



**UNIVERSIDAD NACIONAL
PEDRO RUIZ GALLO**



**FACULTAD DE INGENIERÍA
QUÍMICA E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA
QUÍMICA**

TESIS

Temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el
rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales
utilizando catalizador platino

**PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERA QUÍMICA**

AUTORA:

Bach. Rivera Rios Leydi Diana Susetty

ASESORA:

Dra. Cabrera Salazar Tarcila Amelia

LAMBAYEQUE, 23 DE AGOSTO DEL 2023



**UNIVERSIDAD NACIONAL
PEDRO RUIZ GALLO**



**FACULTAD DE INGENIERÍA
QUÍMICA E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA
QUÍMICA**

TESIS

Temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el
rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales
utilizando catalizador platino

**PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERA QUÍMICA**

AUTORA:

Leydi Diana Rivera Rios

Bach. Rivera Rios Leydi Diana Susetty

Aprobado ante el siguiente jurado:

Dr. Abraham Guillermo Ygnacio Santa cruz
Presidente

Pygnacio

Mag. James Jenner Guerrero Braco
Secretario

James Braco

Mag. Renzo Bruno Chung Cumpa
Vocal

Renzo Chung

Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar
Asesora

Tarcila Cabrera

LAMBAYEQUE, 23 DE AGOSTO DEL 2023

RESUMEN DEL REPORTE AUTOMATIZADO DE SIMILITUDES TURNITIN

Temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino

INFORME DE ORIGINALIDAD

15%	14%	3%	4%
INDICE DE SIMILITUD	FUENTES DE INTERNET	PUBLICACIONES	TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	hdl.handle.net Fuente de Internet	1%
2	objetos.univalle.edu.co Fuente de Internet	1%
3	ria.utn.edu.ar Fuente de Internet	1%
4	repositorio.ucv.edu.pe Fuente de Internet	1%
5	www.coursehero.com Fuente de Internet	<1%
6	repositorio.unprg.edu.pe Fuente de Internet	<1%
7	www.slideshare.net Fuente de Internet	<1%
8	xdoc.mx Fuente de Internet	<1%


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

9	dehesa.unex.es Fuente de Internet	<1 %
10	www.bdigital.unal.edu.co Fuente de Internet	<1 %
11	rodin.uca.es Fuente de Internet	<1 %
12	tesis.ipn.mx Fuente de Internet	<1 %
13	Submitted to Universidad Autónoma Metropolitana-Xochimilco Trabajo del estudiante	<1 %
14	zaguean.unizar.es Fuente de Internet	<1 %
15	Submitted to Instituto Politecnico Nacional Trabajo del estudiante	<1 %
16	dokumen.pub Fuente de Internet	<1 %
17	edisciplinas.usp.br Fuente de Internet	<1 %
18	www.authorstream.com Fuente de Internet	<1 %
19	vdocuments.es Fuente de Internet	<1 %
20	ciencia.lasalle.edu.co	


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

	Fuente de Internet	<1 %
21	qdoc.tips Fuente de Internet	<1 %
22	dicyt.uajms.edu.bo Fuente de Internet	<1 %
23	repositorio.espe.edu.ec Fuente de Internet	<1 %
24	Submitted to Universidad Cesar Vallejo Trabajo del estudiante	<1 %
25	patents.google.com Fuente de Internet	<1 %
26	pingpdf.com Fuente de Internet	<1 %
27	juliocruz82.files.wordpress.com Fuente de Internet	<1 %
28	cybertesis.unmsm.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
29	Submitted to Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo Trabajo del estudiante	<1 %
30	repositorio.unsaac.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
31	ruidera.uclm.es Fuente de Internet	

Tarcila
Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

		<1 %
32	www.researchgate.net Fuente de Internet	<1 %
33	www.scribd.com Fuente de Internet	<1 %
34	J. C. Cardozo, Rolando Barrera Zapata, S. A. Giraldo. "Cinética de la Transesterificación del Aceite de Palma con Metóxido de Calcio", CIENCIA EN DESARROLLO, 2015 Publicación	<1 %
35	repositorio.uisek.edu.ec Fuente de Internet	<1 %
36	Submitted to Universidad Nacional de Colombia Trabajo del estudiante	<1 %
37	pdfcookie.com Fuente de Internet	<1 %
38	repositorio.autonoma.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
39	Submitted to espam Trabajo del estudiante	<1 %
40	José Manuel Martínez Gil, Ricardo Vivas Reyes, Marlón José Bastidas Barranco, Liliana Giraldo, Juan Carlos Moreno-Piraján.	<1 %


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

"Different methods to synthesize biodiesel",
Elsevier BV, 2023

Publicación

41	repositorio.une.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
42	eprints.uanl.mx Fuente de Internet	<1 %
43	Submitted to Universidad Catolica de Avila Trabajo del estudiante	<1 %
44	Submitted to Universidad de Málaga - Tii Trabajo del estudiante	<1 %
45	repositorio.upn.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
46	www.agqm-biodiesel.de Fuente de Internet	<1 %
47	Submitted to Consorcio CIXUG Trabajo del estudiante	<1 %
48	bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083 Fuente de Internet	<1 %
49	livrosdeamor.com.br Fuente de Internet	<1 %
50	Submitted to Universiti Teknologi Malaysia Trabajo del estudiante	<1 %
51	dspace.unitru.edu.pe Fuente de Internet	<1 %


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

52	eprints.ucm.es Fuente de Internet	<1 %
53	repositorio.untumbes.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
54	vsip.info Fuente de Internet	<1 %
55	Submitted to Infile Trabajo del estudiante	<1 %
56	core.ac.uk Fuente de Internet	<1 %
57	repositorio.uns.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
58	Submitted to BENEMERITA UNIVERSIDAD AUTONOMA DE PUEBLA BIBLIOTECA Trabajo del estudiante	<1 %
59	Submitted to Universidad Nacional Abierta y a Distancia, UNAD, UNAD Trabajo del estudiante	<1 %
60	helvia.uco.es Fuente de Internet	<1 %
61	Submitted to Universitat Politècnica de València Trabajo del estudiante	<1 %
62	www.mobilecrusherchina.com Fuente de Internet	<1 %


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

63	Submitted to Universidad de Salamanca Trabajo del estudiante	<1 %
64	de.slideshare.net Fuente de Internet	<1 %
65	idoc.pub Fuente de Internet	<1 %
66	upc.aws.openrepository.com Fuente de Internet	<1 %
67	www.clubensayos.com Fuente de Internet	<1 %
68	www.studocu.com Fuente de Internet	<1 %
69	José Sandoval-Díaz, Naxhelli Ruiz-Rivera, David Cuadra-Martinez. "Experiencia y afrontamiento ante el riesgo aluvional: Un modelo mediacional múltiple.", Acta Colombiana de Psicología, 2021 Publicación	<1 %
70	helenskestudije.me Fuente de Internet	<1 %
71	stutzartists.org Fuente de Internet	<1 %
72	Submitted to Universidad San Ignacio de Loyola Trabajo del estudiante	<1 %


 Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

73	Submitted to Universidad de Manizales Trabajo del estudiante	<1 %
74	eur-lex.europa.eu Fuente de Internet	<1 %
75	repositorio.inta.gob.ar Fuente de Internet	<1 %
76	worldwidescience.org Fuente de Internet	<1 %
77	Reyna Janin Flores Ruedas, Elena Dibildox-Alvarado, Jaime David Pérez Martínez, Nayma Itandehuit Murillo Hernández. "Enzymatically interesterified hybrid palm stearin as an alternative to conventional palm stearin", CyTA - Journal of Food, 2019 Publicación	<1 %
78	repository.uniminuto.edu Fuente de Internet	<1 %
79	winyta.ugr.es Fuente de Internet	<1 %
80	www.cacic2016.unsl.edu.ar Fuente de Internet	<1 %
81	www.dspace.uce.edu.ec Fuente de Internet	<1 %
82	1library.co Fuente de Internet	<1 %


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

83	Submitted to Escuela Politecnica Nacional Trabajo del estudiante	<1 %
84	Submitted to Universidad Autónoma de Nuevo León Trabajo del estudiante	<1 %
85	Submitted to Universidad Carlos III de Madrid Trabajo del estudiante	<1 %
86	Submitted to Universidad Internacional de la Rioja Trabajo del estudiante	<1 %
87	Submitted to University of Western Sydney Trabajo del estudiante	<1 %
88	fai.unne.edu.ar Fuente de Internet	<1 %
89	pim-resources.coleparmer.com Fuente de Internet	<1 %
90	Hoekman, S.K.. "Review of biodiesel composition, properties, and specifications", Renewable and Sustainable Energy Reviews, 201201 Publicación	<1 %
91	bdigital.unal.edu.co Fuente de Internet	<1 %
92	dspace.esPOCH.edu.ec Fuente de Internet	<1 %


 Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

93	repositorio.uladech.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
94	www.aibarra.org Fuente de Internet	<1 %
95	repositorio.ufsc.br Fuente de Internet	<1 %
96	repositorio.unheval.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
97	repositorio.usil.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
98	sameens.dia.uned.es Fuente de Internet	<1 %
99	www.btb.termiumpius.gc.ca Fuente de Internet	<1 %
100	www.ecorfan.org Fuente de Internet	<1 %
101	www.oalib.com Fuente de Internet	<1 %
102	www.semanticscholar.org Fuente de Internet	<1 %
103	www.unsl.edu.ar Fuente de Internet	<1 %
104	Esther M. Medrano-Sánchez, Ana Pérez-Carricondo, Pilar Betea-Sánchez, Esther Díaz- <i>Esther Díaz-Sánchez</i> Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar	<1 %

Mohedo. "Spanish Cross-Cultural Adaptation of the Australian Pelvic Floor Questionnaire", *Journal of Personalized Medicine*, 2023

Publicación

- | | | |
|-----|--|------|
| 105 | <p>Gabriela Judith Freire Villegas, María Belén Landázuri Álvarez, Katherine Lizeth Chávez Guamán. "Covid-19 y endeudamiento empresarial: una respuesta de la gestión financiera de las empresas industriales de Tungurahua", <i>Pacha. Revista de Estudios Contemporáneos del Sur Global</i>, 2023</p> <p>Publicación</p> | <1 % |
|-----|--|------|

- | | | |
|-----|--|------|
| 106 | <p>Jeeva Senrayan, Sivakumar Venkatachalam. "Ultrasonic acoustic-cavitation as a novel and emerging energy efficient technique for oil extraction from kapok seeds", <i>Innovative Food Science & Emerging Technologies</i>, 2020</p> <p>Publicación</p> | <1 % |
|-----|--|------|

- | | | |
|-----|--|------|
| 107 | <p>csociales.uchile.cl</p> <p>Fuente de Internet</p> | <1 % |
|-----|--|------|

- | | | |
|-----|--|------|
| 108 | <p>digilib.unhas.ac.id</p> <p>Fuente de Internet</p> | <1 % |
|-----|--|------|

- | | | |
|-----|--|------|
| 109 | <p>espanol.libretexts.org</p> <p>Fuente de Internet</p> | <1 % |
|-----|--|------|

- | | | |
|-----|--|------|
| 110 | <p>journal.trunojoyo.ac.id</p> <p>Fuente de Internet</p> | <1 % |
|-----|--|------|

noesis.uis.edu.co


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

111	Fuente de Internet	<1 %
112	produccioncientificaluz.org Fuente de Internet	<1 %
113	repositorio.unas.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
114	repositorionacionalcti.mx Fuente de Internet	<1 %
115	somoshalcones.com Fuente de Internet	<1 %
116	tesisexarxa.net Fuente de Internet	<1 %
117	www.aatrm.net Fuente de Internet	<1 %
118	"Pressurized hot water extraction of polyphenols from agroindustrial by-products : bioactivity assessment.", Pontificia Universidad Catolica de Chile, 2016 Publicación	<1 %
119	Fuentes Álvarez, Mª del Carmen. "Modificación del perfil de ácidos grasos de la leche a través de la manipulación nutricional en vacas lecheras : el papel del rumen /", Bellaterra : Universitat Autònoma de Barcelona,, 2009 Fuente de Internet	<1 %


 Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

120	JUAN VICENTE SANTACATALINA BONET. "Contribución al estudio de la aplicación de ultrasonidos de alta intensidad en procesos de secado a baja temperatura.", Universitat Politecnica de Valencia, 2016 <small>Publicación</small>	<1 %
121	Manuel Christian, Jean Titze, Vladimír Ilberg. "Chemical Structure of Model Substances Related to Their Gushing-Inducing and -suppressing Activity", Journal of the American Society of Brewing Chemists, 2018 <small>Publicación</small>	<1 %
122	Rocío García Aboal. "Propiedades optoelectrónicas en perovskitas halogenadas y su aplicación en energía y sensores", Universitat Politecnica de Valencia, 2021 <small>Publicación</small>	<1 %
123	Submitted to Universidad ESAN -- Escuela de Administración de Negocios para Graduados <small>Trabajo del estudiante</small>	<1 %
124	anda4.ine.gob.bo <small>Fuente de Internet</small>	<1 %
125	cybertesis.uni.edu.pe <small>Fuente de Internet</small>	<1 %
126	doku.pub <small>Fuente de Internet</small>	<1 %

dspace.ups.edu.ec



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

127	Fuente de Internet	<1 %
128	es.slideshare.net Fuente de Internet	<1 %
129	futur.upc.edu Fuente de Internet	<1 %
130	prezi.com Fuente de Internet	<1 %
131	pt.scribd.com Fuente de Internet	<1 %
132	repositorio.usfq.edu.ec Fuente de Internet	<1 %
133	repositorio.usp.br Fuente de Internet	<1 %
134	riull.ull.es Fuente de Internet	<1 %
135	www.ambientebogota.gov.co Fuente de Internet	<1 %
136	www.barcelona.pro Fuente de Internet	<1 %
137	www.hisour.com Fuente de Internet	<1 %
138	www.oas.org Fuente de Internet	<1 %


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

139	www.pinterest.com.mx Fuente de Internet	<1 %
140	www.scielo.org.mx Fuente de Internet	<1 %
141	www.ujaen.es Fuente de Internet	<1 %
142	Álvaro Carrillo-Punina, Sandra Galarza-Torres, Nelson García-Osorio. "PIB e Indicadores Financieros de la Banca Privada Ecuatoriana 2000-2016", Economía y Negocios, 2018 Publicación	<1 %
143	"Factores críticos en los resultados de los proyectos de investigación de Convocatorias Públicas de un Organismo Público de Investigación (OPI): el caso de la Universidad Politécnica de Valencia", 'Universitat Politècnica de Valencia' Fuente de Internet	<1 %
144	es.scribd.com Fuente de Internet	<1 %

Excluir citas

Apagado

Excluir coincidencias

Apagado

Excluir bibliografía

Apagado


Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

CONSTANCIA DE APROBACIÓN DE ORIGINALIDAD DE TESIS

Yo, Tarcila Amelia Cabrera Salazar, Asesora de tesis de la bachiller:

LEYDI DIANA SUSETTY RIVERA RIOS

Titulada:

**“TEMPERATURA Y TIEMPO DE REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN
SOBRE EL RENDIMIENTO DE METIL ÉSTER A PARTIR DE RESIDUOS DE
ACEITES VEGETALES UTILIZANDO CATALIZADOR PLATINO”**

Luego de la revisión exhausta del documento constato que la misma tiene un índice de similitud del 15% verificable en el reporte de similitud del programa Turnitin.

La suscrita analizo dicho reporte y concluyó que cada una de las coincidencias detectadas no constituyen plagio. A mi leal saber y entender la tesis cumple con todas las normas para el uso de citas y referencias establecidas por la Universidad Nacional Pedro Ruíz Gallo.



**Bach. Leydi Diana Susetty Rivera
Rios
DNI: 44031571**



**Dra. Tarcila Amelia Cabrera
Salazar**

Lambayeque, 03 de julio del 2023

ACTA DE SUSTENTACIÓN



ACTA DE SUSTENTACIÓN - 2023

Siendo las 11:30 am del día miércoles 23 de agosto del 2023, se reunieron en la sala de sustentación de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias los miembros del jurado evaluador de la Tesis Titulara: ***“Temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.”***, designados Res. N° 034-2023-D-FIQIA-VIRTUAL de fecha 01 de febrero del 2023 y aprobada con Res. N° 052-2023-D-FIQIA-VIRTUAL de fecha 22 de febrero del 2023, con la finalidad de Evaluar y Calificar la sustentación de la tesis antes mencionada, conformados por los siguientes docentes:

- Dr. Abraham G. Ygnacio Santa Cruz *Presidente*
- M.Sc. James Jenner Guerrero Braco *Secretario*
- M.Sc. Renzo Bruno Chung Cumpa *Vocal*

La tesis fue asesorada por la Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar, nombrada por Res. N° 003-2023-D-FIQIA-VIRTUAL de fecha 03 de enero del 2023. El acto de sustentación es autorizado con Res. N° 207-2023-D-FIQIA-VIRTUAL de fecha 21 de agosto del 2023.

La Tesis fue presentada y sustentada por la Bachiller: **RIVERA RIOS LEYDI DIANA SUSETTY**, y tuvo una duración de 65 minutos.

Después de la sustentación, y absueltas las preguntas y observaciones de los miembros del jurado; se procedió a la calificación respectiva, otorgándole el calificativo de 18 (Dieciocho.....) en la escala vigesimal, mención Muy Bueno.

Por lo que quedan APTO (s) para obtener el Título Profesional de INGENIERA QUIMICA de acuerdo con la Ley Universitaria 30220 y la normatividad vigente de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias y la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo.

Siendo las 12:45 se dio por concluido el presente acto académico, dándose conformidad al presente acto, con la firma de los miembros del jurado.

Firmas


Presidente
Dr. ABRAHAM G. YGNACIO SANTA CRUZ


Vocal
M.Sc. RENZO BRUNO CHUNG CUMPA


Secretario
M.Sc. JAMES JENNER GUERRERO BRACO


Asesor
Dra. TARCILA AMELIA CABRERA SALAZAR

DEDICATORIA

A *YHVH*, por ser mi guía en cada peldaño de mi vida, por ser mi sabio mentor, por su infinita bondad y amor a su creación el universo y por su ADN heredado.

A mi abuelo ANGEL RIOS de quien aprendí descubrir el amor a las ciencias de la naturaleza, sus especies y propiedades, bondades majestuosas que solo la madre naturaleza nos brinda y están allí para contemplarlas, estudiarlas y valorarlas.

A mi abuela BERTHA RODRÍGUEZ quien me enseñó que la materia es cuantificable, ya que a mis cortos 7 años tuve el privilegio de medir el tiempo en que las flores cerraban sus pétalos al ocaso del sol, tenías razón tu nunca lo hiciste el estímulo externo produjo tan precioso fenómeno.

