mejor manera los distintos factores que pudieran afectar la producción una vez definidos previamente todos los materiales a utilizar, para ello se siguió el proceso que se observa en la Figura 1 y se describe posteriormente, basado en el proceso de producción en una planta desarrollada anteriormente en un trabajo de titulación por Julio Paredes y Martin Vidal.

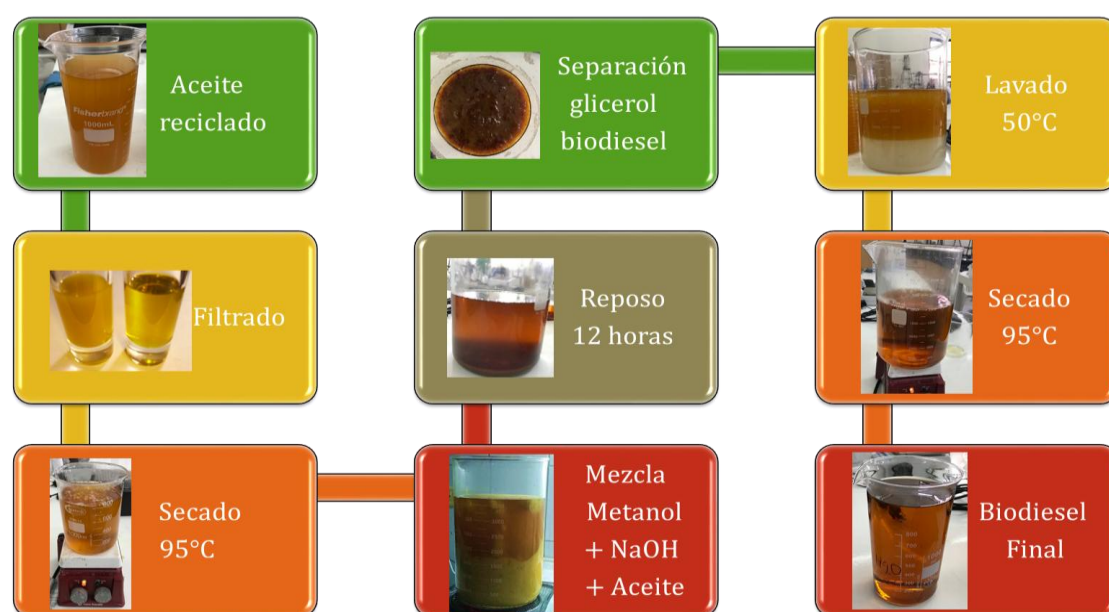


Figura 1. Proceso de producción Biodiesel

El proceso de fabricación de manera general consta de las siguientes etapas: purificación, precalentado y deshidratación de aceite, titulación química paso intermedio para determinar la cantidad de catalizadores y componentes químicos a usar en la producción del biodiesel, preparación del compuesto químico (metanol (CH_3OH) e hidróxido de sodio (NaOH)), calentado y mezcla, lavado y deshidratación del Biodiesel, como se muestra en la figura 1.

Todo inicia con el proceso de purificación del aceite debido a los contaminantes que este posee originalmente, este proceso denominado también filtrado se realiza con una tela de algodón y una malla que retiene sólidos y grasa, el aceite debe pasar por esta etapa entre 2 y 3 veces con la finalidad de retener la mayor cantidad de residuos sólidos y grasa de la materia prima. Posteriormente se eleva la temperatura del recipiente que contiene el aceite purificado y precalentado, hasta evaporar el agua; este secado se realiza a una temperatura mínima de $95\text{ }^\circ\text{C}$, durante aproximadamente 2 horas donde se debe verificar que visualmente ya no existan gotas de agua en la parte inferior del recipiente, indicando así la evaporación completa del agua. Una vez concluido este proceso se realiza la titulación química a temperatura ambiente como parte del proceso previo a la transesterificación, para ello se usa una solución de hidróxido de sodio (NaOH) y agua destilada, una muestra del aceite secado y filtrado y catalizadores que a través de la agitación permite que reaccionen los compuestos; este proceso es necesario para indicar que porcentaje y cantidad de compuesto químico será necesario en el proceso de transesterificación de toda la producción. De manera paralela mientras el aceite secado desciende a una temperatura entre 40 y $60\text{ }^\circ\text{C}$, se calientan y se mezclan los compuestos químicos hidróxido de sodio (NaOH) y metanol (CH_3OH) para una reacción más completa y se inicia con el proceso de transesterificación una vez que se

una al aceite, en esta etapa es importante controlar la temperatura de la mezcla y garantizar una mezcla homogénea a través de agitación continua.

Finalmente, luego de aproximadamente dos horas de agitación, se deja que repose y se obtendrán dos productos alrededor de 12 horas después: ésteres (biodiesel) y glicerol (Leung et al., 2010), de estos dos productos se separa al biodiesel y con el fin de remover los catalizadores se lo lava con agua destilada a 50°C entre 2 y 3 veces para retirar impurezas; para mejorar su apariencia turbida que implica presencia de agua se eleva la temperatura del biodiesel para el secado a 95°C durante tres a cuatro horas para deshidratar el producto obtenido. Para mayor detalle dirigirse al documento original (Paredes y Vidal, 2017) donde se detalla su proceso de fabricación y funcionamiento.

2.3 Caracterización

Para el trabajo de caracterización del biodiesel producido se realizaron 14 pruebas de laboratorio, se inició con una cromatografía de capa fina para determinar la presencia de biodiesel, posteriormente se procedió a determinar capacidad calorífica, densidad relativa, punto de inflamación, contenido de agua por centrifugación, viscosidad cinemática, contenido de azufre, corrosión a la lámina de cobre, porcentaje de sedimentos y agua, porcentaje de cenizas, temperatura de destilación, índice de cetano, punto de nube y punto de escurrimiento de las muestras obtenidas de la producción. Las pruebas fueron escogidas en base a la importancia y posibles repercusiones del campo específico al que estaba determinado la prueba.

2.3.1 Cromatografía de capa fina (TLC) y valores de R_f

Es la primera prueba a realizarse pues indica la presencia de los componentes del biodiesel en una muestra al compararla con otra muestra que comparta propiedades y compuestos bajo condiciones cromatográficas determinadas, para esta prueba se

utilizan placas de sílice como fase estacionaria, donde se marcan líneas de referencia a 0,5 cm de la base y una línea de tope o frente para el disolvente en la parte superior a 4,5 cm desde la base de la placa. Las muestras de biodiesel son colocadas en la línea de referencia usando un tubo capilar y posteriormente son colocadas en el vaso con la mezcla de precipitados que contiene la fase móvil con una composición de solventes de la siguiente manera 8 ml de éter de petróleo, 0.1 ml de ácido acético y 1.9 ml de éter etílico. Una vez que han tenido contacto las 2 fases y la fase móvil alcanzó la línea de la parte superior de la placa, se revela la placa en una cámara de yodo.