A mi madre SUSANA RIOS, por su apoyo incondicional en todo momento de la presente investigación, por sus sabios consejos, por sus principios, por sus valores y constante motivación que me permitieron ser realidad este hermoso sueño.

A la UNPRG mi casa de estudios de quien desarrolle y me forme como profesional integro con base humanística, científica y tecnológica con sensibilidad social y amor al conocimiento científico herramientas indispensables que hicieron realidad este hermoso sueño.

AGRADECIMIENTO

A mi asesora, Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar por su constante orientación, revisión, supervisión y paciencia desde el inicio, desarrollo y culminación de mi tesis de Ingeniero Químico.

A mi querida **FIQIA**, por permitirme utilizar sus instalaciones ***“Laboratorio de Control de calidad 4^o piso B-76”*** y ***“Laboratorio de investigación y servicios técnicos 1^{er} piso B-76”*** destinados a la investigación y educación superior, para el desarrollo experimental de mi tesis de Ingeniero Químico.

A mis amigos, Ingenieros por sus aportes científicos sobre el tema, los cuáles fueron el combustible para encender la llama del conocimiento y así poder perseguir este sueño tanpreciado de “descubrir los parámetros óptimos de temperatura y tiempo para la transesterificación de triglicéridos derivados de residuos vegetales en presencia de un catalizador heterogéneo PtO”.

INDICE GENERAL

DEDICATORIA	xx
AGRADECIMIENTO	xxi
INDICE GENERAL	xxii
INDICE DE TABLAS	xxv
INDICE DE FIGURAS	xxvi
INDICE DE ANEXOS	xxvii
RESUMEN	xxviii
ABSTRACT	xxix
1. Introducción	30
2. Antecedentes	32
3. Base Teórica	33
3.1 Biodiesel	33
3.2 Rendimiento Porcentual de Biodiesel	34
3.3 Materias Primas para Obtención de Biodiesel	35
3.3.1 Aceite Vegetal Usado (AVU)	35
3.4 Composición Química del Aceite	36
3.4.1 Triglicéridos (TGC)	36
3.4.2 Ácido Graso	37
3.4.3 Ácidos Grasos Libres (AGL)	38
3.4.4 Esteroles.....	38
3.4.5 Tocolos	39
3.4.6 Mono y Diglicéridos	39
3.5 Propiedades Físicoquímicas del AVU para la Producción de Biodiesel	43
3.5.1 Densidad	43
3.5.2 Viscosidad	44
3.5.3 Punto de Fusión.....	44
3.5.4 Índice de Yodo (IY)	44
3.5.5 Índice de Acidez (IA)	45
3.5.6 Índice de Peróxido (IP).....	45
3.5.7 Índice de Saponificación (IS)	46
3.5.8 Material Insaponificable	46
3.6 Alkoholes para la Obtención de Biodiesel	47
3.6.1 Metanol.....	47
3.6.2 Etanol.....	47
3.7 Reacción Principal de Transesterificación	48
3.8 Reacción Secundaria Esterificación	49
3.9 Reacción de Hidrólisis	50
3.10 Reacción de Saponificación	51
3.11 Sistema Catalítico en la Reacción de Transesterificación	53

3.11.1	Catalizadores Homogéneos.....	53
3.11.2	Catalizadores Heterogéneos	54
3.11.3	Catalizadores Biológicos.....	54
3.12	Variables que Intervienen en la Reacción de Transesterificación	56
3.12.1	Temperatura de Reacción	57
3.12.2	Relación Molar Metanol: Aceite.....	58
3.12.3	Catalizador.....	59
3.12.4	Velocidad de Agitación	62
3.12.5	Tiempo de Reacción.....	63
3.13	Propiedades Fisicoquímicas del Biodiesel para Motores Diésel.....	64
3.13.1	Densidad.....	65
3.13.2	Viscosidad.....	66
3.13.3	Número de Cetano	68
3.13.4	Propiedades de flujo a Baja Temperatura	69
3.13.5	Estabilidad a la Oxidación	70
3.13.6	Índice de Acidez.....	71
3.13.7	Contenido de Mono-, Di-, y Triglicéridos	71
3.13.8	Estándar de Calidad de Biodiesel: ASTM D-6751, EN 14124 Y NTP 321.125.201	72
4.	Métodos y Materiales.....	73
4.1	Metodología de la Investigación.....	73
4.1.1	Tipo de Investigación	73
4.1.2	Método de Investigación	73
4.1.3	Nivel de la Investigación	73
4.1.4	Población, Muestra y Muestreo.....	73
4.1.5	Definición y operacionalización de las variables.....	73
4.1.6	Hipótesis	74
4.1.7	Diseño de Contrastación de Hipótesis.....	75
4.1.8	Técnicas, Instrumentos, Equipos y Materiales de Recolección de Datos	76
4.2	Metodología Experimental.....	78
4.2.1	Preparación y Tratamiento del Aceite Vegetal Usado	78
4.2.2	Caracterización del Aceite Vegetal Usado	78
4.2.3	Proceso Unitario de Transesterificación de AVU con Metanol Utilizando Catalizador PtO.....	81
4.2.4	Activación del Metóxido de Platino	81
4.2.5	Sistema de Reacción de Transesterificación Catalítica	82
4.2.6	Proceso de Decantación y Separación de Metil Ester, Glicerina y PtO.....	82
4.2.7	Proceso de Filtrado y Secado de Metil Ester	83
4.2.8	Control de Calidad de Metil Ester	83
4.2.9	Diagrama de Flujo de Proceso para la Obtención de FAME.....	83
4.2.10	Caracterización de Metil Ester según EN 14214, ASTM D6751-07b y NTP 321.125.2019 ..	84
4.3	Proceso de Prueba de Hipótesis y Análisis Estadístico de Datos Experimentales	84
5.	Resultados y Discusión	85
5.1	Resultados	85
5.1.1	Caracterización de Parámetros Físico Químicos de Residuos de Aceites Vegetales Usados....	85
5.1.2	Determinación de Parámetros de Temperatura y Tiempo para la Reacción de Transesterificación de Residuos de Aceites Vegetales Usados	86
5.1.3	Determinación del Efecto Optimo de Temperatura y Tiempo de Reacción de Transesterificación sobre el Rendimiento de Metil Ester	87

5.1.4	Caracterización de Propiedades Físico Químicas y Cumplimiento de Especificaciones Técnicas Nacionales e Internacionales para Metil Ester	96
5.2	Discusión.....	97
6.	<i>Conclusiones y Recomendaciones.....</i>	<i>99</i>
6.1	Conclusiones	99
6.2	Recomendaciones.....	100
7.	<i>Referencias</i>	<i>101</i>
8.	<i>Anexos.....</i>	<i>104</i>

INDICE DE TABLAS

TABLA 1	40
TABLA 2	41
TABLA 3	42
TABLA 4	46
TABLA 5	48
TABLA 6	55
TABLA 7	65
TABLA 8	67
TABLA 9	68
TABLA 10	70
TABLA 11	72
TABLA 12	74
TABLA 13	75
TABLA 14	75
TABLA 15	85
TABLA 16	86
TABLA 17	88
TABLA 18	89
TABLA 19	89
TABLA 20	91
TABLA 21	92
TABLA 22	94
TABLA 23	95
TABLA 24	96
TABLA 25	96
TABLA 26	104
TABLA 27	105

INDICE DE FIGURAS

FIGURA 137

FIGURA 2.....38

FIGURA 339

FIGURA 439

FIGURA 558

FIGURA 659

FIGURA 760

FIGURA 860

FIGURA 960

FIGURA 1063

FIGURA 1164

FIGURA 1271

FIGURA 1383

FIGURA 1487

FIGURA 1588

FIGURA 1693

FIGURA 1793

INDICE DE ANEXOS

ANEXO 1	104
ANEXO 2	105
ANEXO 3	108
ANEXO 4	109
ANEXO 5	111
ANEXO 6	113
ANEXO 7	117
ANEXO 8	118

RESUMEN

El objetivo de la presente tesis fue determinar el efecto de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

La metodología consistió en aplicar la transesterificación catalítica heterogénea partiendo de un residuo aceite vegetal usado y metanol. Las condiciones de reacción se establecieron manipulando las variables de proceso: temperatura y tiempo y se aplicó un diseño factorial 12X3 el cual estuvo constituido de 12 y 3 niveles de temperatura y tiempo respectivamente en presencia de catalizador PtO. Se realizaron 36 combinaciones y se distribuyeron en orden aleatorio para determinar los niveles óptimos de parámetros de proceso que producen un efecto sobre la variable respuesta rendimiento de metil éster.

Por consiguiente, los datos experimentales registrados fueron analizados aplicando la técnica estadística regresión lineal múltiple la cual determino que si existe efecto significativo *regularmente negativo y positivo* de los parámetros: temperatura y tiempo sobre el rendimiento de metil éster a partir residuos de aceite vegetal usado. Por lo tanto, el efecto óptimo %FAME fue de **92.9212%** en peso en base a las siguientes condiciones: relación molar aceite/ metanol de 3:1, catalizador PtO 0.02 %p/p, temperatura 30 °C, tiempo 30 min, velocidad de mezcal 500 rpm y presión 1 atm.

Finalmente se concluye que las propiedades físico químicas de FAME obtenido se ubican en los rangos establecidos de especificaciones técnicas nacionales e internacionales para biodiesel.

Palabras claves: Aceite vegetal usado, temperatura y tiempo de transesterificación, rendimiento de metil éster, catalizador PtO.

ABSTRACT

The objective of the present investigation was to determine the effect of temperature and time transesterification reaction on the yield of methyl ester from vegetable oils residues using platinum catalyst.

The methodology consisted of applying the heterogeneous catalytic transesterification starting from a waste vegetable oil and methanol residue. The reaction conditions were established by manipulating the process variables: temperature and time, and was applied a 12X3 factorial design, which consisted of 12 and 3 levels of temperature and time, respectively, in the presence of PtO catalyst. Were made thirty-six combinations and distributed in random order to determine the optimum levels of process parameters that produce an effect on the response variable methyl ester yield.

Therefore, the experimental data recorded were analyzed by applying the statistical technique Multiple Linear Regression which determined that there is a significant effect regularly negative and positive of the parameters: temperature and time on the yield of methyl ester from waste vegetable oil residues. Therefore, the effect optimum of %FAME was 92.9212 wt% based on the following conditions: oil/methanol molar ratio 3:1, catalyst concentration PtO 0.02 % w/w, temperature 30 °C, time 30 min, mixing speed 500 rpm and pressure 1 atm.

Finally, it is concluded that the properties physical and chemical FAME obtained are within the ranges established of specifications technical national and international for biodiesel.

Keywords: Used vegetable oil, transesterification temperature and time, methyl ester yield, PtO catalyst.

1. Introducción

El aceite vegetal usado es un flujo de residuos potencialmente problemático que requiere una gestión adecuada para su reutilización como grasa de desecho ya que puede reducir la carga en la eliminación de desechos, mantenimiento de alcantarillas públicas, tratamiento de aguas residuales aceitosas, así como también reduce significativamente el costo de producción del biodiesel.

Según un estudio Internacional realizado por NREL de EE. UU, estimó cantidades y valores de grasa de desecho urbano a escala estatal y regional en 30 áreas metropolitanas de EE. UU cuyo resultado fue encontrar un potencial significativo de producción de biodiesel a partir de este desecho (Wiltsee, 1998). Por otra parte, en Perú el problema se desarrolla sobre todo en el departamento de Lima ya que según la entrevista realizada al director Jesús Herrera de Reborn Perú Energía Renovable 100% peruana sostuvo que, el aceite usado de cocina de 100 restaurantes se acopia y se lleva a la planta piloto para procesarlo y convertirlo en biodiesel. Así mismo declaro que todos los restaurantes que trabajan con ellos pasan por un control de acidez y si detectamos que rehúsan el aceite no lo compramos; por lo contrario certifican que este insumo no haya sido empleado dos o tres veces lo que pondría en riesgo la salud humana (Comercio, 2019).

Sin embargo, el problema en la región Lambayeque radica exclusivamente en que no existe una ordenanza municipal que regule el manejo de aceites vegetales usados en el distrito de Lambayeque y en su defecto la escasa fiscalización del municipio en sectores que expidan alimentos en exigirles un plan de gestión de residuos para el aceite vegetal usado, según se acredita mediante la (Carta N° 1863/2022-MPL-SEGEIM) remitida a mi persona por la Municipalidad Provincial de Lambayeque.

Por tal motivo la valorización de este residuo aceite vegetal usado para la obtención de metil éster es una opción adecuada en gestión y manejo de residuos, y debe primar frente a su disposición final para la demanda energética en mercados de producción de biodiesel cumpliendo así con los objetivos de la ONU en el desarrollo de energías más limpias.

En la actualidad la producción comercial de biodiesel se basa en catalizadores homogéneos los cuales se encuentra ya establecidos en el mercado en comparación con los catalizadores heterogéneos. La comercialización de catalizadores heterogéneos para la producción de biodiesel se encuentra en etapa inicial tal es el caso que la compañía AXENS puso en marcha una planta comercial de biodiesel de 160000 ton/año mediante la catálisis

heterogénea la cual cuenta con dos reactores continuos de lecho fijo de zinc y oxido de aluminio y utiliza varios tipos de aceites vegetales. Esta tecnología de planta se extendió a diferentes partes del mundo como EE.UU., Suecia y Malasia (Endalew et al., 2011).

Se ha demostrado que la transesterificación catalítica heterogénea es considerada un proceso verde, que no requiere recuperación de catalizador ni etapas de tratamiento acuoso y se obtienen rendimientos altos de metil éster cercanos al valor teórico. Los catalizadores heterogéneos de base sólida son eficaces para la transesterificación de aceites vegetales ya que son relativamente tolerantes a una alta composición de AGL y agua.

En consecuencia, en la presente investigación se plantea ¿Cuál es el efecto de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador PtO_2 , para lo cual se propone como objetivo general: Determinar el efecto de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino, y como objetivos específicos: Caracterizar los parámetros físico químicos de residuos de aceites vegetales usados, Determinar los parámetros de temperatura y tiempo para la reacción de transesterificación de residuos de AVU, Determinar el efecto óptimo de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster y Caracterizar las propiedades físico químicas según especificaciones técnicas nacionales e internacionales de metil éster obtenido.

Finalmente, el metil éster se produce por reacción de transesterificación de TGC que se encuentran en el aceite vegetal usado y metanol en presencia de un catalizador heterogéneo PtO en condiciones de reacción y manipulación de las variables de proceso temperatura y tiempo las cuales causan un efecto significativo sobre la variable rendimiento real de metil éster.

2. Antecedentes

Sustaita et al. (2021), estudiaron las variables temperatura y biocatalizador que influyen en la transesterificación de aceite de cocina residual y metanol sobre el rendimiento FAME utilizando biocatalizador Lipasa de *Cándida antártica* inmovilizada. Obtuvieron un rendimiento de 97.33% en condiciones experimentales: 15 p/p% lipasa B, 30°C, 4:1 metanol/aceite, 300 rpm y 24 h. Concluyeron que existe una influencia estadística altamente significativa con un valor p ($0.000 < 0.05$) de dichas variables sobre el rendimiento de FAME.

Palma, N. y Sosa, R. (2021), determinaron la influencia de temperatura, relación alcohol/aceite, catalizador, velocidad de mezcla y tiempo sobre el rendimiento de metil éster a partir de la transesterificación de aceite residual y etanol. Obtuvieron un rendimiento de 93.44% en condiciones: temperatura 50°C, relación molar etanol/aceite 7:1, catalizador 0.54 g NaOH, velocidad de agitación 400 rpm y tiempo de 90 minutos. Concluyeron que existe una diferencia estadística significativa de las variables de estudio sobre el rendimiento de FAEE.

Elgharbawy et al. (2020), determinaron los parámetros operativos de temperatura, relación molar, tiempo, catalizador y velocidad de agitación que afectan el rendimiento de metil éster partiendo de la transesterificación de aceite de cocina usado y metanol. Obtuvieron un rendimiento de 99.2 % en condiciones de reacción: 7.54:1 metanol/aceite, catalizador 0.875% KOH, 52°C, 1.17 hr y 266 rpm. Concluyeron que el nivel de significancia estadística de los parámetros operativos sobre el rendimiento de FAME es significativo para relación molar aceite/metanol y catalizador.

Guerrero, Y. (2019), optimizó los principales factores: relación alcohol/aceite, catalizador NaOH y tiempo que influyen en la transesterificación de aceite *Jatropha curcas* L y metanol sobre el rendimiento de metil éster a partir. Obtuvo un rendimiento de 90.53 % en condiciones de reacción: 12:1 metanol/aceite, catalizador 0.6 % NaOH, 45 min, 60°C y 900 rpm. Concluyo que los factores tienen una influencia altamente significativa con un valor $p < 0.05$ sobre el rendimiento de FAME.

Kurniasih, E., y Pardi, P. (2018), determino las condiciones óptimas de temperatura, relación molar, tiempo y catalizador en la transesterificación de metil éster utilizando aceite de palma usado, metanol y catalizador heterogéneo zeolita/ KIO_3 . Obtuvieron un rendimiento promedio de 69.89 % en condiciones óptimas de 65°C, 6:1 metanol/aceite, 120 minutos, 5%

(p/p) zeolita /KIO₃ y 400 rpm. Concluyeron que las 4 variables de proceso influyen significativamente sobre el rendimiento de FAME.

Nam, N. (2018), estudio el efecto de temperatura, relación etanol/aceite, tiempo y catalizador para la obtención de éster etílico a partir de la transesterificación de residuos reciclados de trampas de grasa y etanol. Obtuvo un rendimiento máximo de 96.7% en condiciones óptimas: temperatura de reacción de 65°C, relación etanol/aceite 4:1, tiempo de reacción de 1 hora y catalizador KOH 1%. Concluyo que existe una diferencia estadística altamente significativa de las 4 variables de estudio sobre la variable respuesta rendimiento de FAEE con un p valor inferior a 0.05.

3. Base Teórica

3.1 Biodiesel

Químicamente el biodiesel se define como, ésteres monoalquílicos de ácidos grasos saturado e insaturado de cadena larga, derivado de la reacción de transesterificación de triacilglicerol componentes principales de aceites vegetales y/o grasa animal con un alcohol (metanol y/o etanol). Cuando empleamos metanol en la reacción se denomina éster metílico de ácido graso (FAME), caso contrario empleamos etanol se denomina éster etílico de ácido graso (FAEE).

Mittelbach y Remschmidt (2004) define que, Biodiesel proviene del griego Bio= vida y Diesel= apellido del inventor del motor de combustión interna Rudolf Diesel, se refiere a un combustible procesado, oxigenado a base de esteres derivado de fuentes biológicas.