Al extraer la placa de la cámara de yodo se calculan y comparan los valores de R_f al dividir la distancia recorrida del componente vs la distancia recorrida por el solvente, esos valores serán los utilizados para las comparaciones.

$$R_f = \frac{\text{distancia recorrida por el componente}}{\text{distancia recorrida por el solvente}}$$

2.3.2 Densidad a 15 grados centígrados

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en la ASTM D1298 Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer su unidad de medida serán kg/m^3 , con un rango de aceptación entre 860-900. Este método de prueba cubre la determinación en pruebas de laboratorio usando un hidrómetro de vidrio, de densidad relativa (gravedad específica) o gravedad API de petróleo crudo, productos derivados del petróleo o mezclas de productos petroleros y no petrolíferos normalmente manejados como líquidos, y teniendo una presión de vapor Reid de 101.325 kPa (14.696 psi) o menos. Los valores se miden en un hidrómetro a la temperatura de referencia o a otra temperatura conveniente, y las lecturas se corrigen a la temperatura de referencia por medio de las tablas de medición de petróleo; los valores obtenidos a una temperatura

distinta a la temperatura de referencia son las lecturas del hidrómetro y las mediciones que no corresponden a la densidad.

Su método de ensayo consiste en llevar la muestra a una temperatura específica y una porción de la muestra transferirla a un cilindro de hidrómetro que se ha llevado a aproximadamente la misma temperatura. El hidrómetro apropiado, que también se encuentra a una temperatura similar, contiene la muestra la misma que se deja bajar de temperatura. Después de alcanzar el equilibrio de temperatura, se lee la escala del hidrómetro y se toma la temperatura de la porción de prueba. La lectura del hidrómetro observado se reduce a la temperatura de referencia por medio de las tablas de medición de petróleo. Si es necesario, el cilindro del hidrómetro y su contenido se colocan en un baño de temperatura constante para evitar una variación excesiva de temperatura durante la prueba.

2.3.3 Punto de inflamación

El método de ensayo preestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D93 Standard Test Methods for Flash- Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester , su unidad de medida serán grados centígrados, con un mínimo de 120 °C. Debido a condiciones de pruebas en esta ocasión se evaluó el punto de inflamación bajo la norma ASTM D92 Standard Test Methods for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester bajo los mismos parámetros de aceptación que la norma originalmente requerida. Se aplica esta norma considerando que el alcance de la misma incluye la determinación del punto de inflamación para todos los productos con un punto de inflamación por sobre los 79 °C y por debajo de los 400 °C.

El método de ensayo consiste en aproximadamente 70 ml de la muestra colocarlos en la copa de prueba. La temperatura de la muestra aumenta rápidamente al principio y luego a una velocidad constante más lenta mientras el punto de inflamación se acerca;

durante este tiempo a intervalos específicos, se pasa una llama de prueba a través de la taza. El punto de inflamación es la temperatura más baja del líquido a la cual la aplicación de la llama de prueba causa que los vapores de la muestra de prueba se enciendan. Para determinar el punto de fuego la prueba continúa hasta la aplicación de la llama de prueba hace que el espécimen de prueba se encienda y mantenga la combustión durante un mínimo de 5 segundos.

2.3.4 Agua y Sedimento

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D1796 Water and Sediment in Middle Distillate Fuels by Centrifuge, su unidad de medida será en porcentaje, con un máximo de 0,05%. Este método de prueba cubre los ensayos de laboratorio para determinación de agua y sedimentos en los combustibles utilizando el método de centrífuga en el rango de 0 a 30% de volumen.

De acuerdo al estándar mencionado se obtiene este porcentaje luego de realizar un ensayo que consiste en usar volúmenes iguales de tolueno saturado en agua y biodiesel, colocarlos en tubos centrífugos con forma de cono, centrifugarlos y comparar el volumen de agua con mayor gravedad, así como también leer la capa de sedimento en la parte inferior del tubo. La norma menciona que el contenido de agua y sedimentos de los combustibles es significativo porque puede causar corrosión de los equipos y problemas en el tratamiento, por lo tanto, el contenido de agua y sedimentos debe ser conocido y medido con precisión los volúmenes netos dentro del combustible.

2.3.5 Contenido de agua

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D95 Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation , su unidad de medida serán mg/kg, con un máximo de 500. De acuerdo al estándar mencionado se obtiene el porcentaje de agua dentro de la muestra de biodiesel usando destilación, su

procedimiento consiste en calentar el material a ensayar a reflujo con un disolvente en agua que co-destila con el agua en la muestra, de tal manera que el disolvente condensado y el agua se separan continuamente, hasta que el agua se asienta en una sección graduada.

Para esto se deben verter 50 ml de la muestra y 50 ml de tolueno en un balón de destilación, colocar el balón en una fuente de calor e iniciar el calentamiento hasta la ebullición, observando que el agua incremente en la trampa de agua previamente colocada; cuando se encuentre en un valor constante, medir la cantidad de agua y calcular el porcentaje de agua.

2.3.6 Viscosidad cinemática a 40 grados centígrados

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D445 Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids, the Calculation of Dynamic Viscosity, su unidad de medida serán mm^2/s , con un rango de aceptación 3,5 - 5. Este método de prueba especifica un procedimiento para la determinación de la viscosidad cinemática, del petróleo líquido y sus productos, tanto transparentes como opacos, midiendo el tiempo para que un volumen de líquido fluya bajo la influencia de la gravedad a través de un viscosímetro capilar de vidrio calibrado. La viscosidad dinámica, se puede obtener multiplicando la viscosidad cinemática por la densidad del líquido. El rango de viscosidades cinemáticas cubiertas por esta prueba bajo este método es de 0.2 a 300 000 mm^2/s bajo todas las temperaturas.

De acuerdo al estándar mencionado se obtiene la viscosidad cinemática al medir el tiempo que toma para un volumen fijo de líquido que pasa por efecto de la gravedad a través de un capilar calibrado de viscosímetro de conducción reproducible, controlada y conocida, de tal manera que la viscosidad será producto del tiempo del flujo medido y la calibración del viscosímetro.

2.3.7 Cenizas sulfatadas

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D874 Standard Test Method for Sulfated Ash from Lubricating Oils and Additives , su unidad de medida será un porcentaje (m/m), con un máximo de 0,02. En esta ocasión por condiciones de pruebas se realizó el análisis bajo la norma ASTM D482 Standard Test Method for Ash from Petroleum Products considerando que dentro del alcance de la norma cubrir la determinación de cenizas en el rango 0.001-0.180% en masa, de combustibles destilados y residuales, gas, combustibles de turbina, crudos, lubricantes, ceras y otros derivados del petróleo, en los que se encuentran materiales formadores de cenizas que normalmente se consideran impurezas o contaminantes indeseables.

El método de ensayo consiste en tener la muestra contenida en un recipiente adecuado, encenderlo y dejar que se queme hasta que existan únicamente cenizas y carbón; el residuo carbonoso se lo reduce también a ceniza al calentarlo en un horno de mufla a 775 ° C, posteriormente se deja enfriar y se pesa la cantidad total. El conocer la cantidad de material de formación de ceniza presente en la muestra proporciona información sobre si el producto es adecuado para su uso en una aplicación determinada. Las cenizas pueden ser el resultado de compuestos metálicos solubles en agua o aceite o de materiales extraños sólidos como suciedad y óxido.

2.3.8 Contenido de azufre

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D5453 Standard Test Method for Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition, Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence, su unidad de medida será mg/kg con un máximo de 10. De acuerdo al estándar mencionado se obtiene obtenido el contenido de azufre en hidrocarburos líquidos con un intervalo de ebullición en un rango de 25-400 ° C y con viscosidades entre 0,2 y 20

mm^2/s a temperatura ambiente. Por condiciones operativas se realiza esta prueba bajo la norma ASTM D 4294 Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy- Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry. Este método de prueba cubre la medición de azufre en hidrocarburos, como diesel, nafta, querosina, residuos, aceites base lubricantes, aceites hidráulicos, combustibles de aviación, petróleo crudo, gasolina (todo sin plomo) y otros destilados (diésel y biodiesel). Además, el azufre en otros productos, como M-85 y M-100, puede analizarse utilizando esta técnica. El rango de concentración aplicable es de 0.0150 a 5.00 azufre en masa. Las unidades de concentración son azufre en masa.

El método consiste en colocar la muestra en el haz emitido por una fuente de rayos X. La radiación de la característica excitada resultante X se mide y el recuento acumulado se compara con los recuentos de las muestras de calibración preparadas previamente para obtener la concentración de azufre en masa. Se requieren dos grupos de muestras de calibración, rango de concentración 0.015 a 5 azufre en masa % y 0.015 a 0.1% y 0.1 a 5.0%.

2.3.9 Punto de nube

El método de ensayo preestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D2500 Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products, su unidad de medida será ° C y se debe reportar su valor. Este método de prueba abarca solo productos derivados del petróleo y combustibles de tipo biodiesel que son transparentes en capas de 40 mm de espesor, y con un punto de enturbiamiento debajo de 49 ° C.

De acuerdo al estándar mencionado la prueba se realizar al enfriar la muestra a una velocidad especificada y examinar periódicamente la temperatura a la cual se observa una nube por primera vez en la parte inferior de la jarra de prueba, esta temperatura se registra como el punto de nube. Para productos derivados del petróleo y

combustibles biodiesel, el punto de nube de un producto derivado del petróleo es un índice de la temperatura más baja de su utilidad para ciertas aplicaciones.

2.3.10 Corrosión lámina de cobre

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D130 Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test, con un máximo de 3. Este método de prueba cubre la determinación de la corrosividad al cobre de la gasolina de aviación, combustible de turbina de aviación, gasolina automotriz, limpiadores (Stoddard) disolvente, queroseno, diesel, destilado, aceite lubricante y natural gasolina u otros hidrocarburos que tienen una presión de vapor no mayor de 124 kPa (18 psi) a 37.8 ° C.

De acuerdo al estándar mencionado se obtiene la corrosión de la lámina de cobre usando una tira de prueba del mismo material; su procedimiento consiste en una tira de cobre sumergirla en un volumen específico de la muestra, calentarla en condiciones específicas tanto de tiempo como temperatura, finalmente se lava y se evalúa el nivel de color y empañamiento o deslustre contra el Estándar de Corrosión de Tiras de Cobre ASTM.

2.3.11 Número de cetano

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D613 Standard Test Method for Cetane Number of Diesel Fuel Oil con un mínimo de 49. Sin embargo de acuerdo a la legislación ecuatoriana se determina que el cálculo del número cetano, debe realizarse bajo la Norma INEN 1495. En esta norma se lo analiza dentro de un rango de 30 a 65, tomando en cuenta que es necesario que sus valores superan a un valor de 40. Es necesario recalcar que mientras mayor sea el número cetano, la inversión para mejorar la calidad es mayor. (Paredes y Vidal, 2017).

El número de cetano guarda relación con el tiempo que transcurre entre la inyección del carburante y el comienzo de su combustión. Una combustión de calidad ocurre cuando se produce una ignición rápida seguida de un quemado total y uniforme del carburante; cuanto más elevado es el número de cetano, menor es el retraso de la ignición y mejor es la calidad de combustión.

Este método consiste en determinar el índice usando la siguiente fórmula y compararlo con el gráfico de la figura 4, obtenido de la norma NTE INEN 1495.