El biodiesel normalmente se produce mediante la transesterificación, en esa reacción química los triglicéridos provenientes del aceite vegetal o grasa animal reaccionan con un alcohol (generalmente metanol o etanol) en presencia de un catalizador, para dar los correspondientes ésteres metílicos o etílicos (biodiesel) y glicerina (Demirbas, 2002).

En términos técnicos ASTM D-6751 el biodiesel es un combustible para motores diésel compuesto de ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de aceites vegetales o grasa animal, designados B100 y que cumplen con los requisitos de la norma ASTM D-6751.

3.2 Rendimiento Porcentual de Biodiesel

Según el Compendio de Terminología Química publicado por la IUPAC (2014) define el rendimiento como la relación que expresa la eficiencia de un proceso de conversión de masa.

El rendimiento de la reacción de transesterificación de triglicéridos y metanol en la presente investigación dependerán fundamentalmente de las variables de proceso (temperatura, tiempo) y de las condiciones experimentales en que desarrolla la reacción, las cuales pueden conducir a una reducción o aumento en la cantidad de producto formado.

En consecuencia, a lo anterior mencionado es importante monitorear cada fase del proceso especificando las proporciones de los reactivos, la estequiometría de la reacción, el rango de variables evaluadas, las condiciones experimentales y las secuencias de cada operación unitaria y/o proceso unitario, ya que el rendimiento real de biodiesel es el producto principal previsto a obtener a escala de laboratorio y su medición se justifica con el cálculo de rendimiento porcentual.

Con respecto al cálculo o medición del rendimiento porcentual real de biodiesel o eficiencia de transesterificación química se aplicará la siguiente ecuación matemática:

Ecuación 1: Rendimiento FAME %

$$\text{Rendimiento FAME}\% = \frac{\text{Peso real de FAME (experimental)}}{\text{Peso teórico de TGC (estequiometría de reacción)}} * 100$$

Isac et al. (2015) define que, el rendimiento o eficiencia de una reacción química se mide o se calcula con el porcentaje de rendimiento, adicionalmente es fundamental conocer su estequiometría de la reacción.

Así mismo Vogel et al. (1989) indica que, el éxito de una reacción se juzga por el rendimiento porcentual, siendo excelente (>90), muy bueno (>80), bueno (>70), regular (>50) y malo (<40).

Por lo tanto, el rendimiento más preciso es el que se obtiene experimentalmente partiendo de una reacción química (transesterificación) y se mide en función de la cantidad del producto obtenido realmente (Biodiesel) frente a la cantidad teórica que se podría producir. Esta relación entre el rendimiento teórico y el rendimiento real da como resultado un rendimiento porcentual real de biodiesel.

3.3 Materias Primas para Obtención de Biodiesel

Según Gunstone (2004) define a los aceites y grasas crudas como mezclas de lípidos cuyo principal componente es el triacilglicerol (generalmente >95%) acompañados de diacilgliceroles, monoacilgliceroles y ácidos grasos libres, pero también pueden contener fosfolípidos, esteroides y esteroides libres, tocoles (tocoferoles y tocotrienoles). En los aceites refinados se eliminan materiales indeseables (fosfolípidos, monoacilgliceroles, diacilgliceroles, ácidos grasos libres, colorantes y pigmentos, materiales oxidados, componentes de sabor, entre otros), pero también se pueden eliminar componentes menores y valiosos, incluidos antioxidantes, vitaminas como: los carotenos y tocoferoles.

Desde un enfoque químico, los aceites vegetales y las grasas animales son moléculas de triglicéridos en la que tres grupos de ácidos grasos son ésteres unidos a una molécula de glicerol. Por consiguiente, los aceites y grasas son principalmente sustancias hidrofóbicas insolubles en agua perteneciente al reino vegetal y animal que se componen de una mol de glicerol y tres moles de ácidos grasos y se conocen comúnmente como triacilglicerol.

Las principales materias primas para la elaboración FAME de primera generación se obtienen de semillas oleaginosas como: aceite de palma, soya, colza y girasol consideradas así porque fueron los primeros cultivos que se utilizaron para producir biodiésel. Las materias primas de uso no alimentario como aceite de jatropha (*Jatropha curcas* L.), aceite de ricino (*Ricinus communis* L.), aceite de semilla del caucho (*Hevea brasiliensis*), aceite de pongamia (*Pongamia pinnata*); grasa animal: sebo vacuno, manteca de cerdo y grasa de ave; aceite de cocina usado consideradas materias primas de segunda generación. Los científicos también se han enfocado en materias primas de tercera generación que se derivan de microorganismos fotosintéticos: microalgas. Así mismo se han realizado investigaciones de materias primas de cuarta generación que están diseñadas genéticamente para producir biomasa (triglicéridos) las cuales se transforman en biocombustibles mediante procesos convencionales utilizados en la 1G y 2G. Los biocombustibles de 4G se han desarrollado mediante la mejora de microorganismos fotosintéticos para producir combustibles sostenibles y renovables mediante la ingeniería biológica.

3.3.1 *Aceite Vegetal Usado (AVU)*

El aceite vegetal usado es una sustancia a base de aceite residual, cuyo origen es el aceite vegetal comestible utilizado para cocinar o preparar alimentos, por tal razón su constante tratamiento térmico afecta su estructura química del aceite original cambiando sus

propiedades fisicoquímicas como aumento de viscosidad, índice de acidez, proceso de oxidación, color, perfil alterado de ácidos grasos y presencia de humedad. La alteración de sus propiedades fisicoquímicas de estos aceites vegetales usados se debe a causa de la reacción de hidrólisis de los triglicéridos produciéndose la formación de (ácidos grasos libre, glicerol libre y mono y diglicéridos), la reacción de oxidación y formación de (hidroperóxidos) y la reacción de polimerización y formación de (dímeros o polímeros provenientes de la instauración de los ácidos grasos).

Haas (2010) define al aceite vegetal usado como "aceite vegetal recuperado" y normalmente consta de aceites vegetales parcialmente hidrogenados que se desechan después de su uso en frituras. Por consiguiente, es un aceite de "calidad inferior" ya que contiene un nivel de ácidos grasos libres contaminantes interfiriendo en el grado de pureza de un acilglicérido.

Por lo tanto, para determinar la viabilidad del aceite vegetal usado en la producción de biodiesel a partir del proceso unitario de transesterificación es un desafío debido a la presencia de componentes indeseables como AGL%, humedad %, perfil de ácidos grasos y sus estructuras químicas, los cuales son parámetros determinantes e influyentes en sus propiedades del éster alquílico a obtener.

3.4 Composición Química del Aceite

3.4.1 *Triglicéridos (TGC)*

Según Gunstone (2004) define que los triacilglicerolos son ésteres de ácidos grasos del alcohol trihídrico (glicerol) y contienen tres cadenas de acilo en cada molécula, generalmente de dos o tres tipos de ácido y son la forma más común de lípidos. Un aceite crudo o una grasa normalmente contendrá al menos un 95% de triacilglicerolos. Después del refinado, aumentará al 97-99%, dependiendo principalmente del nivel de material (no saponificable).

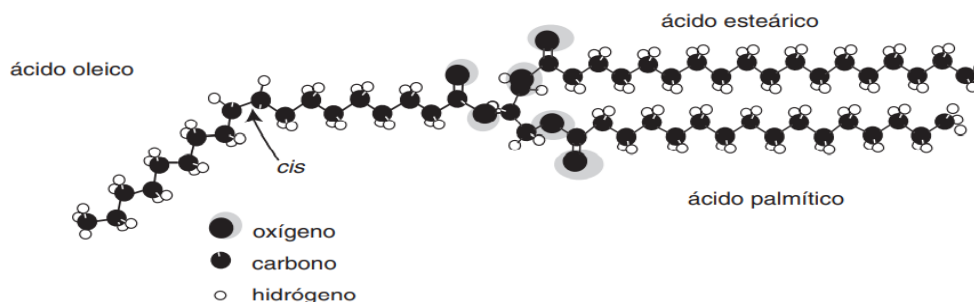
Su terminología está en función de sus ácidos grasos, es decir si su composición tiene cadenas con un solo tipo de triacilglicérido son simples y si poseen dos o tres tipos son mixtos; los simples se nombran agregando el sufijo "ina" a la raíz del ácido graso, de modo que: triestearina, tripalmitina, trioleína y trilinoleína; indica que los TGC tienen sólo ácido: esteárico, palmítico, oleico y linoleico correlativamente; los mixtos se nombran consecutivamente en función de sus tres ácidos grasos, se utiliza la terminación "il" o "ato" para cada uno. Un triglicérido con ácido linoleico, esteárico y palmítico en posiciones 1, 2 y

3 respectivamente, se nombra 1-linolil-2-estearil-3-palmitina, que equivale al linoleo-estearo-palmitina o sn-gliceril-1-linoleato-2-estearato-3-palmitato (Badui, 2006).

Por consiguiente, según la literatura consultada se infiere que sus propiedades fisicoquímicas de los aceites y/o grasas se encuentran influenciadas con la presencia de sus tipos de triacilglicéridos, los que a su vez se encuentran relacionados significativamente con la presencia de los ácidos grasos que contienen como: la longitud de la cadena, el grado de insaturación, la ramificación de la cadena, entre otros.

Figura 1

Estructura estereoquímica de un TGC con su ácido oleico, esteárico y palmítico



Nota. Recuperada de “Química de los alimentos” (p.254), (S. Badui), 2006, Pearson

3.4.2 Ácido Graso

Según Gunstone (2011) define a los ácidos grasos como compuestos sintetizados en la naturaleza por condensación de unidades de malonil coenzima A bajo la influencia de un complejo de ácido graso sintasa. Así mismo identifico más de 1000 ácidos grasos naturales y varían según la longitud de la cadena, el grado de insaturación y la presencia o ausencia de otros grupos funcionales. Solo 20 ácidos grasos se encuentran ampliamente en la naturaleza; de estos, los ácidos palmítico, oleico y linoleico constituyen el 80% en los aceites y grasas comerciales se dividen en cuatro categorías: ácidos saturados, ácidos monoinsaturados, ácidos poliinsaturados de la familia n-6 y ácidos poliinsaturados de la familia n-3. Dentro de este rango limitado de ácidos, la insaturación se limita a los sistemas olefínicos con configuración en *cis* y los ácidos poliinsaturados más importantes tienen patrones de insaturación interrumpidos por metileno. Los ácidos *trans* (antinatural) difieren de los isómeros-*cis* en sus propiedades fisicoquímicas (especialmente punto de fusión) y en sus propiedades nutricionales. Según las cifras de producción de los principales aceites vegetales, se puede calcular que ocho ácidos representan aproximadamente el 97 % de la producción total como: láurico (12:0, 4 %), mirístico (14:0, 2 %), palmítico (16:0, 11 %), esteárico (18:0, 4 %), oleico (18:1, 34 %), linoleico (18:2, 34 %), α -linolénico (18:3, 5 %) y

erúxico (22:1, 3%). Los principales ácidos grasos en grasas de origen animal y en aceites de pescado son el mirístico, el palmítico, el palmitoleico, el esteárico, el oleico, el eicosenoico, el araquidónico, el eicosapentaenoico, el docosenoico y el docosahexaenoico.

3.4.3 Ácidos Grasos Libres (AGL)

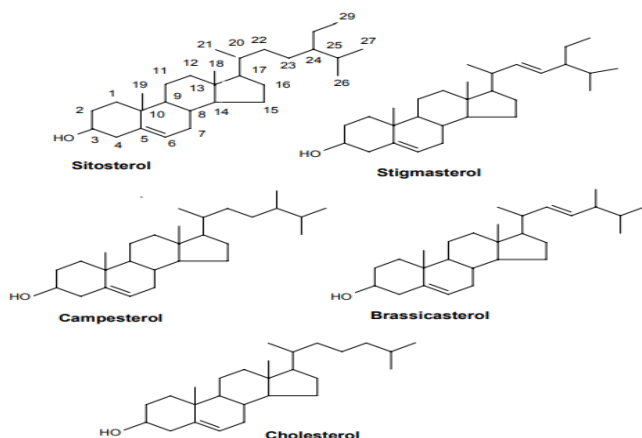
Van Gerpen y Knothe (2010) definen que son productos de la reacción de hidrólisis de (TG) en aceites vegetales, su origen sucede principalmente en el transcurso del proceso de producción y almacenamiento del aceite y, en general, durante el manejo de la materia prima. Para que la transesterificación dé el máximo rendimiento, el alcohol no debe contener humedad y el contenido de AGL debe ser <0.5%.

3.4.4 Esteroles

Según Gunstone (2011) define que la mayoría de los aceites vegetales contienen 1000-5000 mg/kg de esteroides, en parte como esteroides libres y en parte como esteroides esterificados. El sitosterol es generalmente el principal fitosterol (50-80% del total de esteroides) con campesterol, estigmasterol y Δ -5-avenasterol alcanzando frecuentemente niveles significativos. El brasicasterol prácticamente no se encuentra en los principales aceites de semillas. El colesterol es un zoosterol y no está presente en los lípidos vegetales en grasas animales (hasta 1000 ppm) y aceite de pescado (hasta 7000 ppm). Los fitoesteroides presentes en los aceites vegetales son principalmente 4-desmetilesteroides.

Figura 2

Estructura química de algunos esteroides vegetales (sitosterol, campesterol, estigmasterol y brasicasterol) y esteroide animal (colesterol)



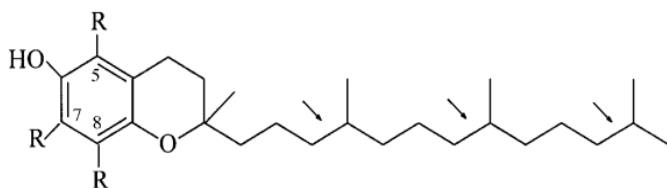
Nota. Recuperada de *Oxidación de lípidos y fitoesteroides en aceites vegetales y productos de patata frita* (p.17), (E. Tabee), 2008

3.4.5 Tocolos

Según Gunstone (2011) define que los tocoles son mezclas de hasta ocho compuestos. Su constitución comprende cuatro tocoferoles con una cadena lateral C₁₆ ramificada saturada y cuatro tocotrienoles que son compuestos análogos con tres dobles enlaces en la cadena lateral. Los cuatro tocoferoles difieren en el número de grupos metilo unidos al resto heterocíclico. Se denominan α = (5,7,8-trimetiltocol), β = (5,7- dimetiltocol), γ = (7,8-dimetiltocol) y δ = (8-metiltocol). Los tocoles son antioxidantes naturales, los más conocidos y más utilizados son los (tocoferoles y tocotrienoles) que se encuentran ampliamente distribuidos en los productos vegetales, pero no en los de origen animal.

Figura 3

Estructura química de tocoferol y tocotrienol presentes en los aceites



Nota. Recuperada de *La química de los aceites y las grasas* (p.28), (F. Gustone), 2004, CRC PRESS

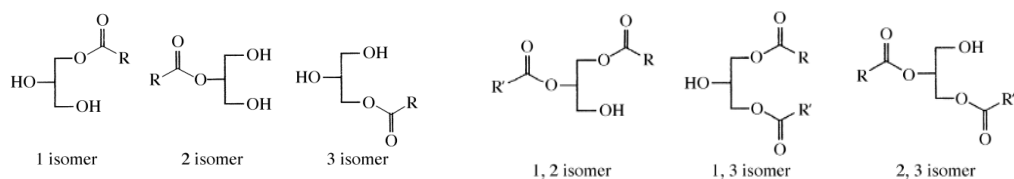
* La figura muestra tocoferol y tocotrienol. El tocoferol tiene una cadena lateral C₁₆ ramificada saturada y el tocotrienol tienen tres dobles enlaces en las posiciones indicadas por las flechas, R=H o CH₃, α = 5,7,8-trimetiltocol, β = 5,7- dimetiltocol, γ = 7,8-dimetiltocol y δ = 8-metiltocol

3.4.6 Mono y Diglicéridos

Están constituidos con uno y dos radicales ácidos grasos respectivamente y, por consiguiente, tienen grupos hidroxilos libres. Los monoacilglicerol (o "monoglicéridos") contiene solo un hidroxilo esterificado con un ácido graso de cadena larga. Los diacilglicerol (o "diglicéridos") contiene dos hidroxilos esterificados con ácidos grasos de cadena larga. Pueden existir en tres formas estereoquímicas como se ilustra a continuación:

Figura 4

Estructura química de mono y diglicéridos presentes en los aceites vegetales



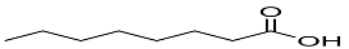
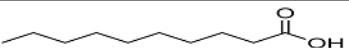
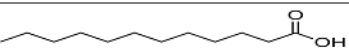
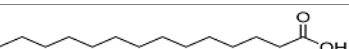






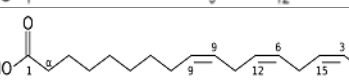
Nota. Recuperada de *La química de los aceites y las grasas* (p.66,67), F. Gustone, 2004, CRC PRESS

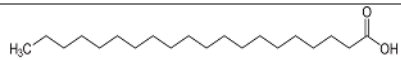
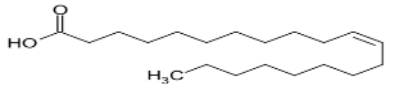
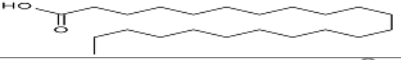
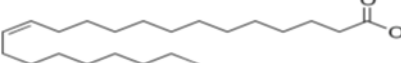
*La figura muestra lado izquierdo monoacilglicerol: sn- 1, 2 y 3 estereoisómeros y lado derecho diacilglicerol: sn- 1,2, 1,3 y 2,3 isómeros

A continuación, en la tabla 1 y 2 se describe los ácidos grasos preponderantes contenidos en los aceites y grasas de 1G y 2G probados para la obtención de FAME:

Tabla 1

Ácidos grasos comunes en los aceites y las grasas probados para la producción de biodiesel

Nombre Común	Nombre Formal IUPAC	Átomos de carbono: Insaturación	Fórmula Molecular	Peso Molecular	Densidad (g/cm ³)	Estructura Molecular
Ácido caprílico	Ácido octanoico	8:0	C ₈ H ₁₆ O ₂	144.212	0.9073 ^{25°C}	
Ácido cáprico	Ácido decanoico	10:0	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	172.265	0.8858 ^{40°C}	
Ácido laurico	Ácido dodecanoico	12:0	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200.318	0.8679 ^{50°C}	
Ácido mirístico	Ácido tetradecanoico	14:0	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228.371	0.8622 ^{54°C}	
Ácido miristoleico	(Z)-9-ácido tetradecenoico	14:1	C ₁₄ H ₂₆ O ₂	226.26	- ^a	
Ácido palmítico	Ácido hexadecanoico	16:0	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	256.424	0.8527 ^{62°C}	
Ácido palmitoleico	Ácido (9 Z)-hexadec-9-enoico	16:1	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254.408	0.894	
Ácido esteárico	Ácido octadecanoico	18:0	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284.478	0.9408 ^{20°C}	
Ácido oleico	Ácido (9 Z)-Octadec-9-enoico	18:1	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282.462	0.8935 ^{20°C}	
Ácido linoleico	(9 Z, 12 Z)-Octadeca-9,12-ácido dienoico	18:2	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280.446	0.9022 ^{20°C}	
Ácido linolénico	(9 Z, 12 Z, 15 Z)-Octadeca-9,12,15-ácido trienoico	18:3	C ₁₈ H ₃₀ O ₂	278.430	0.9164 ^{20°C}	