$$ICc = 420,34 + 0,016 d^2 \log M + 65,01 (\log M)^2 - 0,000 1809 M^2$$

$$ICc = 454,74 - 1 641,416 D + 774,74 D^2 - 0,554 B + 97,803 (\log B)$$

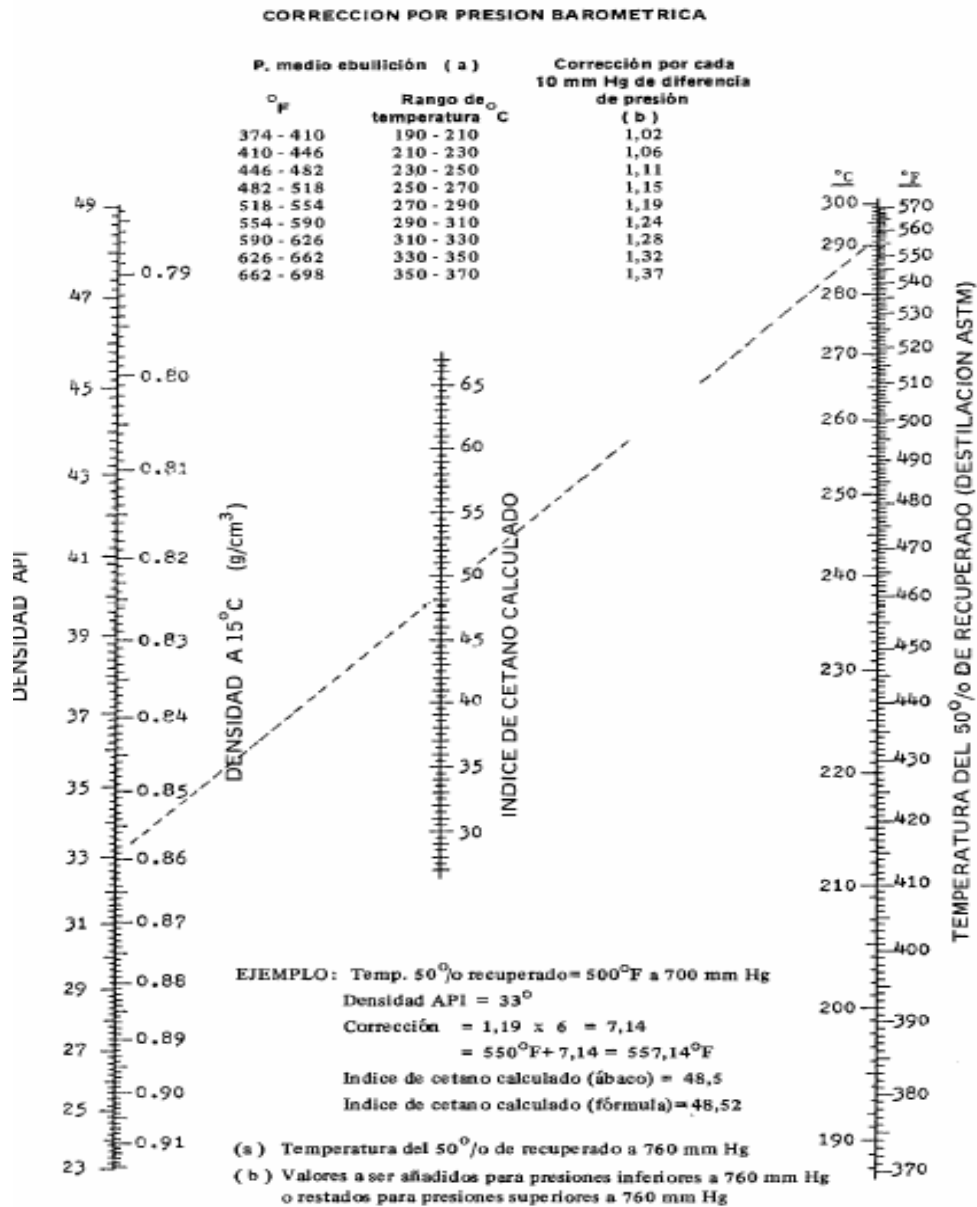


Figura 2. Abaco para índice de cetano calculado

2.3.12 Temperatura de destilación al 90% recuperado

El método de ensayo preestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D116 0 Standard Test Method for Cetane Number of Diesel Fuel Oil, su unidad de medida serán grados centígrados, con un máximo de 360. Por condiciones de trabajo y factibilidad de ensayo se realizó esta prueba bajo la norma ASTM D86 Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure considerando que el alcance

de la norma cubre la destilación atmosférica de productos petrolíferos que utilizan una unidad de destilación discontinua de laboratorio para determinar cuantitativamente las características del intervalo de ebullición de productos tales como gasolinas naturales, destilados ligeros y medios, combustibles para motores de encendido por chispa automotrices, gasolinas de aviación, combustibles de turbina de aviación, 1-D y 2-D regular y bajo en azufre combustibles diésel, alcoholes especiales de petróleo, naftas, aguardientes blancos, kerosines, y quemadores de Grados 1 y 2. El método de prueba está diseñado para el análisis de combustibles destilados y no es aplicable a productos que contienen apreciable cantidades de material residual.

El ensayo consiste en según su composición, presión de vapor, IBP esperado o EP esperado, o combinación de los mismos, colocar la muestra en un grupo específico el mismo que determinará la disposición del aparato, temperatura del condensador, y otras variables operacionales. Una vez definido esto una muestra de 100 ml de la muestra se destila bajo condiciones prescritas para el grupo en el que cae la muestra. La destilación se realiza en una destilación por lotes de laboratorio a presión ambiente en condiciones diseñadas para proporcionar aproximadamente un fraccionamiento teórico de placas. Observaciones sistemáticas y de lecturas de temperatura y volúmenes condensados se hacen, dependiendo de las necesidades del usuario de los datos. El volumen del residuo y las pérdidas también son grabados. Al finalizar la destilación, el vapor observado y las temperaturas se pueden corregir para la presión barométrica y los datos se examinan de acuerdo con los requisitos de procedimiento, como las tasas de destilación. La prueba se repite si alguna condición especificada no se ha cumplido. Los resultados de la prueba se expresan comúnmente como porcentaje evaporado o porcentaje recuperado frente a la temperatura correspondiente, ya sea en una tabla o gráficamente, como un diagrama de la destilación curva.

2.3.13 Punto de escurrimiento o fluidez

El método de ensayo prestablecido bajo esta norma se basa en ASTM D97 Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products, su unidad de medida será ° C y se debe reportar su valor. Este método de prueba y está destinado para uso en cualquier producto de petróleo. De acuerdo al estándar el procedimiento consiste en después del calentamiento preliminar, enfriar la muestra a una velocidad específica y examinarla en intervalos de 3 ° C para obtener un flujo de características. La temperatura más baja en el cual el movimiento de la muestra se observa se lo registra como el punto de vertido. Este punto es un índice de la temperatura más baja de la muestra petróleo bajo el cual será útil para ciertas aplicaciones.

2.3.14 Capacidad Calorífica

La capacidad calorífica si bien no se encuentra prestablecido como requisito dentro de la norma permite determinar la capacidad de un material de absorber calor en su entorno e indica la cantidad de energía necesaria para aumentar la temperatura del material en una unidad, se expresa en J/K.

2.3.15 Capacidad Energética

La capacidad energética si bien no se encuentra prestablecido como requisito dentro de la norma permite determinar la cantidad total de energía que dispone el biocombustible, si bien de manera general posee una menor capacidad energética alrededor del 10% menos que el diésel, pero lo mismo que se compensa con un mayor índice de cetano de tal manera que se realiza una combustión más completa con menor compresión.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

El biodiesel obtenido fue caracterizado con las pruebas indicadas en la metodología con el fin de determinar si cumple con las propiedades requeridas tras un análisis del producto final y sus resultados frente a los valores determinados en la normativa local.

3.1 Pruebas Organolépticas

Las pruebas organolépticas del Biodiesel obtenido bajo este esquema de producción bajo condiciones originales se presentan en la tabla 7 a continuación.

Tabla 7. Propiedades Organolépticas Biodiesel producido con transesterificación

Propiedad	Valor
PH	7
Capacidad Calorífica	6995 J/K
Capacidad Energética	40.05 MJ/kg

Las pruebas realizadas a las muestras en su producción piloto con los resultados que se muestran en la tabla 7 no son suficientes para caracterizar totalmente a las muestras de Biodiesel pero demuestran que el proceso se ha realizado correctamente ya que el pH tanto del Biodiesel como del agua son de 7 que era el valor esperado.

La eficiencia del proceso de transesterificación se analizó de forma inicial a través de varias pruebas de cromatografía de capa fina usando una placa de sílica sumergida en éter de petróleo, éter metílico y ácido acético y posteriormente revelada en una cámara de yodo, donde se muestran las marcas referenciales del Biodiesel en alturas similares frente a un eje de referencia en comparación con otras producciones de biodiesel de distintos orígenes por lo cual se puede asegurar que se ha obtenido biocombustible. Luego de haber obtenido todos los resultados de las cromatografías del biodiesel producido se confirmó que el proceso de transesterificación produjo ésteres metílicos y su factor de retención promedio en este estudio (R_f) era de 0.835, el mismo

que corresponde de forma similar al valor que de acuerdo a Geris (2007) se obtiene con biodiesel; esto coincide con el estudio de Fontana et al. (2009) donde también se indica que el valor de Rf para una mezcla de ésteres metílicos en biodiesel de soja es 0.83. Los valores de retención (Rf) que se calcularon en varias ocasiones para la muestra se presentan en la Tabla 8.

Tabla 8. Valores de retención de distintas muestras de biodiesel

Biodiesel	Rf
Muestra 1	0.82
Muestra 2	0.87
Muestra 3	0.81
Muestra 4	0.85
Muestra 5	0.83
Valor Promedio	0.836

Como parte de las pruebas organolépticas se realizó una prueba en una bomba calorimétrica para demostrar la capacidad calorífica del producto. El ensayo se realiza utilizando un calorímetro IKA-C200, a partir de la cual se obtiene un valor de 6995 J/K. De acuerdo a la densidad del Biodiesel (885 g/L), se obtiene el valor teórico de 40.57 [MJ/kg] (Demirbas, 2009), el valor experimental final de capacidad energética es de 40.05 [MJ/kg] (ASTM D240), que define un valor adecuado dentro de un rango de 33.3 a 45 [MJ/kg] Paredes y Vidal (2017).

3.2 Pruebas Fisicoquímicas

Los resultados obtenidos para las características fisicoquímicas del biodiesel producido se resumen en la tabla 9 a continuación y posteriormente serán analizados de forma particular.

Tabla 9. Resultados pruebas fisicoquímicas del Biodiesel producido

REQUISITOS	Unidad	Mínimo	Máximo	Valor Obtenido
Densidad a 15°C	kg/m ³	860	900	885
Punto de inflamación	°C	120	---	190
φ Agua y sedimento	%	---	0.05	<0.05
Contenido de agua	mg/kg	---	500	230
Viscosidad cinemática a 40°C	mm ² /s	3.5	5	5.896
Temperatura de destilación al 90% recuperado	°C	---	360	355.9
Cenizas sulfatadas	% (m/m)	---	0.02	0.0104
Contenido de azufre	mg/kg	---	10	5.33 ppm
Corrosión lámina de cobre	Clasificación	---	3	1A
Número de cetano	-	49	---	45
Punto de nube	°C	REPORTAR		5
Punto de fluidez	°C	REPORTAR		-3

3.2.1 Densidad a 15° C

Una de las pruebas que muestran las características físicas del biodiesel, es la densidad, una propiedad fácil de medir y que es requerida en la mayoría de las pruebas subsiguientes; si bien esta propiedad no es un indicador específico si no se hace relación con otras propiedades, este valor es un indicador importante de calidad en la industria automotriz, marina y de aviación pues afecta su almacenamiento, manejo y combustión. Específicamente en este último punto puede ocasionar retrasos de inyección, ocasionando deterioros en el rendimiento del motor.

De las pruebas realizadas bajo el método ASTM D1298 determinado como densidad relativa a 15.6 ° C el valor obtenido fue de 0.885 g/cm^3 , este valor transformado a kg/m^3 como se indica en la norma INEN NTE 2482 nos da un valor de 885 kg/m^3 , es decir un valor dentro del rango aceptado, que es comparable con las medidas hechas por Barnwall (2005), de 883 kg/m^3 , asegurando así que esta propiedad no presentará ningún problema.

3.2.2 Viscosidad cinemática a 40° C

Otra prueba física de caracterización del biodiesel, es el valor de viscosidad cinemática; esta prueba es muy importante pues dependiendo del valor podría afectar el funcionamiento de la bomba y el sistema de inyección, ejerce además una gran influencia sobre la forma de pulverización. Si el valor es más alto del recomendado existe una atomización pobre que recae en una combustión pobre con pérdida de potencia y economía; de igual manera si el valor es más bajo del recomendado la pulverización es demasiado suave, no existe penetración y recae en problemas de combustión que disminuyen la potencia y la economía.

De las pruebas realizadas bajo el método ASTM D445 determinado como viscosidad cinemática a 40 ° C el valor obtenido fue 5.896 mm^2/s , si bien el rango aceptado dentro de la norma era de 3.5-5.0 mm^2/s ; este valor se encuentra por fuera con un 17% de excedente, lo cual conduce al requerimiento de un sistema de inyección relativamente más potente que podrá evitar consecuencias en la combustión, debido a la variación del flujo de combustible no es un valor que presente grandes riesgos o problemas asegurados en el futuro y puede deberse a errores humanos en la toma de tiempos del líquido al fluir de un punto a otro, así como también la temperatura no controlada al realizar la prueba que puede afectar los resultados.

Al enfocarnos en pruebas que definen la calidad del biodiesel analizaremos: punto de inflamación, punto de fluidez y punto de nube; para la pureza: contenido de agua, cenizas sulfatadas, corrosión a la lámina de cobre y porcentaje de agua y sedimento. Finalmente, para el desempeño general del biodiesel como combustible se verificará: temperatura de destilación, número de cetano y contenido de azufre.

3.2.3 Punto de inflamación

Esta prueba es de mucha importancia dentro de la caracterización del biodiesel pues mide la respuesta de la muestra al calor y a la llama bajo condiciones controladas, permitiendo evaluar el riesgo que presenta la sustancia a la inflamabilidad. Este valor se usa en las regulaciones de envío y seguridad para definir materiales combustibles; también permite indicar la posible presencia de materiales volátiles e inflamables. Este punto de inflamación es una medida de tendencia de la muestra a apoyar la combustión.

De las pruebas realizadas bajo el método ASTM D92 determinado como punto de inflamación el valor obtenido fue de 190 °C, este valor se encuentra dentro del rango aceptado, ya que supera los 120 °C que se definen como requisito en la norma ecuatoriana, este valor no difiere con las medidas hechas por Barnwall (2005), de 178 °C para biodiesel de soya y de 183 °C para biodiesel de girasol, asegurando así que esta propiedad no presentará ningún problema. Si bien existe un poco de desviación del valor con los obtenidos en literatura, un valor mayor no indica ningún riesgo y se puede deber a la cantidad de agua en el biodiesel, así como su exposición al medio ambiente.

3.2.4 Punto de fluidez

El análisis de esta propiedad se realiza en base a su importancia ya que nos indica la temperatura más baja hasta la cual se puede enfriar el combustible sin tener problemas. De las pruebas realizadas bajo el método ASTM D97 determinado como punto de escurrimiento el valor obtenido fue de -3 °C, si bien este valor únicamente se

debe reportar tal como se define en la norma ecuatoriana. El valor adaptado a las condiciones de entorno del país y a las condiciones generales de un vehículo es considerablemente bajo lo que indica que podrá desempeñarse correctamente en su trabajo diario y se puede afirmar que el biodiesel no presentará problemas por exposición a temperaturas bajas.