Ácido araquídico	Ácido icosanoico	20:0	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	312.531	0.8240 ^{100°C}	
Ácido gondoico	Ácido (11 Z)-icos-11-enoico	20:1	C ₂₀ H ₃₈ O ₂	310.515	0.8826 ^{25°C}	
Ácido behénico	Ácido docosanoico	22:0	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	340.583	0.8283 ^{90°C}	
Ácido erúxico	Ácido (13 Z)-docos-13-enoico	22:1	C ₂₂ H ₄₂ O ₂	338.567	0.860 ^{56°C}	

Nota. Adaptada de *Manual de química y física*, (W. Haynes et al.), 2015, CRC PRESS

^aNo determinado

Tabla 2

Composición de ácidos grasos de aceites y grasas probados para la producción de biodiesel de 1G y 2G

Aceite y/o grasa animal	Índice de Iodo	Perfil de ácidos grasos (% en peso)													
		8:0	10:0	12:0	14:0	16:0	16:1	18:0	18:1	18:2	18:3	20:0	20:1	22:0	22:1
Maíz	103-140				0-0.3	11.7-14.5	0.2	1.4-2.6	22-32.3	52.2-61.7	0.6-0.9				
Oliva	75-94					10.5		2.6	76.9	7.5					
Palma	35-61			0.2	1.1	44.1		4.4	39.0	10.6	0.3	0.2			
Maní	86-107				0-0.5	10.8-14.2		2.1-3.3	36.4-67.1	13-43		1.6-1.8	1.0-1.1	1.9-2.7	0-0.3
Colza	94-120					4	0.1	1	14.8	14.2	9.1		10		45.1
Soya	117-143					2.3-13.3	0.2	2.4-6	17.7-30.8	49-57.1	2-10.5				0-0.3
Girasol	110-143					6.3-6.4	0.1	3.7-5.0	21.0-29.3	58.3-67.7					
Jatropha	95-107		0.1		0.1	13.6-15.1	1	7.1-7.4	34.3-44.7	31.4-43.2	0.2	0.2-0.3		0-0.2	
Karanja	81-96				0-1.6	4-8		2-9	44-71	2-18	5-7.7	1-4.7		0-4.2	
Caucho	121-144				0-0.2	9-11		8-12	17-30	35-41	14-26	0.3-1			
Ricino	81-91				0-0.1	0.9-2	0-0.2	0.7-2	2.9-6	3-6	0-0.9	0-0.4	0-0.9	2.1	^a
Grasa de pollo	76-80			0.1-0.12	0.9-1.3	21.6-23.2	5.7-6.5	6-6.4	37-41.7	18.9-20	1-1.3	1-1.1			
Manteca de cerdo	45-168	0-0.1	0-0.1	<0.5	0.5-2.5	20-32	1.7-5.0	5-24	35-62	3-16	0-1	0-1.0	0-1.3		
Sebo Vacuno	33-50		0-0.1	0-0.9	1-6	20-37	1-9	18.9-40	31-50	1-5	0.6		0-0.3		

Nota. Adaptada de *El manual del biodiesel*, (G. Knothe et al.), 2010, AOCS PRESS

^aAcido graso omega-9 insaturado y un hidroxiácido o ricinoleico 88%

A continuación, en la tabla 3 se describe la composición de TGC preponderantes en los principales aceites y grasas de 1G y 2G utilizadas para la obtención de biodiesel:

Tabla 3

Composición de principales triglicéridos en aceites vegetales y grasas utilizadas para la producción de biodiesel

Aceite vegetal y/o grasa	Composición de Triglicéridos (%)													
	LLO	LLL	LLP	OOL	PLO	PPL	OOP	LLS	LOS	OOO	PPO	PLS (0.8)	LLLn	LnLO
Maíz	(21.5)	(25.4)	(14.7)	(10.7)	(10.0)	(2.5)	(2.9)	(2.2)	(1.8)	(2.8)	(0.9)		(1.2)	(0.9)
Oliva	OOO (40-59)	POO (12-20)	OOL (12.5-20)	POL (5.5-7)	SOO (3-7)	POP (a)	POS (a)	OLnL (a)	LOL (a)	OLnL (a)	LOL (a)	OLnO (a)	PLL (a)	PLnO (a)
Palma	OLL (0.2-0.9)	PLL (1.3-3.4)	MLP (0.2-1.0)	OLO (1.3-2.3)	PLO (9.0-11.2)	PLP (6.5-11.0)	OOO (3.3-6.6)	POO (20.5-26.2)	POP (27.1-31.0)	PPP (0.7-7.2)	SOO (1.0-3.6)	POS (4.6-5.9)	PPS (0.1-1.8)	SOS (0.1-1.4)
Maní	PSO (0.6)	PPO (1)	POO (6)	SOO (4)	PPL (2)	OOO (5)	POL (13)	OOL (22)	PLL (8)	OLL (26)	LLL (6)	AOO (4)	BOL (1)	BOO (1)
Colza	LnLL (1.4)	LnLnO (1.7)	LLL (1.3)	LnLO (7.6)	LnLP (0.9)	LLO (8.4)	LnOO (10.4)	LLP (1.4)	LnOP (2.1)	LOO (22.3)	LOP (5.7)	OOO (22.4)	POO (4.6)	SOO (2.6)
Soya	POO (2.1-3.4)	SOO (1.0-1.2)	PSL (2.3-3.1)	OOO (1.4-3.3)	POL (6.4-9.4)	SOL (1.8-4.2)	OOL (6.3-11.8)	SLL (2.6-6.4)	OLL (16-25.9)	LLL (17.6-20.6)	LnLO (3.7-4.8)	LnLL (7.9-8.1)	LnLP (2.4-3.7)	LnLS (2.3)
Girasol	PSO (0.6)	POO (1.6)	SOO (1.2)	PPL (0.8)	PSL (1.2)	SSL (0.7)	OOO (2.5)	POL (6.4)	SOL (4.2)	OOL (11.8)	PLL (8.9)	SLL (6.4)	OLL (25.9)	LLL (20.6)
Ricino	ROO (3)	RLL (4)	RRO (9)	RRL (12)	RRR (69)									
Manteca de cerdo	OPO (18.4)	SPO (12.8)	OOO (11.7)	PPO (7.9)	OPL (7.2)	SOO (6.1)	POO (5.2)	SPL (2.1)	PPS (2)	SOS (2)	POS (1.9)	PPL (1.8)	OMO (1.6)	STS (1.5)
Sebo de Vacuno	POO (12.1)	POS (10.5)	SOO (5.9)	POP (5.8)	OOO (4.9)	SOS (4.8)	PPO (3.9)	SPO (3.6)	PPS (3.6)	PSS (3.2)	OPO (2.1)	SPS (1.8)	PPP (1.7)	PSP (1.6)

Nota. Adaptada de *Características físicas y químicas de aceites, grasas y ceras*, (D. Firestone), 2013, AOCS PRESS

*M: Mirístico; P: Palmítico; S: Esteárico; O: Oleico; L: Linoleico; Ln: Linolénico; La: Laurico; A: Araquídico; B: Behénico; C: Caprilico; R: Ricinoleico

**Pequeña cantidad: a

3.5 Propiedades Fisicoquímicas del AVU para la Producción de Biodiesel

Según Gunstone (2004) determina que, los principales aceites y grasas generalmente se nombran por su fuente biológica, pero cada aceite/grasa tiene una variedad de parámetros físico-químico y de composición por los cuales se pueden reconocer. Las propiedades químicas incluyen: índice de yodo (una medida de insaturación promedio), índice de acidez (un indicador de calidad, que mide ácidos libres o no esterificados), índice de peróxido (indicadores de calidad que miden el deterioro oxidativo), índice de saponificación (una medida de la longitud promedio de la cadena de acilo). Las propiedades físicas incluyen: densidad, viscosidad, punto de fusión.

A continuación, se describe las propiedades fisicoquímicas más importantes para la obtención FAME. La caracterización de estas propiedades es clave y es un requisito indispensable para la viabilidad de la reacción de transesterificación del aceite vegetal usado, ya que nos permiten distinguir los procesos unitarios correctos que se pueden realizar para obtener mejores resultados con el rendimiento y la pureza del producto principal.

3.5.1 Densidad

Según Gunstone (2004) sostiene que, la densidad de los aceites, depende de su composición química de ácidos grasos y componentes menores, así como de la temperatura.

Formo, (1979) desarrollo modelos matemáticos para predecir cambios en las propiedades físicas de los aceites con la composición de sus ácidos grasos y la temperatura. Tal es el caso que para los aceites vegetales se demostró que la densidad disminuye linealmente con el incremento de temperatura. Esta correlación toma forma mediante la siguiente ecuación:

Ecuación 2: Cálculo de la densidad en función de la temperatura

$$\rho = b + mT$$

Dónde:

ρ = densidad (g/cm³)

T= temperatura (°C) y

b y m = constantes de regresión, determinados en base a los resultados de la densidad experimental para cada uno de los aceites investigados.

3.5.2 *Viscosidad*

Según Gunstone (2004) sostiene que, la viscosidad cinemática y/o viscosidad dinámica de un aceite vegetal depende de su composición química (índice de yodo e índice de saponificación) y la temperatura de medición.

Noureddini et al, (1992) desarrollo ecuaciones que permiten el cálculo de la viscosidad a partir de parámetros como la temperatura y aplico una variedad de aceites y ácidos grasos a diferentes temperaturas. Tal es el caso que para los aceites vegetales se ha demostrado que la viscosidad disminuye logarítmicamente con el aumento de la temperatura. Esta correlación presenta la siguiente forma:

Ecuación 3: Calculo de la viscosidad en función de la temperatura

$$\ln \mu = A + \frac{B}{T + C}$$

Dónde:

μ = viscosidad (cps)

T= temperatura (°K) y

A, B y C= constantes de regresión, determinados en base a los resultados de la viscosidad experimental para cada uno de los aceites y ácidos grasos investigados.

3.5.3 *Punto de Fusión*

Según Gunstone (2004) sostiene que, el punto de fusión de los TGC está relacionado con los ácido grasos presentes y generalmente exhiben un rango de temperaturas de fusión y no un punto de fusión definido. Para un ácido graso su punto de fusión depende de la longitud de la cadena y del número y posición de los dobles enlaces. El punto de fusión aumenta al aumentar la longitud de la cadena y disminuye al aumentar insaturación *cis*. La configuración *trans* tienen un punto de fusión significativamente más alto que su isómero *cis*.

Según AOCS y sus métodos de ensayo, indica que el punto de fusión de una grasa debe definirse como la temperatura a la que la grasa se vuelve visualmente transparente y líquida.

3.5.4 *Índice de Yodo (IY)*

Según Gunstone (2011) define que, el índice de yodo (IY) mide el grado de insaturación de una grasa o aceite y lo indica como el número de gramos de yodo absorbidos por 100 gramos de grasa.

Un parámetro importante de diferentes aceites vegetales y grasas es la cantidad de insaturación de los ácidos grasos constituyentes; ya que según la literatura consultada existe

una relación del índice de yodo con el número de cetano, es decir a mayor grado de insaturación (mayor índice de yodo) del aceite se obtendrá un éster alquílico con menor índice de cetano. Así también, a mayor grado de insaturación el punto de fusión del biodiesel será menor, como se mencionó en los ítems anteriores que los aceites y las grasas están constituidos por diversos ácidos grasos (saturados e insaturados) con distintos puntos de fusión, los mismo que solidifican y se funden en un rango de temperaturas. También se recalca que el grado de insaturación está relacionado con la estabilidad oxidativa a mayor índice de yodo (mayor insaturación) entonces mayor es la susceptibilidad a la oxidación.

3.5.5 *Índice de Acidez (IA)*

Según Neagu et al. (2013) define que, el nivel de ácido graso libre se mide como el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos libres presentes en un gramo de aceite, (ácidos grasos libres que no se encuentran unidos al glicérido).

El índice de acidez (IA) mide los AGL y generalmente se considera uno de los principales parámetros para reflejar la calidad del aceite, el grado de refinación y el cambio de calidad durante el almacenamiento. Sin embargo, los aceites vegetales usados en frituras contienen AGL superior al 1% lo que afecta al rendimiento y especificaciones del biodiesel producido. Así mismo, potencia reacciones de reversibilidad química por lo que su tratamiento es esencial antes del paso de la transesterificación. Un valor alto de este parámetro demuestra que el aceite posee una alta cantidad de AGL productos de la reacción de hidrólisis.

3.5.6 *Índice de Peróxido (IP)*

Según Gunstone (2011) define que, el índice de peróxido (IP) se mide como los miliequivalentes de oxígeno activo (peróxidos R-OOH) contenidos en un kilogramo de grasa. Las moléculas de hidroperóxidos reaccionan con yoduro de potasio acidificado para liberar yodo que puede determinarse volumétricamente por reacción con tiosulfato de sodio. Esto significa que, en un aceite con un índice de peróxido 2, se ha oxidado alrededor del 0,1% de las moléculas olefinínicas. El aceite refinado debe tener un índice de peróxido inferior a 1. Se considera que una grasa está rancia con un índice de peróxido de 10 cuando se percibe olores y sabores desagradables. El deterioro oxidativo puede controlarse almacenándolos a temperatura ambiente o de refrigeración, ya que los cambios pueden acelerarse a temperaturas elevadas. Sin embargo, la reacción a temperaturas más altas no siempre es un buen predictor de las reacciones que ocurren a temperaturas más bajas.

3.5.7 Índice de Saponificación (IS)

Según Gunstone (2004) define que el número de saponificación es el peso (KOH) en miligramos, necesario para saponificar un gramo de grasa. Este parámetro es inversamente proporcional al peso molecular de la grasa. Por consiguiente, si mayor es el peso molecular, menor será el Valor de saponificación.

3.5.8 Material Insaponificable

Según Gunstone (2004) sostiene que, cuando se hidroliza una grasa o un aceite natural, se obtienen ácidos grasos (solubles en álcali acuoso), glicerol (soluble en agua) y otros materiales (insolubles en álcali acuoso). Este último se describe como material insaponificable o no saponificable. Incluye esteroides, tocoferoles, alcoholes de cadena larga, etc. El material insaponificable es normalmente menos del 1% del aceite total, aunque a veces es mayor.

Mismo conocimiento lo sostiene Zarrouk et al. (2009) que los (tocóferoles, dialcoholes triterpénicos y fitoesteroides) son componentes bioactivos que se encuentran en todos los aceites vegetales y constituyen la mayor proporción de la fracción no saponificable, identificándolos en el siguiente orden: colesterol, brasicasterol, campesterol, estigmasterol, β -sitosterol, Δ -5-avenasterol, entre otros.

A continuación, en la tabla 4 se describe los parámetros fisicoquímicos de los principales aceites y grasas destinadas para la obtención de FAME:

Tabla 4

Propiedades fisicoquímicas de principales aceites y grasas destinadas para la obtención FAME

Aceites y/o grasas	Propiedades Fisicoquímicas						Insaponificable %
	Densidad (g/cm ³)	Viscosidad cinemática (cts a 37.8°C)	Punto de fusión (°C)	Índice de yodo (IY)	Índice de acidez (IA)	Índice de saponificación (IS)	
Maíz	0.916-0.921 ^{25°C}	34.9	-18 a -10	107-135	8.40	156-196	1-3
Linaza	0.924-0.930 ^{25°C}	27.2	-20 a -16	155-205	1.09	180-196	0.1-2
Oliva	0.918 ^{15°C}	39 ^{40°C}	a	75-94	0.84	a	a
Palma	0.899-0.914 ^(40/20)	39.4 ^{40°C}	24-30	14-24	2.54	230-257	0-1
Maní	0.910-0.915 ^{25°C}	39.6	-5 a -2	73-107	a	184-196	<10
Colza	0.910-0.920 ^(20/20)	37.0	a	94-120	1.39	168-183	0-2
Soya	0.916-0.922 ^{25°C}	32.6	a	118-139	0.94	188-195	0-2
Girasol	0.918-0.923 ^(20/20)	37.1	a	115-145	1.33	186-196	0-0.5
Jatropha	0.94 ^(15°C)	34 ^{40°C}	a	95-110	9.81	185-210	0.9
Karanja	0.9358 ^{15°C}	38.8 ^{40°C}	a	81-96	13.92	177-193	0.3-9.2

Caucho	0.922- 0.932 ^{15°C}	33.89 ^{40°C}	a	121-144	45.32	186-198	0.5-1.8
Ricino	0.945- 0.965 ^{25°C}	251 ^{40°C}	-18 a -10	81-91	0.94	176-187	0.8-1.2
Grasa de pollo	0.914- 0.924 ^{15.5°C}	39.53 ^{40°C}	30-34	76-80	0.63	194-204	a
Manteca de cerdo	0.894- 0.906 ^(20/20)	41.06 ^{40°C}	a	45-168	0.56	192-203	12
Sebo Vacuno	0.893- 0.904 ^(20/20)	46.37 ^{40°C}	a	32-50	1.07	190-202	12

Nota. Adaptada de *Características físicas y químicas de aceites, grasas y ceras*, (D. Firestone), 2013, AOCS PRESS

^aNo detallada en la literatura

3.6 Alcoholes para la Obtención de Biodiesel

La molécula orgánica mayormente utilizada en la familia de los alcoholes para la producción de biodiesel es el alcohol primario metanol, aun cuando se utilizan otros alcoholes como el etanol. Un factor importante para la calidad del biocombustible y el rendimiento de transesterificación es el contenido de agua en el alcohol y sin desnaturalizar.

3.6.1 *Metanol*

Según la Enciclopedia de Química Industrial (2004) define el metanol como un líquido incoloro y polaridad relativamente alta se utiliza como un disolvente orgánico típico pudiendo disolver sustancias con polaridad alta y media, es miscible con agua, alcoholes, diversos disolventes orgánicos y, en cierta medida, con aceites y grasas. Su reactividad está determinada por el grupo hidroxilo funcional.

El metanol, es llamado "alcohol de madera" es una sustancia química con fórmula CH_3OH , es un grupo metilo que está unido a un grupo oxhidrilo, es un disolvente polar y se usa comúnmente en la producción de biodiesel por su reactividad, bajo costo, facilidad de recuperación es decir no forma azeótropo después de la reacción, estas características atractivas le atribuyen para ser utilizado en la conversión química de TGC y AGL. Se prefiere el metanol obtenido de biomasa porque es compatible como reactivo ecológico para producir biodiesel.