3.2.5 Punto de nube

El estudio de esta propiedad se basa en la posibilidad de que los componentes del biocombustible puedan precipitar a bajas temperaturas, de tal manera que bloqueen las líneas y filtros del sistema de combustible llegando a causar mal funcionamiento del mismo e inclusive paradas del motor; es por ello que esta prueba permite dar una idea de la temperatura a la cual existirían estos problemas de restricción del flujo. Las pruebas fueron realizadas bajo el método ASTM D2500 determinado como punto nube el valor obtenido fue de 5 °C, si bien este valor únicamente se debe reportar tal como se define en la norma ecuatoriana se debe considerar que, en provincias ubicadas a grandes alturas y caracterizadas por temperaturas bastante bajas, este biodiesel podría presentar problemas en el funcionamiento del motor bajo estas condiciones extremas y se deberán buscar alternativas para mejorar el valor que de manera general no se considera malo y es menor que en otros biodiesel producidos.

3.2.6 Contenido de agua

Esta prueba forma parte del grupo que caracteriza la pureza del biodiesel, se la evalúa bajo la consideración de que el agua puede contribuir al bloqueo de filtros e inclusive causar corrosión en ciertos componentes que forman parte del sistema de inyección, así como también separación de fases en mezclas con diésel. Las pruebas fueron realizadas bajo el método ASTM D95 determinado como contenido de agua, medida en mg/kg; el resultado fue 200 mg/kg un valor bastante por debajo del 50% del

límite máximo definido en la norma ecuatoriana. Es bien conocido la característica higroscópica del metanol por lo cual es de suma importancia almacenar y sellar correctamente los envases para evitar que absorban humedad del aire y este valor incremente.

3.2.7 Cenizas sulfatadas

Siguiendo con la caracterización de pureza del biodiesel es preciso determinar la cantidad porcentual de residuos de cenizas tras la calcinación ya que las mismas incidirán en un desgaste prematuro del inyector, la bomba de inyección y podrán formar depósitos. La norma ecuatoriana establece que esta propiedad debe ser analizada bajo el estándar ASTM D874, sin embargo, la prueba fue realizada bajo la norma ASTM D482 cuya aplicación fue verificada, obteniendo a través de ella un resultado de 0.0104% que se encuentra en el rango de aceptación y de hecho hasta en un 50% por debajo del límite máximo; asegurando de esta manera un cumplimiento de este requisito.

3.2.8 Corrosión a la lámina de cobre

El método de ensayo de esta prueba tiene como fin medir el poder anticorrosivo para prever la acción posiblemente corrosiva del combustible sobre aleaciones metálicas presentes dentro del motor. La normativa ecuatoriana requiere que el ensayo se realice bajo los parámetros del estándar ASTM D130 que hace referencia a la corrosión en lámina de cobre estableciendo una clasificación máxima de tipo 3; el ensayo realizado de la muestra mostró que el biodiesel producido entra en la clasificación 1A de tal manera que el grado de corrosión será menor y se mostrará a largo plazo, por lo cual se puede sugerir e incentivar su uso en motores sin riesgos.

3.2.9 Porcentaje de agua y sedimento

La última prueba que entra en la categoría de pureza del biodiesel se evaluó para evitar la obturación de filtros, desgaste y depósitos presentes en el sistema de inyección, así como el motor en general. Se debe considerar que los factores que afectan los valores obtenidos en esta prueba son la contaminación por agua debido al contacto con el aire húmedo en el proceso de almacenamiento o cambios drásticos en la temperatura atmosférica que produzcan condensación de humedad; otro factor clave para la formación de sedimentos se debe a suciedad presente en el proceso productivo, así como mala manipulación y contacto con el aire. Para determinar si estos factores fueron evitados de la mejor manera en el proceso productivo se evaluó esta propiedad bajo la norma ASTM D1796 que es un equivalente aplicable a este caso de la norma D2709 que indica la normativa ecuatoriana, el valor obtenido del ensayo fue $< 0.05\%$ tal como indica el rango de aceptación, demostrando que el proceso de producción fue óptimo y no presentará problemas en su uso futuro.

3.2.10 Temperatura de destilación

Dentro de una nueva categoría que indicará ya el rendimiento y desempeño del biodiesel se debe iniciar por el cálculo de la temperatura de destilación la misma que constituye un pre-requisito para el cálculo del número o índice de cetano. Su importancia radica en el efecto de seguridad y rendimiento, especialmente en combustibles y solventes; el rango de ebullición brinda información sobre la composición, ciertas propiedades generales, así como el comportamiento del combustible durante su almacenamiento y uso. Estas características de destilación son de crítica importancia en el aspecto automotriz, pues tienen relación directa con el arranque, calentamiento o bloqueo de vapor a altas temperaturas afectando el grado de combustión sólida. Esta característica del biodiesel fue evaluada bajo el procedimiento del estándar ASTM D86, similar y aplicable en este proceso al originalmente

recomendado ASTM D1160; el valor obtenido fue de 355.9 por debajo de los 360°C indicado como límite máximo del rango aceptable, asegurando así que no existirán problemas de los antes indicados.

3.2.11 Número de cetano

La característica fundamental del biodiesel se podría indicar que es su número de cetano el mismo que indica la calidad de ignición del combustible ensayado. En este aspecto el número de cetano tendrá efectos en la cantidad de combustible que se usará así como el período de ignición; cabe resaltar que un alto número de cetano tiene una combustión menos ruidosa, permite un arranque y calentamiento más fácil, reduce el humo y el olor de los gases de escape. En este caso el número de cetano calculado fue 45; si bien se encuentra por debajo del requerimiento de la norma y esto podría causar una reacción incompleta durante el proceso de combustión se debe considerar que se puede deber a una reacción inadecuada en el proceso de transesterificación; sin embargo por otra parte el estado ecuatoriano también indica que el cálculo del número de cetano debe realizarse bajo la Norma INEN 1495, donde se lo analiza dentro de un rango de 30 a 65, tomando en cuenta que es necesario que sus valores superan a un valor de 40. En base a ello el biodiesel estaría cumpliendo este requisito.

3.2.12 Contenido de azufre

El contenido de azufre dentro del biodiesel debe ser considerado como una característica primordial pues la misma guardará relación junto al número de cetano con el nivel de emisiones que presentarán los automóviles y los requisitos para uso de la tecnología que reduzca estos niveles de contaminación. Esta prueba además permite determinar las tendencias corrosivas de los productos; de ninguna manera se esperan altos niveles de contenido de azufres pues estos a bajas temperaturas podrán producir

condensación de humedad dentro del motor, así como desgaste de las partes móviles. El valor obtenido bajo el estándar ASTM D4294 fue de 5.33 ppm o 5.33 mg/kg un valor aceptado de acuerdo al estándar que exige < 10 mg/kg, un valor extremadamente bajo frente al diésel normal que puede llegar en nuestro país entre 70 y 200 ppm; de esta manera se puede considerar al biodiesel producido como un combustible más limpio y que no tendrá repercusiones en la vida útil.

4. CONCLUSIONES

El biodiesel a partir de aceite reciclado fue exitosamente producido aplicando una reacción de transesterificación. Obtener biodiesel de aceite reciclado si bien puede resultar un proceso largo al ser producido por lotes pequeños de 3 litros, resulta ser práctico y permite obtener biodiesel en relación 1:1 frente al aceite reciclado. Para el comercio nacional, la norma ecuatoriana posee una larga lista de propiedades a ser analizadas con el fin de determinar el cumplimiento de los requisitos; considerando esto se realizaron pruebas organolépticas y fisicoquímicas a las muestras obtenidas basadas en la importancia de las mismas para su comportamiento futuro, agregando así un estudio que previamente no se había realizado de manera específica. Las caracterizaciones de este biocombustible a través de la determinación de ciertas propiedades fisicoquímicas permitieron conocer la calidad del mismo de acuerdo a los límites estipulados en la norma correspondiente. Se ejecutaron 16 pruebas a las muestras del total de las opciones, varias de ellas específicamente las de punto de inflamación, cenizas sulfatadas, contenido de azufre, temperatura de destilación y número de cetano se evaluaron bajo normas alternativas debido a la imposibilidad de reproducir los experimentos bajo las normas requeridas en los laboratorios de las Universidades de Quito. En base al análisis de cada una de las siguientes propiedades: TLC, PH, Capacidad Calorífica, Capacidad Energética, Densidad a 15°C, Punto de inflamación, ϕ Agua y sedimento, Contenido de agua, Viscosidad cinemática a 40°C, Cenizas sulfatadas, Contenido de azufre, Corrosión lámina de cobre, Número de cetano, Temperatura de destilación al 90% recuperado, Punto de nube y Punto de Fluidez; se pudo determinar que 14 de las 16 propiedades cumplen los rangos de aceptación o sus resultados son valores semejantes a los de la literatura. Es decir las propiedades del

biodiesel de aceite reciclado son similares a las del diésel y biodiesel de otro origen, presentando así buenas posibilidades de uso en motores sin posibles problemas. Se debe considerar que el valor de viscosidad cinemática se encuentra fuera del rango al igual que el número de cetano, basado en todo lo expuesto el uso en mezcla estandarizada B5 o B10 no debería presentar efectos negativos, ni requerir modificaciones en los sistemas. Considerando los valores fuera de rango se concluye que la cantidad de metanol utilizada en la reacción de transesterificación pudo ser menor a la requerida, por lo cual el corregir la cantidad a utilizarse mejorará los valores de número de cetano.

Concluyendo el análisis de las propiedades evaluadas en el biodiesel producido demuestran que el proceso de producción es válido y que su producto puede ser usado en vehículos; si bien existen propiedades que pueden ser mejoradas el estudio demostró que el biodiesel cumple de manera general los estándares tanto nacionales como internacionales, brindando así la oportunidad futura de usarlo como alternativa energética.

Hoy en día es crucial encontrar formas alternativas de energía y la implementación del biodiesel es una opción viable, bastante y segura, esta es la razón por la cual se necesita fomentar la investigación y producción de biodiesel en nuestro país que como es conocido destaca por sus bondades ambientales que permitirán la búsqueda de sostenibilidad y mejora de la calidad de vida.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Barnwall, B. K. & Sharma, M. P. (2005). Prospects of biodiesel production from vegetable oils in India. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 9, 363-378.
- Biofuels Association of Australia (BAA). (2016). Effect of Biodiesel on Emissions. Sitio web. Recuperado desde <http://biofuelsassociation.com.au/biofuels/biodiesel/effect-of-biodiesel-on-emissions/>
- Demirbas A.; Production of biodiesel fuels from linseed oil using methanol and ethanol in non-catalytic SCF conditions, *Biomass and Bioenergy* 33 , 113-119 (2009)
- DORADO, M. BALLESTEROS, E. ALMEIDA, J. Situación Actual y Futuro de la Biomasa. Producción de Biocombustibles líquidos. Biodiesel. CIEMAT, México, 2007. p. 39.
- Ecuatoriana, N. T. (2013). Enmienda (2013-06-14).
- Felizardo, P., Neiva Correia, M. J., Raposo, I., Mendes, J. F., Berkemeier, R., & Bordado, J. M. (2006). Production of biodiesel from waste frying oils. *Waste Management*, 26(5), 487–494. <http://doi.org/10.1016/j.wasman.2005.02.025>
- Fukuda, H., Kondo, A., & Noda, H. (2001). Biodiesel fuel production by transesterification of oils. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 92(5), 405–416. [http://doi.org/10.1016/S1389-1723\(01\)80288-7](http://doi.org/10.1016/S1389-1723(01)80288-7)
- Geris, R., Alessandra, N., Amaral, B. A., Maia, I. D. S., Dourado, V., Roque, J., Ba, S. (2007). Biodiesel de soja- reacción de transesterificación. *Quim. Nova*, 30(5), 1369–1373.
- Hoekman, K., Broch, A., Robbins, C., Ceniceros, E. & Natarajan, M. (2012). Review of biodiesel composition, properties, and specifications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16, 143-169.

- Hamze H., Akia M., Yazdani F. (2015). Optimization of Biodiesel production from the waste cooking oil using response Surface methodology. *Process Safety and Environmental Protection* 94, 1-10.
- Issariyakul, T., & Dalai, A. K. (2014). Biodiesel from vegetable oils. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 446–471.
<https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.11.001>
- Leung, D. Y. C., & Guo, Y. (2006). Transesterification of neat and used frying oil: Optimization for biodiesel production. *Fuel Processing Technology*, 87(10), 883–890. <http://doi.org/10.1016/j.fuproc.2006.06.003>
- Leung, D. Y. C., Wu, X., & Leung, M. K. H. (2010). A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Applied Energy*, 87(4), 1083–1095.
<http://doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.10.006>
- Lishawa, S. C., Manuel, T., & Fernández, A. (n.d.). *Haciendo Biodiesel de Aceite Vegetal Usado*.
- López, L., Bocanegra, J., & Malagón-Romero, D. (2015). Obtención de biodiesel por transesterificación de aceite de cocina usado. *Ingeniería Y Universidad*, 19(1), 155–172. <http://doi.org/10.11144/Javeriana.iyu19-1.sprq>
- Moraes, S. A. (2008). *Biodiesel de sebo: Avaliação de propriedades e testes de consumo em motor a diésel*. (Tesis de maestría, Universidade Federal do Rio Grande do Sul). Recuperado desde <http://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/14351/000653546.pdf?...1>
- National Renewable Energy Laboratory. (2014). *Biodiesel Basics. Fact Sheet*. Recuperado desde http://www.afdc.energy.gov/uploads/publication/biodiesel_basics.pdf