3.6.2 *Etanol*

El etanol, también conocido como "alcohol de grano", no se usa comúnmente en la fabricación de biodiesel debido a su baja reactividad en comparación con el metanol, es decir el etóxido es menos nucleofílico que el metóxido, tiene tendencia a la formación de emulsiones difíciles de separar. Por consiguiente, estas características atractivas no le atribuyen para ser utilizado en la conversión química de TGC y AGL.

Mismo argumento lo sostiene Joshi et al. (2010) que al transesterificar aceite de soya usado con metanol la formación de FAME fue más rápida en comparación con los FAEE.

Tabla 5

Tipos de alcoholes utilizados para la producción de FAME

Alcoholes	Fórmula	Peso molecular	Punto de ebullición (°C)	Punto de Fusión (°C)	Densidad (g/ml)
Metanol	CH ₄ O	32.042	64.6	-97.53	0.7914
Etanol	C ₂ H ₅ O	46.068	78.29	-114.14	0.7893

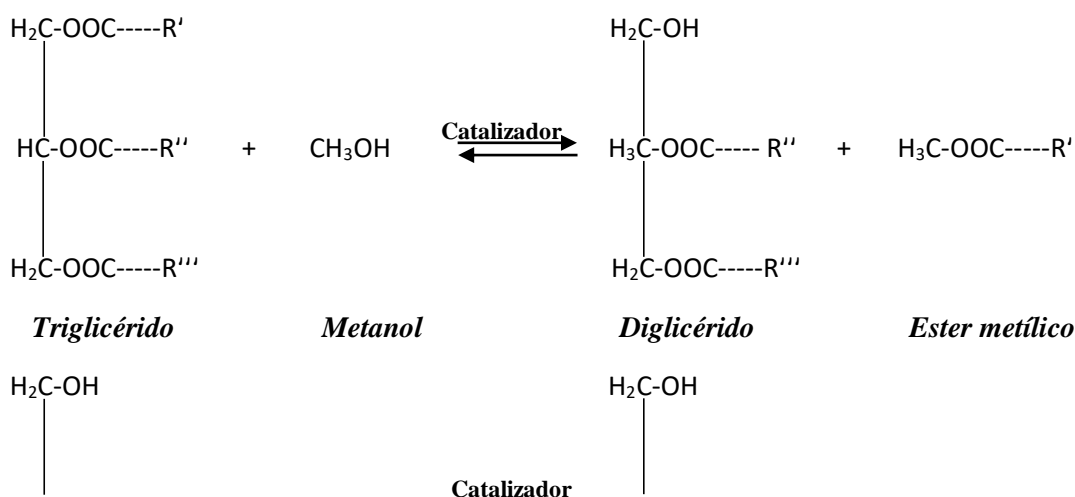
Nota. Adaptada de *Manual de química y física*, (W. Haynes et al), 2015, CRC PRESS

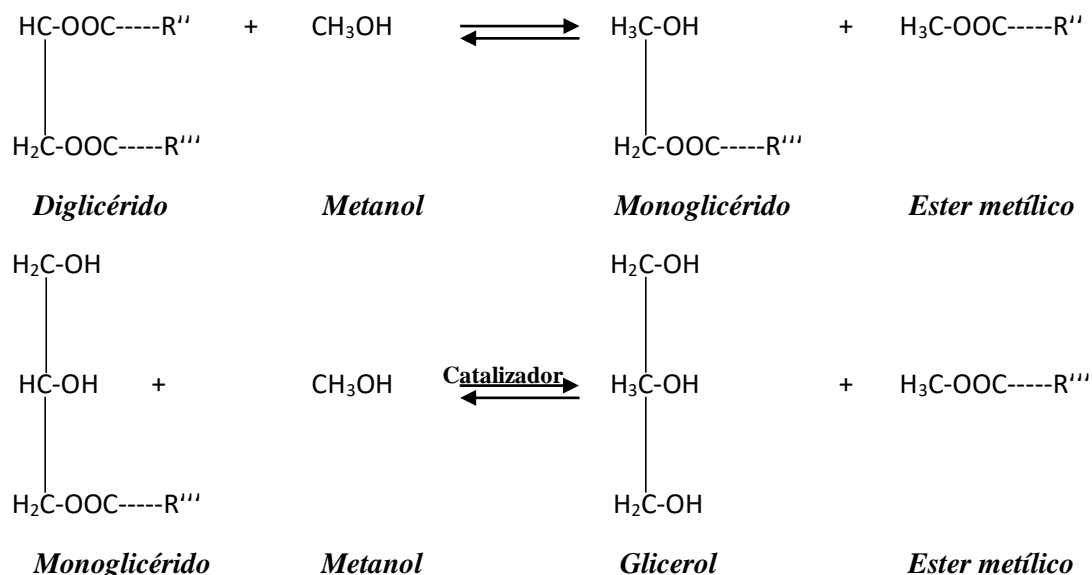
3.7 Reacción Principal de Transesterificación

Lourinho y Brito (2014) definen que, es un proceso químico mediante el cual las moléculas de grasa lipídica de triglicéridos se rompen en ésteres metílicos (biodiesel) utilizando metanol y catalizador (ácido-básico). La reacción de transesterificación consta de varias reacciones consecutivas y reversibles en las que una mol de acilglicéridos reacciona con una mol de alcohol y se forma una mol de éster en cada paso.

La reacción se manifiesta en tres reacciones consecutivas reversibles en donde 1 molécula de TGC reacciona con 1 molécula de CH₃OH para formar 1 molécula de éster metílico y 1 molécula de diglicérido. Así mismo 1 molécula de diglicérido reacciona con 1 molécula de alcohol para formar 1 molécula de éster metílico y 1 molécula de monoglicérido. Finalmente, 1 molécula de monoglicérido reacciona con 1 molécula de alcohol para formar 1 molécula de éster metílico y 1 molécula de glicerol.

A continuación, en la siguiente ecuación química se describe las 3 reacciones reversibles que se manifiestan en la reacción de transesterificación para obtener éster alquílico y glicerol:



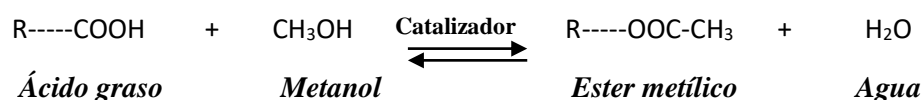


Para que se lleve a cabo la transesterificación, se requiere de tres moles de CH_3OH por cada mol de TGC tal como se muestra la reacción. Sin embargo, la reacción no necesariamente avanza en dirección de la flecha, es decir a lado derecho de la ecuación; ya que no todas las reacciones se completan fácilmente. Para forzar el equilibrio químico en la dirección de los productos, es posible que sea necesario variar uno o más variables de la reacción, dichas variables incluyen: relación molar, temperatura, presión, catalizador, entre otras.

3.8 Reacción Secundaria Esterificación

La reacción de esterificación resulta esencialmente de la interacción de una molécula de ácido graso de cadena alquílica comprendida entre 8 y 22 átomos de carbono generalmente, siendo las cadenas más frecuentes de 16 y 18 átomos de carbono, con una molécula de alcohol (metanol) en presencia de un catalizador (ácido), para producir 1 molécula de éster alquílico y 1 molécula de agua. Dicha reacción se manifiesta por la pérdida de agua cuya desprotonación produce una mol de éster. Considerada también como esterificación de Fischer-Speier.

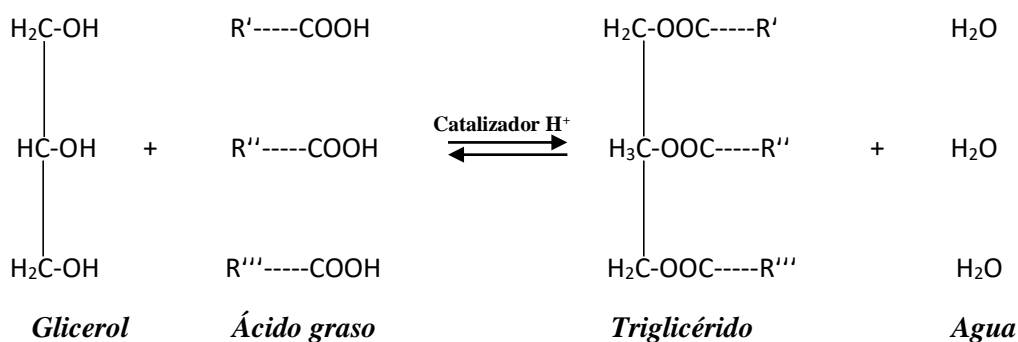
A continuación, en la siguiente ecuación química se describe la reacción general de esterificación de ácido graso con metanol:



Mismo argumento lo sostiene Van Gerpen y Knothe (2010) que, cuando el nivel (AGL >5%), se puede usar un catalizador ácido como H_2SO_4 para esterificar los AGL a ésteres metílicos. Este proceso se utiliza como pretratamiento del aceite para convertir los AGL en ésteres metílicos, reduciendo allí el nivel de AGL. Posteriormente, el aceite pretratado con bajo

contenido de AGL se transesterifica con un catalizador alcalino como KOH para convertir los TGC en ésteres metílicos.

La reacción esterificación de ácidos grasos libres también se puede manifestar con la presencia de polialcoholes como la glicerina produciendo tres reacciones reversibles consecutivas formando 1 molécula de triglicérido y 3 moléculas de agua. Es decir, la glicerina se convierte nuevamente en mono, di y triglicérido y se forma 1 mol de agua en cada reacción. A continuación, en la siguiente ecuación química se describe la reacción general de esterificación de ácidos grasos con glicerol:



En este sentido se justifica entonces que, para favorecer el equilibrio químico de la reacción de esterificación hacia los productos es de suma importancia considerar el ajuste apropiado de las variables experimentales como: relación alcohol: aceite y un catalizador solido adsorbente, en donde la fuerza del ácido y el número de sitios ácidos jueguen un papel vital en el control de la actividad y selectividad de las reacciones y producir cantidades de glicerol sin reaccionar.

3.9 Reacción de Hidrólisis

A continuación, en la siguiente ecuación química se describe la reacción inversa de hidrólisis acida del éster metílico en donde 1 molécula de agua reacciona con 1 molécula de éster alquílico para formar 1 molécula de ácido graso y 1 molécula de alcohol:

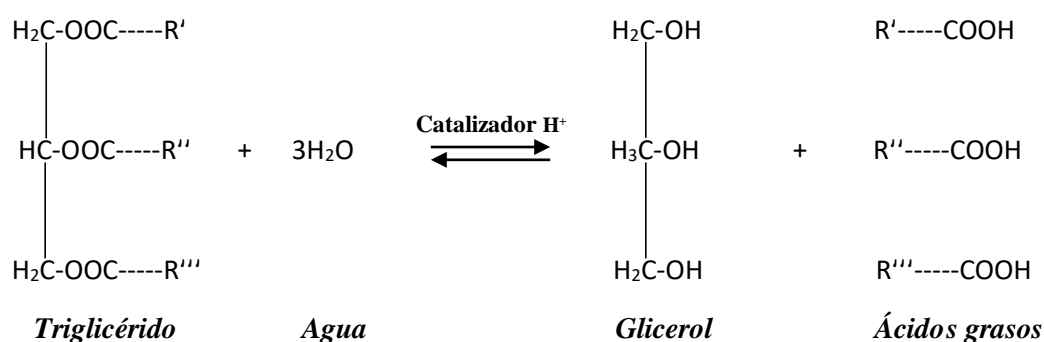


Como se señaló anteriormente la necesidad de reducir los AGL en el aceite mediante el uso de una técnica catalizada por ácido liquido produce un exceso de agua que proviene de la reacción acido-base del agua y del ácido fuerte lo que desencadena a la reversibilidad y no se completa.

La ausencia de humedad en la esterificación es imprescindible porque de acuerdo con la ecuación (que se muestra para los ésteres metílicos), puede ocurrir la hidrólisis de los ésteres de alquilo formando AGL. De manera similar, sucede con los triacilgliceroles que también son ésteres y al reaccionar con agua puede formar AGL.

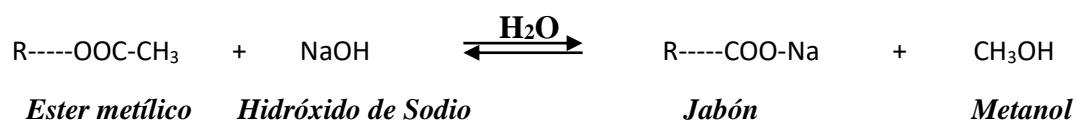
Por consiguiente, la reacción de hidrólisis también se manifiesta con la presencia de triglicéridos que no se consumieron de los aceites y las grasas de la reacción principal, es decir son hidrolizados o reaccionan con el agua en condiciones ácidas para formarse en sus 3 moléculas de ácidos grasos constituyentes y glicerol.

A continuación, en la siguiente ecuación química se describe la reacción inversa de hidrólisis ácida de triglicéridos:



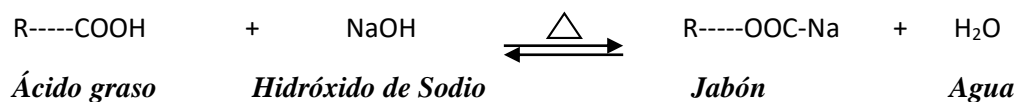
3.10 Reacción de Saponificación

A continuación, en la siguiente ecuación química se describe la reacción general de saponificación del éster metílico. Es decir, el enlace del éster se rompe por medio de la hidratación del ion hidróxido y se crea una nueva molécula de alcohol y jabón.



Así mismo la reacción de hidrólisis en condiciones básicas se manifiesta también en los AGL presentes en la materia prima los cuales son neutralizados mediante la adición de una base fuerte generalmente (NaOH, KOH). Es decir, 1 molécula de ácido graso libre es atacada en su grupo carbonilo por 1 ion hidróxido de la base, para formar 1 molécula de jabón y 1 molécula de agua.

A continuación, en la siguiente ecuación química se describe la reacción general de saponificación de ácidos grasos libres:



Se justifica entonces según las reacciones analizadas que la reacción de transesterificación debe darse con mayor rendimiento para obtener biodiesel. Sin embargo, el aceite no es puro al 100% es decir no solo contiene TGC si no también AGL y es allí donde radica el problema ya que si utilizamos un catalizador ácido para neutralizar ese porcentaje de ácido se origina dos reacciones: la esterificación que forma el éster y agua y la reacción inversa de hidrólisis, ya que el catalizador ácido en agua genera la reacción ácido-base según la teoría de Brønsted & Lowry, es decir su protón del ácido (H^+) se disocia y se forma el ion hidronio (H_3O^+) produciéndose así la reversibilidad química. Así mismo si se utiliza un catalizador básico se origina la reacción de hidrólisis básica o saponificación formando jabones. Por consiguiente, los ésteres formados generan una reacción inversa con la base fuerte formándose una sal de carboxilato y alcohol.

Por lo tanto, un ácido puede verse como un compuesto que produce (H_3O^+) cuando se disuelve en agua más allá del (H_3O^+) presente en el agua neutra de todos modos. Por el contrario, una base produce (OH^-) cuando se disuelve en agua más allá del (OH^-) presente en el agua neutra.

Se deduce entonces que el concepto ácido-base aplicado a la química orgánica de ácidos grasos derivado de aceites y grasas son ácidos carboxílicos muy débiles. Por lo tanto, la molécula de ácido graso es $-\text{COOH}$ su protón puede disociarse para dar $-\text{COO}^-$ y H^+ . Así mismo los ácidos grasos también pueden formar sales, en las que el H^+ es reemplazado por algún catión como Na^+ o K^+ .

Por consiguiente, es de suma importancia estudiar un catalizador sólido neutro que pudiera llevar a cabo simultáneamente la esterificación de AGL y la transesterificación de TGC, que no reaccione o se consuma como se ha evidenciado en los casos anteriores según (reacciones de hidrólisis en medio ácido o básico). La catálisis heterogénea es considerada un proceso verde donde no se requiere recuperación del catalizador ni etapas de tratamiento acuoso.

3.11 Sistema Catalítico en la Reacción de Transesterificación

Según Compendio de Terminología Química publicado por la IUPAC (2014) define el concepto de “catalizador químico” como una sustancia que incrementa la velocidad de una reacción química sin alterar la energía libre de Gibbs estándar de la misma.

Los catalizadores se clasifican en catalizadores homogéneos, catalizadores heterogéneos y catalizadores biológicos o enzimas. Los catalizadores homogéneos son aquellos que son solubles en las fases de los reactivos y productos. Los catalizadores heterogéneos son aquellos que son insolubles en las fases de los reactivos y productos, es sólido y su área de superficie de contacto es selectiva en medio de la reacción. Los catalizadores biológicos son aquellos microorganismos, enzimas, proteínas cuyo objetivo es optimizar la reacción de forma selectiva reconociendo la molécula correcta (sustrato) y transformarla en un nuevo producto.

3.11.1 *Catalizadores Homogéneos*

Los catalizadores homogéneos son los más empleados para investigación (laboratorio) y a escala industrial en plantas que procesan aceite vegetal para obtención de biodiesel. En este proceso catalítico los catalizadores, los reactantes y productos se encuentran en una única fase dificultando los procesos de separación y purificación del producto principal (FAME) y del subproducto (glicerol). Se clasifican según su carácter ácido o básico:

Catalizador ácido homogéneo: Los catalizadores más utilizados para esterificar materias primas que contienen un alto contenido de AGL son el H_2SO_4 , HCl y H_3PO_4 . Sin embargo, disminuyen la velocidad de reacción haciéndola más lenta. Por consiguiente, incrementa las variables de proceso como temperatura, relación alcohol/aceite y tiempo, causan problemas de corrosión, su presencia dificulta el proceso de purificación del biodiesel y glicerol a extremo de implementar equipos de extracción de líquido, lavado con agua, recuperación del metanol, etc.

Catalizador básico homogéneo: La transesterificación de triglicéridos con catalizadores básicos ($NaOH$ y/o KOH) y/o metóxidos de Na o K , es el proceso más utilizado en la industria del biodiesel debido a su alta disponibilidad comercial y bajo costo. Sin embargo, su limitación de estos catalizadores básicos es la presencia de AGL en la materia prima lo que origina la formación de moléculas de jabón, presentan inconvenientes en las etapas de purificación y lavado del producto por la reacción de saponificación teniendo que emplearse volúmenes de agua de lavado consecuentemente con el tratamiento de aguas residuales debido a los niveles

residuales de Na o K. Estos catalizadores son muy solubles en metanol y forman sus respectivos alcóxidos.