- ProEcuador. (2013). Biocombustibles, 1–26.
- Paredes y Vidal (2017). UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO Colegio de Ciencias e Ingeniería Diseño y construcción de una planta de producción de Biodiesel a partir de aceite vegetal reciclado Dispositivos Tecnológicos.
- Sharma, Y. C., Singh, B. & Upadhyay, N. S. (2008). Advancements in development and characterization of biodiesel: A review. *Fuel* 87, 2355-2373.
- STRAUSS, W. Contaminación del aire provocado por el uso de combustibles fósiles en vehículos. Causas, efectos y soluciones. Ed. Trillas, México, 2009. p. 61.
- Wedel, R. Von, & Ph, D. (1999). Technical Handbook for Marine Biodiesel In Recreational Boats by Point Richmond , CA Second Edition. Retrieved from [http://www.cytoculture.com/Biodiesel Handbook.htm](http://www.cytoculture.com/Biodiesel%20Handbook.htm)
- Yaakob, Z., Mohammad, M., Alherbawi, M., Alam, Z., & Sopian, K. (2013). Overview of the production of biodiesel from Waste cooking oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 18, 184–193. <http://doi.org/10.1016/j.rser.2012.10.016>
- Yimer, S., & Sahu, O. (2011). Optimization of biodiesel production from waste cooking oil. *Sustainable Energy*, 2(3), 81–84. <http://doi.org/10.12691/rse-2-3-1>

6. ANEXO A: RESULTADOS PRUEBAS REALIZADAS EN LABORATORIOS EXTERNOS



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE PETRÓLEOS, ENERGÍA Y CONTAMINACIÓN



INFORME DE RESULTADOS PETRÓLEO

Informe N° 18-03-09-P-1
Fecha 2018-04-05

Referencia: OT-18-03-09-P
Empresa: UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO
Atención: Srta. Daniela Alejandra Pantoja Cabrera
Dirección: Granda Centeno
Tipo de ensayos: Análisis fisicoquímicos
Tipo de muestra: BIODIÉSEL
Identificación de la muestra: BIODIÉSEL
Descripción de la Muestra: Sin descripción específica
Fecha de ingreso de muestra: 2018-03-26
Código de la muestra: OE-18-03-09-P-1
Fecha de realización de ensayos: 2018-03-27 al 2018-04-03

DETERMINACIÓN	UNIDAD	MÉTODO	RESULTADO	INCERTIDUMBRE (%)
CONTENIDO DE AGUA	mg/kg	ASTM D-95	20,0	-
CENIZAS*	%P	ASTM D-482	0,0104	-
Destilación ASTM*				
P1	°C	ASTM D-86	325,1	-
5			327,2	-
10			330,2	-
20			333,3	-
30			333,3	-
40			333,3	-
50			335,4	-
60			336,4	-
70			338,4	-
80			341,5	-
90			355,9	-
95			361,0	-
PF			361,0	-
VD			98,55	-
VR			0,80	-
VP	0,65	-		
ÍNDICE DE CETANO CALCULADO*	-	MÉTODO INTERNO / CALCULADO	45	-
PUNTO DE NUBE*	°C	ASTM D-2500	5	-
PUNTO DE ESCURRIMIENTO*	°C	ASTM D-97	-3	-

Nota.- Los ensayos marcados con (*) no están incluidos en el alcance de acreditación del SAE

Nota: Los resultados que constan en el presente informe sólo están relacionados con la muestra entregada por el cliente al DPEC.

Condiciones Ambientales.- Presión 542,4 mm Hg; Temperatura: 19,9 °C

AN: APJ
Realizado por: VRT

Revisado por:

Ing. Fernanda Toasa L.
RESPONSABLE TÉCNICO



Aprobado por:

Ing. Ghern Carvajal C.
DIRECTOR DEL LAB. DEL DPEC

ADVERTENCIA: EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL. EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR DOCUMENTOS FOTOCOPIADOS.

Dirección: Enrique Ritter s/n y Bolívar

Teléfono: 2904794 / 2544631 ext. 26

E-mail: fig.secretaria@dpec@uce.edu.ec

	ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL  LACBAL	Revisión: 01
		Fecha: Ene-2018
		Página: 1 de 1
INFORME DE ANÁLISIS DE RESULTADOS		FMC2301-01

I-LACBAL-2018-04

INFORMACIÓN CLIENTE:	NOMBRE/EMPRESA	DANIELA PANTOJA / AVELINA ESPINOSA
	DIRECCIÓN	GRANDA CENTENO
	NÚMERO DE MUESTRAS	1

INFORMACIÓN GENERAL:					
RESPONSABLE DEL ENSAYO		ING. TANIA PARRA	ORDEN DE TRABAJO	EPN	5836
FECHA	RECEPCIÓN	28-03-2018		LACBAL	OT-LACBAL-2018-04
	INICIO DE ENSAYO	28-03-2018	PROFORMA	EPN	DQ-P0038-2018
	ENTREGA DE INFORME	29-03-2018		LACBAL	COT-LACBAL-2018-04

IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA:				
IDENTIFICACIÓN	CÓDIGO LABORATORIO	TIPO MUESTRA	TIPO ENVASE	CANTIDAD
BIODIÉSEL	M-LACBAL-2018-04-01	Biodiésel	Vidrio	1.0 L

CONDICIONES AMBIENTALES:					
TEMPERATURA [°C]	18.3	HUMEDAD RELATIVA [%]	58	PRESIÓN [kPa]	72.9
RESULTADOS OBTENIDOS:					
MUESTRA	ENSAYO	NORMA MÉTODO	UNIDAD	VALOR OBTENIDO	
M-LACBAL-2018-04-01	*Contenido de azufre	ASTM D4294-16	ppm	5.33	
	*Punto de Inflamación	ASTM D92	°C	190	
	*Densidad Relativa a 15,6 °C/15,6°C	ASTM D1298-12b	g/cm ³	0.885	
	*Viscosidad cinemática a 40 °C	ASTM D445-15a	mm ² /s	5.896	
	*Corrosión a la lámina de Cobre	ASTM D130-12	-	1A	
	*Agua y sedimentos	ASTM D1796 - 11	%	<0.05	


Ing. Eliana Peña
DIRECTORA TÉCNICA LACBAL

- * Los parámetros se encuentran dentro del Sistema de Gestión ISO 17025, pero no están acreditados
- Queda prohibido la reproducción de forma parcial o total del presente informe sin autorización del Laboratorio
- El muestreo es responsabilidad del cliente, la Escuela Politécnica Nacional no responde por posibles variaciones ocasionadas por la toma de muestra.