3.11.2 *Catalizadores Heterogéneos*

Los catalizadores heterogéneos son sólidos por naturaleza e inorgánicos los cuales pueden tener carácter ácido o básico y bifuncional, se encuentran en fase diferente que los reactantes y productos, son recuperables por decantación o filtración y pueden ser reutilizables. Sin embargo, su mayor dificultad es la lixiviación ya que son proclive a envenenarse y perder su actividad catalítica. Estos catalizadores pueden generar mayores eficiencias y menores costos de producción, ya que son respetuosos con el medio ambiente en el sentido que no implican grandes cantidades de agua durante la purificación del éster metílico.

Catalizador ácido heterogéneo: Los catalizadores ácidos heterogéneos son los que mejores reemplazan a los ácidos líquidos homogéneos principalmente para eliminar los problemas de corrosión y efectos ambientales negativos que presentan los ácidos líquidos. Estos catalizadores son insensibles a su composición de AGL y H_2O en la materia prima, son capaces de catalizar la reacción de esterificación y transesterificación simultáneamente y no presentan dificultad en la separación del producto.

Catalizador básico heterogéneo: Los catalizadores básicos heterogéneos son más activos que los catalizadores ácidos heterogéneos. La reacción ocurre en condiciones experimentales suaves sin consumo alto en energía, se separan por gravedad (decantación o filtración) sin utilizar agua como agente de limpieza simplificando etapas de neutralización y lavado, son reutilizables y regenerables.

Según Chouhan y Sarma (2011) clasifico a los catalizadores ácidos heterogéneos en: Zeolitas ácidas, Heteropoliácidos (HPAs), óxidos metálicos: (ZrO_2) , (TiO_2) , resinas de intercambio iónico, sólidos inorgánicos funcionalizados y a los catalizadores básicos heterogéneos en: óxidos derivados de hidrotalcitas, óxidos metálicos básicos: CaO y MgO, mezcla de óxidos metálicos y óxidos metálicos dopados, óxidos de metales alcalinos y alcalinotérreos soportados y catalizadores heterogéneos basados en materiales de desecho.

3.11.3 *Catalizadores Biológicos*

La catálisis enzimática ocurre sin la generación de jabones, el producto principal es de fácil recuperación, las condiciones de reacción son suaves, insensible al aceite con alto contenido de AGL, el catalizador puede reutilizarse y regenerarse reduciendo los problemas de

A continuación, en la siguiente tabla 6 se presenta un resumen de diferentes tipos de catalizadores utilizados para la esterificación de AGL y transesterificación de TGC de diferentes tipos de aceites:

Comparación de catalizadores (homogéneos, heterogéneos y biológicos) en condiciones experimentales de reacción

Catalizador	AGL%/Materia prima	VARIABLES DE PROCESO EN LA REACCIÓN					Rendimiento Biodiesel %	Reactor Bath
		Temperatura (°C)	Relación molar (alcohol:aceite)	% p/p catalizador	Tiempo (hr)	R.P. M.		
Catalizador Acido Homogéneo								
HCL	- ^a /aceite de girasol	100	- ^a	1.85 % p/v	1	- ^a	95.2	Agitador magnético y condensador Allihn
H ₂ SO ₄	44.5/aceite vegetal usado	50	6:1	3	1	- ^a	>90	Agitador magnético y condensador Allihn
Catalizador Básico Homogéneo								
NaOH	- ^a /aceite de cachaza	45	3:1	1.84	0.92	- ^a	85.22 ^b	Agitador mecánico con placa calefactora
KOH	>2/aceite de jatropa	55	9:1	1	1	1000	98.53	Agitador mecánico digital
Catalizador Acido Heterogéneo								

SO ₄ ²⁻ /ZrO ₂	2.95/aceite de colza	170	20:1	3	1	600	86	Agitador magnético con calefacción regulable
SO ₄ ²⁻ /TiO ₂ /La ₃ ⁺	79.9/aceite de cocina usado	110	10:1	5	1	- ^a	96.16	Autoclave a escala de laboratorio
Catalizador Básico Heterogéneo								
Sr/MgO	- ^a /aceite de soya comercial	65	12:1	5	0.5	- ^a	93	Agitador magnético y condensador Allihn
Cascara de huevo (pato y pollo)	- ^a /aceite de palma	65	9:1	20	4	- ^a	94.49	Agitador magnético y condensador Allihn
Catalizador Enzimático								
R. oryzae inmovilizada	- ^a /aceite de linaza	35	12:1	20	72	- ^a	92	Reactor lecho empacado (PBR)
B. cepacia inmovilizada	- ^a /aceite de jatropa	35	6.6:1	10	24	150	94	Incubadora con control de T°C y RPM

Nota. Adaptada de “Producción de biodiesel mediante catalizadores de óxidos metálicos sólidos” (p. 203-221), (A. Refaat), 2011, *Ciencia y tecnología ambiental*, 8

^aNo indica en la referencia

^bGrado de conversión de biodiesel

*Cachaza es un residuo que se produce en la industria azucarera de la región Lambayeque, tal como indica en su investigación Rivera, L. (2014)

En efecto la innovación de la presente tesis con respecto a la literatura mencionada consiste en utilizar un catalizador solido heterogéneo PtO para la transesterificación de residuos de aceite vegetal y metanol, ya que hasta donde se conoce no existe informes previos del uso de (Pt) y/o su oxido (PtO) como catalizador para la síntesis de biodiesel.

3.12 Variables que Intervienen en la Reacción de Transesterificación

El rendimiento FAME a partir de la reacción de transesterificación de TGC y esterificación de AGL depende de las variables del proceso las cuales tiene influencia directa en la calidad y rendimiento del biocombustible. Estas variables están relacionadas directamente con la calidad del aceite y/o grasa animal, tipo de alcohol, tipo de catalizador (homogéneo, heterogéneo y biológico), temperatura de reacción, relación molar alcohol/aceite, tiempo de

reacción, velocidad de mezclado, entre otras variables que generen un efecto significativo en el rendimiento del biocombustible.

3.12.1 *Temperatura de Reacción*

Mittelbach & Remschmidt (2004) definen que la variable temperatura es uno de los parámetros más significativos a considerar en la transesterificación química de TGC sobre el rendimiento de metil éster.

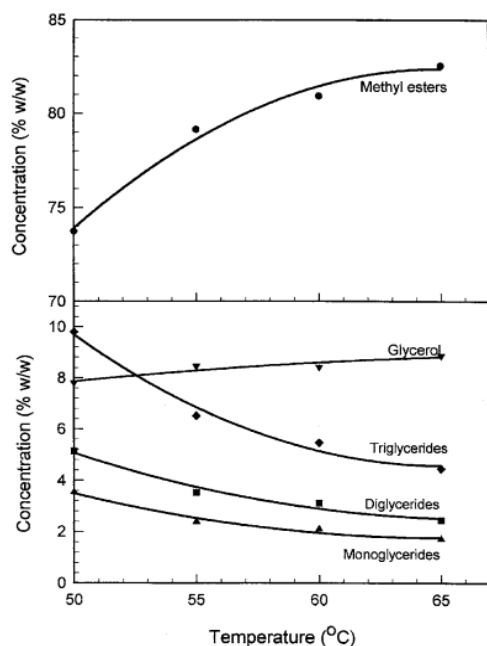
La variable temperatura se explica cómo el factor que causa el movimiento al azar de un lado a otro de las moléculas reaccionantes aumentando así su energía cinética (E_c), lo suficiente y necesaria para producir el choque molecular o colisión efectiva del TGC con el metanol y den lugar a la formación del producto o FAME. El aumento de la energía cinética permite el reordenamiento de los enlaces (ruptura de enlaces y formación de nuevos enlaces). Dicho esto, las moléculas se acercan y su nube de electrones se repelen por lo que se requiere de una energía mínima (energía de activación) que proviene de la energía térmica del sistema y que se determina experimentalmente efectuando la reacción a diferentes temperaturas para vencer la repulsión y las moléculas se acerquen lo suficiente para así producir un reordenamiento de sus enlaces y formación de nuevas moléculas o esteres de alquilo.

La temperatura es la variable más representativa para determinar el rendimiento de biodiesel ya que su intervención en la reacción de transesterificación y esterificación de TGC y AGL respectivamente disminuyen la viscosidad del aceite, incrementa la transferencia de masa y energía y disminuye el tiempo de reacción. Generalmente la transesterificación se realiza cerca al punto de ebullición del metanol para evitar pérdidas por evaporación del metanol a presión atmosférica ya que se forman burbujas que delimitan la reacción en la interfase alcohol/aceite/biodiesel.

A continuación, en la siguiente figura 5 se muestra cómo influye la temperatura sobre el % FAME al experimentar la reacción de transesterificación:

Figura 5

Efecto de temperatura de transesterificación del aceite de palma usado sobre el %FAME



Nota. Recuperada de “Cinética de transesterificación del aceite de palma usado en un reactor discontinuo” (p.1265), (D. Darkono & M. Cheryan), 2000, *JAACS*, 77 (12)

3.12.2 Relación Molar Metanol: Aceite

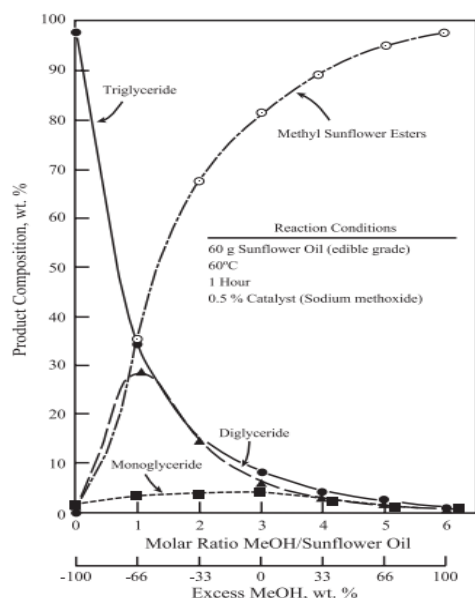
La variable relación molar CH_3OH : TGC se explica cómo la variación molecular o concentración de los reactantes dentro del sistema de reacción por lo cual se inducirá la probabilidad de incrementar colisiones efectivas de TGC con metanol y dar paso a la formación del producto o FAME. En consecuencia, la velocidad de reacción aumentará al variar las concentraciones. Dicho esto, las moléculas y su afinidad electrónica aumentarán y se verán afectadas por el incremento de colisiones por unidad de tiempo.

La variable significativa que afecta el rendimiento de FAME es la estequiometría de la reacción del alcohol y triglicéridos ya que según la reacción principal se necesita 3 moléculas de CH_3OH para reaccionar con 1 molécula de TGC y producir 3 moléculas de éster alquílico y 1 molécula de glicerol. Sin embargo, la transesterificación es una reacción de equilibrio reversible por lo cual se recomienda evaluar experimentalmente la necesidad de un aumento de alcohol para desplazar el equilibrio químico hacia los productos y obtener una rápida velocidad de transesterificación en un tiempo corto. Así mismo, se evitaría que el producto principal

contenga intermedios (mono - diglicéridos), los cuales se cristalizan en FAME al extremo de causar taponamiento en los filtros del motor.

Figura 6

Efecto de diferentes relaciones molares alcohol: aceite sobre el %FAME e intermedios



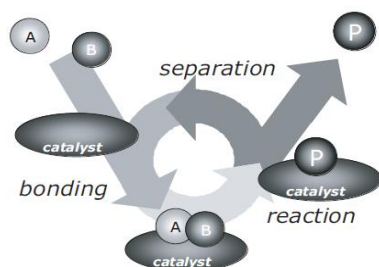
Nota. Recuperada de “Variables que afectan los rendimientos de ésteres grasos de aceites vegetales usados transesterificados” (p.1639), (B. Freedman et al.), 1984, *JAACS*, 61 (10)

3.12.3 Catalizador

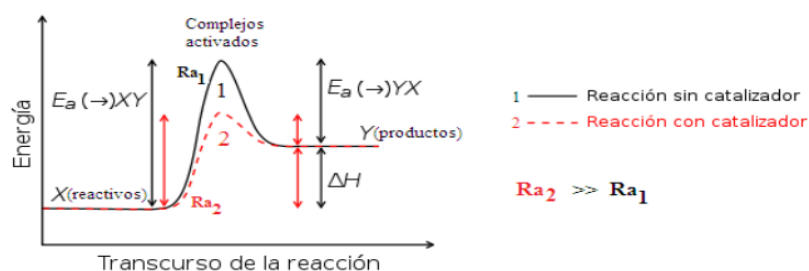
La variable catalizador se explica como el factor que modifica la velocidad de la reacción, es decir impulsa una ruta molecular o (mecanismo) sin alterar su equilibrio termodinámico, en donde las moléculas reaccionan formando enlaces con el catalizador y pasan secuencias de pasos elementales con pequeñas energías de activación de forma que la cresta más alta del sistema de reacción es más baja en comparación con el sistema de reacción sin el catalizador.

Su objetivo es bajar la energía de activación de la reacción predisponiendo la conversión química de reactantes a productos modificando el camino o mecanismo que sigue una reacción para llevarlo por el mecanismo de menor energía.

Según Fogler (2008) define que un proceso catalítico heterogéneo el catalizador se encuentra en estado sólido y ocurre entre la interfase del fluido y el sólido, es decir el catalizador activa su fuerza base o sitios básicos sobre los reactantes modificando su actividad y selectividad de conversión en productos deseados sin modificar su equilibrio termodinámico.

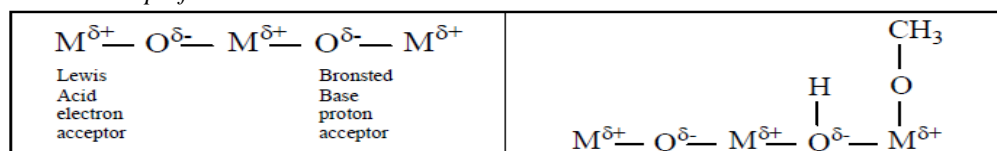
Figura 7*Ciclo de un Sistema Catalítico*

Nota. Recuperada de *Conceptos de catálisis y cinética moderna* (p.2), (I. Chorkendorff & J. Niemantsverdriet), 2003, Wiley-VCH

Figura 8*Energía de activación de una reacción con catalizador y sin catalizador*

Nota. Recuperada de *Efecto del catalizador sobre la energía de activación* (p.17), (A. Salazar), 2014

En la actualidad no siempre se tiene conocimiento de estos mecanismos de reacción que siguen estas reacciones catalíticas es evidente cuanto más avanza la investigación científica se descubren nuevas reacciones catalizadas con más rutas diferentes de nuevos catalizadores.

Figura 9*Estructura superficial de óxidos metálicos*

Nota. Recuperada de *Conceptos de catálisis y cinética moderna* (p.176), (I. Chorkendorff & J. Niemantsverdriet), 2003, Wiley-VCH

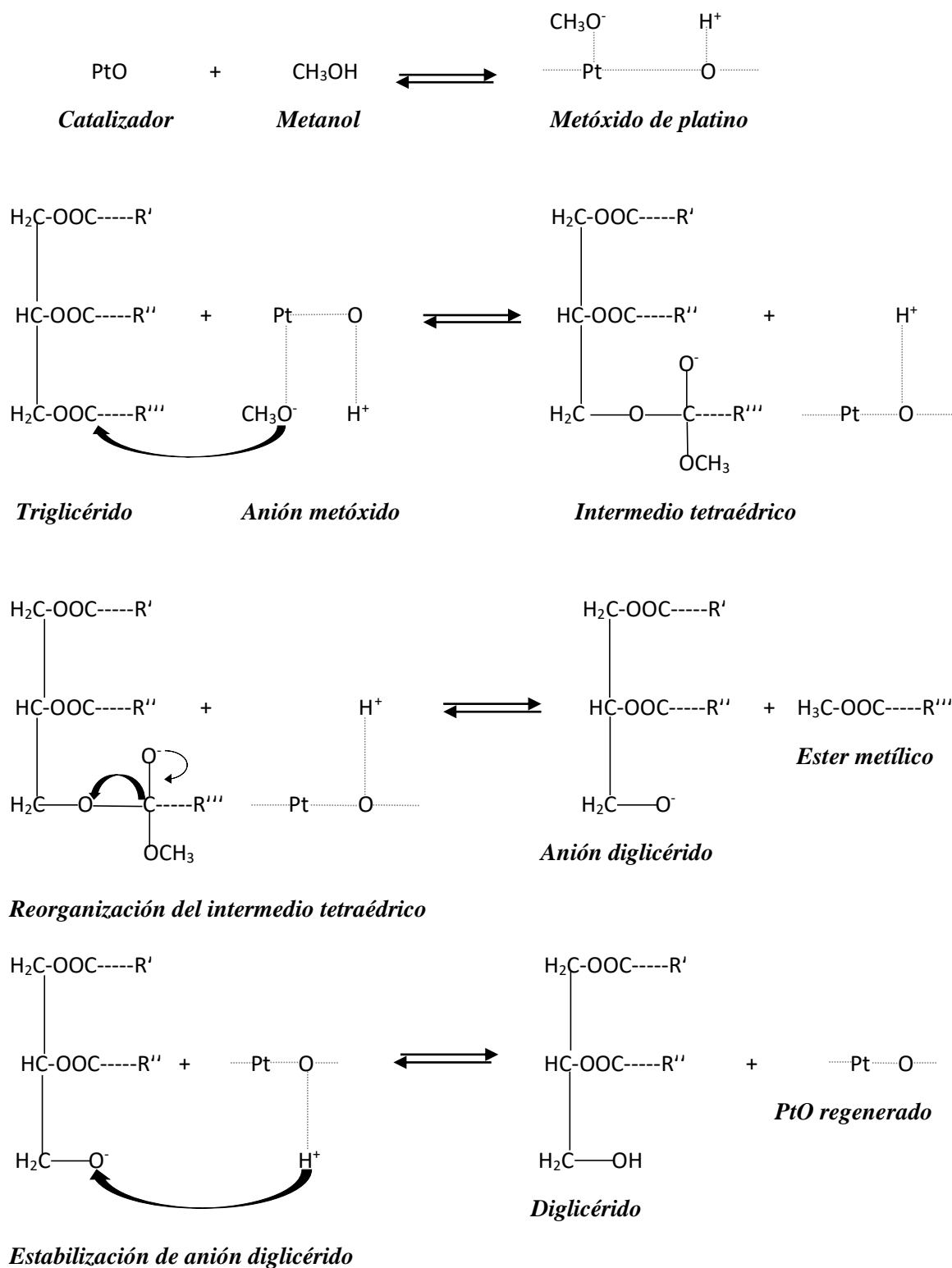
Según Chorkendorff y Niemantsverdriet (2003) definen que, la estructura de los óxidos metálicos está formada por iones metálicos positivos (cationes) que poseen acidez de Lewis, es decir, se comportan como aceptores de electrones, e iones negativos de oxígeno (aniones) que se comportan como aceptores de protones y por lo tanto son bases de Brønsted.

3.12.3.1 Principales Propiedades del Catalizador PtO para la Transesterificación. Según PubChem (2021) define que, el monóxido de platino (PtO) es un compuesto de color negro brillante con apariencia de polvo y cristales tetragonales, de densidad 14,1 g/cm³, de peso molecular 211,083 g/mol, se descompone 325°C y es soluble en algunos alcoholes, agua regia e insoluble en agua, es utilizado como adsorbente y absorbente industrial.

En efecto el rendimiento del catalizador de metal noble cargados en diferentes soportes para la transesterificación de TGC depende de la concentración de sitios básicos o ácidos en la superficie de catalizador. Por consiguiente, es necesaria una distribución adecuada de los catalizadores metálicos en el material de soporte de sitios ácido-base y gran superficie, ya que según la literatura citada mostró un aumento en el tamaño, forma de las partículas y dimensiones de sus poros junto con el aumento de la concentración de metal noble impregnado en el material de soporte.

3.12.3.2 Mecanismo de Reacción del Catalizador PtO para la Transesterificación. El mecanismo de la transesterificación y su cinética química es indispensable para seleccionar un catalizador específico para el sistema de reacción. Por consiguiente, se debe considerar las propiedades nucleofílicas y electrofílicas del grupo carbonilo tanto de triglicéridos como de alcohol, ya que el campo de la catálisis heterogénea abierto puerta a una nueva generación de catalizadores altamente selectivos cuya capacidad depende de la estructura a escala atómica del sitio activo, la adsorción que es el primer paso en la catálisis heterogénea y la liberación de calor debido a las interacciones entre el catalizador (adsorbente) y el reactivo enlazado (molécula adsorbida) los cuales influye en el progreso de la reacción catalizada heterogéneamente.

Siguiendo el mismo conocimiento científico de Eley-Rideal, se plantea básicamente el mecanismo establecido en la hipótesis que el metanol se adsorbe en los sitios activos del catalizador es decir el O—H se rompe en metóxido y catión de hidrógeno unidos al átomo de oxígeno, seguido el ión alcóxido en la superficie ataca al carbono polarizado positivamente del TGC dando como resultado la formación de un intermedio tetraédrico, el intermedio posteriormente se reorganiza para formar un anión diglicérido y un mol de éster metílico el ciclo continúa hasta que los tres centros carbonilo del TGC han sido atacados por los aniones metóxidos para dar un mol de glicerol y tres moles de ésteres metílicos. Finalmente, se desorben de la superficie del sólido por difusión, sus secuencias se describen a continuación:



Nota. Elaborado por el autor

3.12.4 Velocidad de Agitación

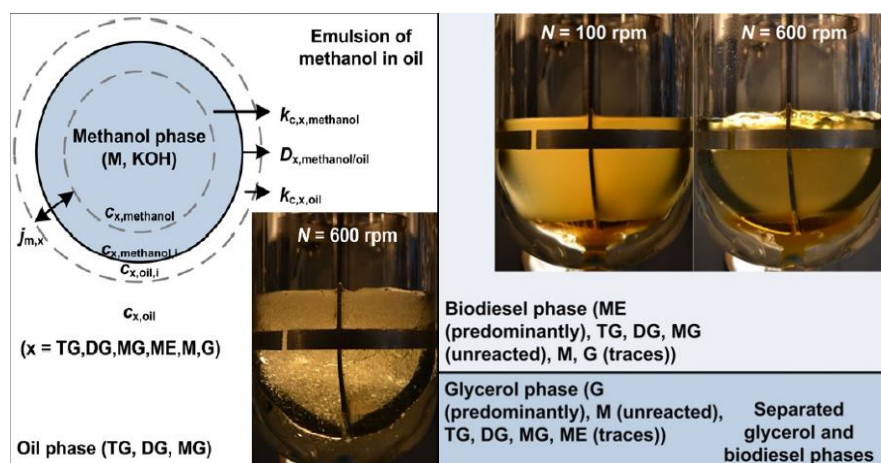
La variable velocidad de agitación, es aquella que se encarga de la transferencia de masa de dos líquidos inmiscibles alcohol y aceite los cuales se distribuyen en una relación molar en

presencia de un catalizador heterogéneo, cuya reacción se lleva a cabo desde la fase dispersa del aceite hacia la capa interfacial metanol-aceite donde las moléculas de los reactivos o adsorbatos se difunden en el seno del fluido y selectivamente a la superficie externa del catalizador. Posteriormente los adso

rbatos se difunden hacia el interior a través de los poros de la partícula del catalizador reaccionando en la superficie catalítica de los poros. Sin embargo, la naturaleza de los reactivos como el alcohol presenta (enlace polar) y el triglicérido (enlace no polar) lo que dificulta el transporte y resistencia a la transferencia de masa, recurriendo a sistemas de incremento en la agitación influyendo en la interacción de ambas fases en donde las moléculas de los reactivos se ubiquen en los centros activos de la superficie del catalizador disminuyendo así la capa límite entre la superficie del catalizador y la masa del fluido.

Figura 10

Efecto de la velocidad de agitación en la transferencia de masa para la transesterificación de TGC



Nota. Recuperada de “Efecto de las condiciones del proceso sobre el equilibrio, la cinética de reacción y la transferencia de masa para la transesterificación de triglicéridos a biodiesel: modelado experimental basado en la composición de ácidos grasos” (p.32), (Likoar & Levec), 2014, *Tecnología de procesamiento de combustible*, 122

3.12.5 Tiempo de Reacción

Van Gerpen y Knothe (2010) definen que la variable tiempo de reacción, es aquella que se encarga de modular la velocidad de transesterificación en función de las condiciones experimentales del proceso ya que la transesterificación es progresiva e indica que concentraciones relativas de aceite vegetal (tri, di- y monoacilglicérols) o intermediarios pueden variar de una reacción a otra.

La variable tiempo de reacción se explica cómo la influencia que tiene sobre las moléculas reaccionantes dentro del sistema de reacción las cuales deben alcanzar a un

determinado tiempo la fase del mezclado (cambio) en donde la molécula del alcohol se disperse en el aceite en presencia de un catalizador y se conviertan en productos deseados. En consecuencia, las conversiones cambian en función a diferentes unidades tiempo, por consiguiente, influye en el rendimiento de biodiesel producido. Sin embargo, la conversión de triglicéridos en ésteres de alquilo varía según su composición del aceite y las variables aplicadas al sistema de reacción como: temperatura, relación molar, tipo de catalizador, velocidad de agitación, etc demostrándose así un aumento o disminución del tiempo de reacción de transesterificación.

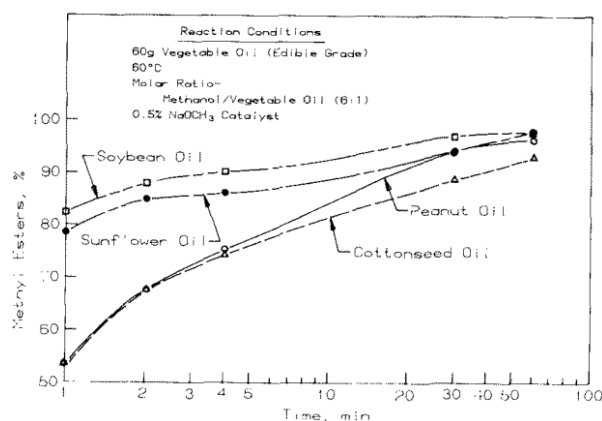
El efecto del tiempo proporciona información para optimizar y escalar procesos de transesterificación en reactores continuos y/o discontinuos indicando una alternativa para maximizar el rendimiento de éster de alquilo.

En la presente tesis se estudia el efecto del tiempo de reacción o tiempo de residencia en un sistema (batch), en donde las cargas se alimentan con los reactantes y al completarse la reacción se determina el tiempo de residencia, el cual está en función a la cinética de transesterificación.

A continuación, en la siguiente figura 11 se muestra cómo influye el tiempo sobre el %FAME al experimentar la reacción de transesterificación

Figura 11

Efecto del tiempo de transesterificación de aceites vegetales usado sobre el %FAME



Nota. Recuperada de “Variables que afectan los rendimientos de ésteres grasos de aceites vegetales usados transesterificados” (p.1639), (B. Freedman et al.), 1984, *JAACS*, 61 (10)

3.13 Propiedades Fisicoquímicas del Biodiesel para Motores Diésel

Las propiedades físicas y químicas de FAME están determinadas en principio por la estructura molecular y por su composición de ácidos grasos contenidos en los TGC, entre otros

componentes derivados de los aceites y las grasas. Así mismo las variables que influyen en la transesterificación también son los que delimitan su estructura molecular y composición de estos esteres grasos derivado de ácidos grasos y restos alcohólicos impactando así en el rendimiento y calidad del biodiesel requerido. En consecuencia, para un mejor conocimiento es de suma importancia elegir el aceite y el alcohol en función de su estructura molecular y composición ya que es preciso informar que tienen un efecto significativo en las propiedades y rendimiento del biodiesel deseado.

Siguiendo la misma línea Demirbas (2003) en su investigación señala que, el biodiesel tiene un potencial significativo para su uso como combustible alternativo en motores de encendido por compresión; este argumento justifica que el biodiesel es considerado un combustible muy valioso para los motores de combustión interna.

Las propiedades fisicoquímicas más relevantes de FAME que influyen en el rendimiento, la ecología y las características para motor diésel son:

3.13.1 *Densidad*

Es la masa de combustible que se inyecta en la cámara de combustión de un motor para producir una cantidad fija de energía (reacción de combustión).

En este sentido Hoekman et al. (2012) menciona que la densidad de FAME se ve fuertemente afectada por el grado de instauración, a mayor instauración conduce a una mayor densidad y una mayor longitud de la cadena conduce a una menor densidad de combustible.

Tabla 7

Caracterización de ácidos grasos y sus esteres más comunes

Nombre	Peso Molecular	Punto de Fusión	Punto de Ebullición	Densidad (g/cm ³)
Ácido caprílico (Octanoico); 8:0	144.212	16; 15.41	239.7	0.9073 ^{25°C}
Ester metílico	158.240	-37.43	192.9; 193-4	0.877^{20°C}
Ester etílico	172.268	-43.1; -44.74	207	0.866 ^{18°C}
Tricaprilina	470.7			0.9540 ^{20°C}
Ácido cáprico (Decanoico); 10:0	172.265	31.5; 30.80	268-70	0.8858 ^{40°C}
Ester metílico	186.295	-13.48	224; 261-2	0.873^{20°C}
Ester etílico	200.322	-20; -20.44	272-3	0.8650 ^{20°C}
Tricaprina	554.8			
Ácido láurico (Dodecanoico); 12:0	200.318	44; 43.29	225 ¹⁰⁰	0.8679 ^{50°C}
Ester metílico	214.349	5; 4.30	267, 266 ⁷⁶⁶	0.8702 ^{20°C}
Ester etílico	228.376	-1.8fr; -1.78	163 ²⁵	0.8618 ^{20°C}
Trilaurina	639.0			
Ácido mirístico (Tetradecanoico); 14:0	228.371	54; 53.47	250.5 ¹⁰⁰	0.8622 ^{54°C}
Ester metílico	242.403	18.5; 18.09	295; 155-7 ⁷	0.8671 ^{20°C}
Ester etílico	256.430	12.3; 12.52	295	0.8573 ^{25°C}

Trimiristina	723.16	56.5	311	
Ácido palmítico (Hexadecanoico); 16:0	256.424	63–64, 62.20	390, 215 ¹⁵	0.8527 ^{62°C}
Ester metílico	270.457	30.5; 28.48	417; 196 ¹⁵	0.8247 ^{75°C}
Ester etílico	284.484	19.3/24; 23.23	303, 191 ¹⁰	0.8577 ^{25°C}
Tripalmitina	807.339	66.4; 65.45	315	0.886 ^{80°C}
Ácido Palmitoleico (9(Z)-Hexadecenoico); 16:1	254.408	0.5; 1.22	180–3 ¹	0.894
Ester metílico	268.439	–34.10	140–1⁵	–^a
Ester etílico	282.466	–36.65		
Ácido esteárico (Octadecanoico); 18:0	284.478	69.7, 69.29	386	0.9408 ^{20°C}
Ester metílico	298.511	39.1; 37.66	443; 215 ¹⁵	0.8498 ^{40°C}
Ester etílico	312.531	33.4; 32.98	199 ¹⁰	1.057 ^{20°C}
Triestearina	891.501	73; 72.67		0.8559 ^{90°C}
Ácido oleico (9(Z)-Octadecenoico); 18:1	282.462	16; 12.82; 13.4	203–5 ⁵	0.8935 ^{20°C}
Ester metílico	296.495	–19.9; –20; –20.21	218.5; 212–3¹⁵	0.8739^{20°C}
Ester etílico	310.522	–20.32	216–7 ¹⁵¹	0.8720 ^{20°C}
Trioleína	885.453	–5.5, 3.98	235–40 ¹⁸	0.915 ^{15°C}
Ácido linoleico (9Z,12Z-Octadecadienoico); 18:2	280.446	–5, –7.15	229–30 ¹⁶	0.9022 ^{20°C}
Ester metílico	294.479	–35, –43.09	168–170 ¹	0.8886 ^{10°C}
Ester etílico	308.506	–56.72	175 ^{2,5}	0.8865 ^{25°C}
Trilinoleína	879.405	–12.70		0.9184 ^{40°C}
Ácido linolénico (9Z,12Z,15Z-Octadecatrienoico); 18:3	278.430	–11.3; –11.58	137 ^{0.07}	0.9164 ^{20°C}
Ester metílico	292.463	–52.4	109 ^{0.018}	0.895 ^{25°C}
Ester etílico	306.490	–61.71	174 ^{2,5}	0.8919 ^{25°C}
Trilinolenina	873.357			
Ácido araquídico (Icosanoico); 20:0	312.531	77; 74.76	203–5 ¹	0.8240 ^{100°C}
Ester metílico	326.565	45.8–46.3; 46.43	215–6 ¹⁰	– ^a

Nota. Adaptada de *El manual del biodiesel*, (G. Knothe et al.), 2010, AOCS PRESS

^aNo determinado

3.13.2 Viscosidad

Knothe y Steidley (2005) menciona que, la viscosidad desde un enfoque químico es aquella que aumenta con el número de átomos de carbono de la cadena de ácido graso o del resto del alcohol. Así mismo los compuestos grasos insaturados afectan menos la viscosidad y depende de la naturaleza, número y posición de los dobles enlaces.

Por consiguiente, la viscosidad de un aceite y/o grasa es de un orden de magnitud mayor en comparación con sus ácidos grasos individuales y ésteres alquílicos (biodiesel). Así mismo la viscosidad de los esteres de alquilo según el tipo alcohol empleado (alcoholes con mayor número de átomos de carbono y su configuración en los radicales de la cadena hidrocarbonada) es de un orden mayor, sus valores se describen en la Tabla 8.

Tabla 8*Viscosidad de algunos ácidos grasos individuales y sus ésteres alquílicos*

Nombre	Viscosidad Cinemática (40 °C; mm ² /sg = cst)
Ácido caprílico (octanoico); 8:0	
Ester metílico	1.16, 0.99
Ester etílico	1.37 ^(25°C)
Ácido cáprico (decanoico); 10:0	5.63
Ester metílico	1.69, 1.40, 1.72
Ester etílico	1.99 ^(25°C) , 1.87
Ácido láurico (dodecanoico); 12:0	
Ester metílico	2.38, 1.95, 2.43
Ester etílico	2.88 ^(25°C) , 2.63
Ácido mirístico (tetradecanoico); 14:0	
Ester metílico	3.23, 2.69, 3.30
Ester etílico	3.52
Ácido palmítico (hexadecanoico); 16:0	
Ester metílico	4.32, 3.60, 4.38
Ester etílico	4.57
Ácido Palmitoleico (9(Z)-Hexadecenoico); 16:1	
Ester metílico	3.67
Ácido esteárico (octadecanoico); 18:0	
Ester metílico	5.61, 4.74, 5.85
Ester etílico	5.92
Ácido oleico (9(Z)-octadecenoico); 18:1	19.91
Ester metílico	4.45, 3.73, 4.51
Ester etílico	5.50 ^(25°C) , 4.78
Triacilglicerol	32.94
Ácido linoleico (9Z,12Z-Octadecadienoico); 18:2	13.46
Ester metílico	3.64, 3.05, 3.65
Ester etílico	4.25
Triacilglicerol	24.91
Ácido linolénico (9Z,12Z,15Z octadecatrienoico); 18:3	
Ester metílico	3.27, 2.65, 3.14
Ester etílico	3.42
Triacilglicerol	17.29
Ácido ricinoleico ((12-hidroxi-9(Z)-octadecenoico)	
Ester metílico	15.44

Nota. Adaptada de *El manual del biodiesel*, (G. Knothe et al.), 2010, AOCS PRESS

Se deduce entonces que un doble enlace aumenta la viscosidad, mientras que dos o tres dobles enlaces causaron una disminución de la viscosidad. Por consiguiente, la viscosidad de FAEE es ligeramente superior a los FAME. Factores como la configuración del doble enlace influyen en la viscosidad (la configuración del doble enlace cis tiene una viscosidad más baja que la trans), mientras que la posición del doble enlace afecta menos a la viscosidad.

En efecto, la viscosidad cinemática del biodiesel derivado de aceites usados es mayor que la del biodiesel derivado de aceites vegetales como la soya, la colza, el maíz y girasol ello se debe a la mayor concentración de ésteres grasos saturados y la presencia de una cierta cantidad de compuestos grasos trans, ya que se encuentran parcialmente hidrogenados.

3.13.3 Número de Cetano

Es un descriptor adimensional de la calidad de ignición de un combustible en un motor diésel, está relacionado con el tiempo requerido para que un combustible líquido se encienda después de la inyección en un motor con encendido a presión.

Knothe (2010) menciona desde un enfoque químico que básicamente depende de cadenas largas y no ramificadas de ácidos grasos y que son similares a los n-alcanos del combustible diésel convencional.

En un aceite y/o grasa es de un orden de magnitud menor en comparación con sus ésteres alquílicos. Así mismo el Número de Cetano de esteres alquílico derivado de su ácido graso es menor al aumentar la insaturación y mayor al aumentar la longitud de la cadena, es decir, restos CH_2 ininterrumpidos o ácidos grasos saturados, sus valores se describen en la Tabla 9.

Tabla 9

Numero de Cetano de algunos ácidos grasos individuales y sus esteres alquílicos

Nombre	Numero de Cetano
Ácido caprílico (octanoico); 8:0	
Ester metílico	33.6 (98.6), 39.75
Ester etílico	42.19
Ácido cáprico (decanoico); 10:0	47.6 (98.0)
Ester metílico	47.2 (98.1), 47.9, 51.63
Ester etílico	51.2 (99.4), 54.55
Ácido láurico (dodecanoico); 12:0	
Ester metílico	61.4 (99.1), 60.8, 66.70
Ácido mirístico (tetradecanoico); 14:0	
Ester metílico	66.2 (96.5), 73.5
Ester etílico	66.9 (99.3)
Ácido palmítico (hexadecanoico); 16:0	
Ester metílico	74.5 (93.6), 85.9, 74.3
Ester etílico	93.1
Triacilglicerido	89
Ácido Palmitoleico (9(Z)-Hexadecenoico); 16:1	
Ester metílico	51.0; 56.59
Ácido esteárico (octadecanoico); 18:0	61.7
Ester metílico	86.9 (92.1), 101, 75.6
Ester etílico	76.8, 97.7
Triacilglicerido	85
Ácido Oleico (9(Z)-Hexadecenoico); 16:1	46.1
Ester metílico	55, 59.3, 56.55
Ester etílico	53.9, 67.8
Triacilglicerol	45
Ácido linoleico (9Z,12Z-Octadecadienoico); 18:2	31.4
Ester metílico	42.2, 38.2
Ester etílico	37.1, 39.6
Triacilglicerol	32
Ácido linolénico (9Z,12Z,15Z octadecatrienoico); 18:3	20.4
Ester metílico	22.7
Ester etílico	26.7
Triacilglicerol	23
Ácido ricinoleico ((12-hidroxi-9(Z)-octa decenoico)	
Ester metílico	37.38

Nota. Adaptada de *El manual del biodiesel*, (G. Knothe et al.), 2010, AOCS PRESS

*El número entre paréntesis indica la pureza (%) del material utilizado para las determinaciones de NC tal como indica la literatura

3.13.4 *Propiedades de flujo a Baja Temperatura*

El rendimiento del motor a baja temperatura es una de las propiedades relevantes de FAME, ya que su desempeño durante el clima frío puede restringir su viabilidad comercial.

Los ésteres metílicos de ácidos grasos saturados desarrollan problemas de rendimiento en el motor cuando la temperatura ambiente se acerca a los 0 °C, comienzan a nuclearse y formar cristales sólidos. Estos cristales obstaculizan o restringen el flujo en las líneas de combustible y los filtros durante el arranque y pueden provocar falta de combustible y fallas en el motor. Además, si hay trazas de concentraciones de monoacilglicérols o esterilglucósidos, estos constituyentes pueden causar problemas relacionados con la formación de residuos sólidos en los tanques de almacenamiento durante el clima frío.

Los parámetros fisicoquímicos principales que miden el comportamiento en frío del biodiesel son:

a) Punto nube °C (CP - Cloud Point)

Inicialmente, las temperaturas de enfriamiento provocan el origen de núcleos de cristales de cera que son de tamaño submicrónico e invisibles para el ojo humano. Disminuciones adicionales en la temperatura hacen que estos cristales crezcan. La temperatura a la que los cristales se hacen visibles (diámetro $\geq 0,5 \mu\text{m}$) y forman una suspensión nebulosa se define como el punto de enturbiamiento (CP) Westbrook (2003) citado por (Dunn & Moser, 2010).

En otras palabras, el CP es la temperatura a la que una muestra del biocombustible comienza a verse turbia, lo que indica que se han comenzado a formar cristales de cera que pueden obstruir las líneas de combustible y los filtros en el sistema de combustible de un vehículo.

b) Punto de escurrimiento °C (PP - Pour point)

A temperaturas por debajo de CP, los cristales más grandes ($d = 0,5 - 1 \text{ mm} \times 0,01 \text{ mm}$ de espesor) se fusionan y forman aglomerados que pueden restringir o cortar el flujo a través de las líneas de combustible y los filtros, causando problemas de funcionamiento (Lewtas et al., 1991) citado por (Dunn & Moser, 2010). La temperatura a la que la aglomeración prolongada

impide el flujo libre o el bombeo del fluido se define como el punto de fluidez (PP) Westbrook (2003) citado por (Dunn & Moser, 2010).

Tabla 10

CP, PP de esteres de alquilo de ácido graso derivado de aceites vegetales y materia lipídica

Aceite o grasa	Ester	CP (°C)	PP (°C)
Aceite de oliva	Metílico	-5, -2	-3
Aceite de palma	Metílico	15 ± 2.5; 9; [10, 18]	13 ± 2.3; 8; [9, 16]
	Metílico	-3 ± 2.1; 8; [-6, 0]	-12 ± 2.6; 7; [-15, -12]
Aceite de colza	Etílico	-2 ± 3.4; 4; [-7, 1]	-14 ± 5.9; 4; [-21, -7]
	Metílico	1 ± 1.5; 18; [-2, 3]	
Aceite de soya	Etílico	-1 ± 2.1; 3; [-3, 1]	-4 ± 1.9; 4; [-6, -2]
	Metílico	1.0 ± 0.58; 7; [0, 2]	-5 ± 1.9; 5; [-8, -3]
Aceite de girasol	Etílico	-1	-5
Aceite de jatropha	Metílico	4	3
Grasa de ave (pollo)	Metílico	6 ± 1.5; 3; [4, 7]	5 ± 2.5; 3; [3, 8]
Manteca de cerdo	Metílico	12 ± 1.0; 3; [11, 13]	13 ± 1.0; 3; [12, 14]
	Metílico	14 ± 2.5; 9; [11, 19]	13 ± 3.6; 9; [6, 16]
Sebo de vacuno	Etílico	15, 15	7 ± 4.6; 3; [3, 12]
	Metílico	4 ± 4.7; 4; [-2, 9]	-3 ± 2.9; 4; [-6, 1]
Aceite usado de cocina	Etílico	2 ± 4.4; 3; [-1, 7]	-3 ± 1.1; 3; [-16, 6]

Nota. Adaptada de *El manual del biodiesel* (p.151,152,153), (G. Knothe et al.), 2010, AOCS PRESS

Por consiguiente, se señala entonces que estas propiedades de flujo a baja temperatura tienen valores relativos y se encuentran estudiadas según la norma ASTM D-6751. Sin embargo, la norma no indica un límite, ya que ello se debe a las condiciones climatológicas de cada país, es decir cada país puede modificar su valor en referencia a los datos meteorológicos nacionales.

3.13.5 *Estabilidad a la Oxidación*

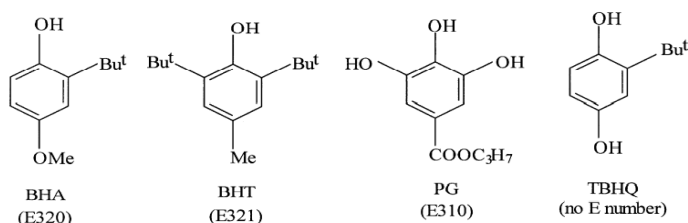
Sevim (2005) señala que, básicamente la clave para la estabilidad a la oxidación es su estructura química cuantos más ácidos oleicos exista en su perfil de ácidos grasos de TGC mejor es la estabilidad a la oxidación. Sin embargo, cuanto más dobles enlaces conjugados típicos como linoleico y linolénico en la cadena de ácidos grasos de TGC desfavorece la estabilidad a la oxidación. La composición varía según la fuente de origen de la materia prima.

El deterioro oxidativo es un proceso químico que se puede inhibir mediante la eliminación de reactivos (oxígeno presente en el aire), mediante la eliminación de compuestos y condiciones que promueven la reacción (luz, iones metálicos, temperatura) y mediante la adición de compuestos que ralentizan (inhiben) el proceso de oxidación. En la actualidad se producen una variedad de antioxidantes sintéticos como: (BHT 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol), (BHA (3)-t-butil-4-hidroxianisol), (Pirogalol 1,2,3- trihidroxibenceno), etc (Dunn, 2008).

Sin embargo, es importante tener en cuenta que los antioxidantes son retardadores de la oxidación, no preventivos de la oxidación. Una vez que se ha consumido un antioxidante comenzará la oxidación del biodiesel. Por lo tanto, además del uso de antioxidantes, se deberán tomar medidas para retrasar la oxidación del biodiesel.

Figura 12

Estructura química de antioxidantes sintéticos



Nota. Recuperada de *La química de los aceites y las grasas* (p.166), (F. Gustone), 2004, CRC PRESS

* TBHQ no tiene número E porque no es un antioxidante permitido en EU-15

3.13.6 Índice de Acidez

El número de acidez es una medida de cuantificación en KOH mg /g muestra, que se necesita para neutralizar el % AGL contenidos en una muestra de combustible fresco y/o envejecido durante el almacenamiento, ya que el biodiesel tiende a degradarse gradualmente debido a la ruptura hidrolítica de los enlaces éster. Este parámetro depende del origen del aceite, del proceso de pre-tratamiento y de la reacción de esterificación por el uso de catalizadores ácidos líquidos.

Para Mittelbach (2004) menciona que, los valores altos de acidez del biocombustible causan corrosión y formación de depósitos dentro del motor, razón por la cual está limitada en los estándares de biodiesel.

3.13.7 Contenido de Mono-, Di-, y Triglicéridos

Los altos niveles de mono, di y triglicéridos pueden causar formación de depósitos en las boquillas de inyección, pistones y válvulas debido a su alto punto de fusión y cristalización a bajas temperaturas. Los altos valores de TGC indican que hay compuestos grasos que no han reaccionado, es decir no hay cambio en la estructura molecular del triglicérido, lo que aumenta los niveles de viscosidad en el biocombustible.

Según Mittelbach (1996) señala que, en Alemania el contenido de glicéridos individuales es limitado de la siguiente manera: monoglicéridos al 0,8%, diglicéridos al 0,1% y triglicéridos al 0,1%, ello depende principalmente del proceso de transesterificación un

porcentaje bajo de glicéridos puede ser logrado mediante el uso de catalizadores específicos, condiciones de reacción y/o por destilación adicional del producto.

3.13.8 *Estándar de Calidad de Biodiesel: ASTM D-6751, EN 14124 Y NTP 321.125.201*

A continuación, en la Tabla 11 describe las principales normas estandarizadas que se aplican para el biodiesel. La misma que trata de resumir, mostrar y comparar de forma práctica las principales propiedades fisicoquímicas con sus respectivas unidades de medición de biodiesel para cada método de ensayo.

Tabla 11

Métodos de ensayo y límites máximos para propiedades fisicoquímicas de biodiesel en Europa, E.E.U.U. y Perú

Estándares de Biodiesel		Europa EN 14214 ^a		Estados Unidos ASTM D6751-07b ^b		Perú NTP 321.125.2019 ^c	
		FAME	FAME	FAME/FAEE	FAME/FAEE	NTP 321.125.2019 ^c	NTP 321.125.2019 ^c
Propiedad	Unidad	Límites	Método	Límites	Método	Límites	Método
Densidad 15 °C	g/cm ³	0.86-0.90	EN-ISO 3675/12185	-	ASTM no tienen un método o límite	-	-
Viscosidad cinemática 40°C	mm ² /s	3.5-5.0	EN-ISO 3104	1.9-6.0	ASTM D-445	1.9-6.0	ASTM D-445
Número de Cetano	-	51	EN-ISO 3104	47	ASTM D-613	47	ASTM D-613
Punto de enturbiamiento	°C	-	EN 23015	-	D-2500	-	D-2500
Punto de escurrimiento	°C	-	EN 21320	-	D97	-	D97
Estabilidad a la oxidación	horas; 110°C	6 horas min	EN 14112	3 horas min	ASTM D-6751	3 horas min	ASTM D-6751
Índice de acidez	mg KOH /g	0.5 máx.	EN 14104	0.5 máx.	ASTM D-664	0.5 máx.	ASTM D-664
Contenido diglicérido, y triglicéridos	% masa	0.2 máx.	EN-ISO 14105	-	ASTM no tienen un método o límite	-	-
Contenido monoglicérido	% masa	0.8 máx.	EN-ISO 14105	-	ASTM no tienen un método o límite	-	-

Nota. Adaptada de CEN EN 14214, ASTM D6751-07b & NTP 321.125.2019

^aEuropean Committee for Standardization

^bAmerican Society for Testing and Materials

^cNorma Técnica Peruana, (Biodiesel. Especificaciones. Segunda edición)

4. Métodos y Materiales

4.1 Metodología de la Investigación

4.1.1 *Tipo de Investigación*

4.1.1.1 **De acuerdo al fin que se persigue:** Aplicada

4.1.1.2 **De acuerdo al diseño de la investigación:** Experimental

4.1.2 *Método de Investigación*

La presente investigación se ubica en el enfoque cuantitativo de acuerdo con la naturaleza de las variables cuantificables y medibles, los objetivos y la hipótesis.

4.1.3 *Nivel de la Investigación*

El presente estudio corresponde al nivel explicativo, ya que se pretende explicar la relación causa-efecto con intervención del investigador a propósito del estudio (manipulación) de las variables de proceso (temperatura y tiempo) en presencia de catalizador PtO las cuales producen un efecto significativo sobre la variable rendimiento real de metil éster.

4.1.4 *Población, Muestra y Muestreo*

4.1.4.1 **Población.** Aceites comestibles usados que fueron recolectados de los restaurantes del distrito de Lambayeque.

4.1.4.2 **Muestra.** Se seleccionó 5 restaurantes los más representativos y concurridos del distrito de Lambayeque como: El rincón del pato, El cántaro, El pacífico, El lambayecano y Mi estrella, para obtener 1 litro de aceite comestible usado por restaurant lo que en total suma 5 litros que se recolecto.

4.1.4.3 **Muestreo.** Se aplicó un muestreo probabilístico de tipo Muestreo Aleatorio Simple, puesto que, todas las unidades de estudio (aceites vegetales utilizados) tienen las mismas posibilidades de ser elegido para conformar la muestra. La finalidad es extrapolar los resultados de las unidades observadas al conjunto de la población.

4.1.5 *Definición y operacionalización de las variables*

4.1.5.1 **Variables Independientes.**

4.1.5.1.1 **Temperatura de Reacción:** es una magnitud física o cantidad medible necesaria para variar la cinética de transesterificación y rendimiento real de metil éster.

4.1.5.1.2 **Tiempo de Reacción:** es una magnitud física o cantidad medible necesaria para variar la concentración de los reactivos: (aceite y metanol) con el rendimiento de los productos: (metil éster y glicerina).

4.1.5.2 Variable Dependiente.

4.1.5.2.1 **Rendimiento real de metil éster:** es la relación del valor obtenido real de FAME (experimentación de la reacción de transesterificación) con el valor teórico calculado de TGC (estequiometría de reacción).

Tabla 12

Operacionalización de las variables

Variables	Dimensión	Indicador	Índice	Instrumento
Variables Independientes:				
Temperatura de Reacción	Temperatura	°C	30 - 85	Ficha de registro de datos experimentales para la reacción de transesterificación
Tiempo de Reacción	Tiempo	min	30, 45, 60	
Variable Dependiente:				
Rendimiento real de metil éster	Rendimiento porcentual	%	90 - 100	

Nota. Elaborado por el autor

4.1.6 Hipótesis

4.1.6.1 Hipótesis General.

H_0 = No existe efecto significativo de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento real de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

H_a = Existe efecto significativo de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento real de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

4.1.6.2 Hipótesis Específica.

H_{01} = No Existe variación del rendimiento real de metil éster por cada unidad de incremento de temperatura (°C) de reacción de transesterificación a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

H_{a1} = Existe variación del rendimiento real de metil éster por cada unidad de incremento de temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de reacción de transesterificación a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

H_{02} = No Existe variación del rendimiento real de metil éster por cada unidad de incremento de tiempo (min) de reacción de transesterificación a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

H_{a2} = Existe variación del rendimiento real de metil éster por cada unidad de incremento de tiempo (min) de reacción de transesterificación a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino.

4.1.7 *Diseño de Contrastación de Hipótesis*

La determinación de las condiciones para la reacción de transesterificación se realizó mediante un diseño de experimentos, cuya finalidad fue obtener las condiciones de reacción óptimas. Se aplicó un diseño factorial 12X3 el cual estuvo constituido por la manipulación de dos variables significativas como la temperatura y tiempo. Cada variable consta de 12 y 3 niveles respectivamente. Las variables relación molar, velocidad de agitación, catalizador, y presión se mantuvieron constantes en todos los tratamientos para descartar alguna influencia sobre la variable respuesta rendimiento de metil éster.

Tabla 13

Variables, rangos y niveles de estudio para la reacción de transesterificación

VARIABLES	RANGO Y NIVELES
TEMPERATURA ($^{\circ}\text{C}$)	30-35-40-45-50-55-60-65-70-75-80-85
	BAJO: 30
TIEMPO (min)	MEDIO: 45
	ALTO: 60

Nota. Elaborada por el autor

Tabla 14

Diseño factorial 12X3 para la reacción de transesterificación

TEMPERATURA ($^{\circ}\text{C}$)	TIEMPO (min)		
	BAJO (30)	MEDIO (45)	ALTO (60)
30	$T_{30} * t_B$	$T_{30} * t_M$	$T_{30} * t_A$
35	$T_{35} * t_B$	$T_{35} * t_M$	$T_{35} * t_A$
40	$T_{40} * t_B$	$T_{40} * t_M$	$T_{40} * t_A$
45	$T_{45} * t_B$	$T_{45} * t_M$	$T_{45} * t_A$
50	$T_{50} * t_B$	$T_{50} * t_M$	$T_{50} * t_A$
55	$T_{55} * t_B$	$T_{55} * t_M$	$T_{55} * t_A$
60	$T_{60} * t_B$	$T_{60} * t_M$	$T_{60} * t_A$
65	$T_{65} * t_B$	$T_{65} * t_M$	$T_{65} * t_A$
70	$T_{70} * t_B$	$T_{70} * t_M$	$T_{70} * t_A$
75	$T_{75} * t_B$	$T_{75} * t_M$	$T_{75} * t_A$
80	$T_{80} * t_B$	$T_{80} * t_M$	$T_{80} * t_A$

85	$T_{85} * t_B$	$T_{85} * t_M$	$T_{85} * t_A$
----	----------------	----------------	----------------

Nota. Elaborada por el autor

En consecuencia, se realizaron 36 combinaciones mediante el uso de la matriz experimental propuesta y se distribuyeron en orden aleatorio para determinar los niveles óptimos de los factores de proceso. Se aplicó la ecuación estructural tipo regresión lineal múltiple la cual indicó que las variables estudiadas contribuyen significativamente al modelo de predicción y se asegura que existe un mayor rendimiento de metil éster en los dominios experimentales ensayados.

Con la hipótesis nula (H_0) el modelo de reacción no está influenciado por la variable de proceso, con la hipótesis alternativa (H_a) el modelo de reacción está influenciado por la variable de proceso.

Para demostrar la prueba de hipótesis se tomó en consideración un nivel de significancia de regresión del 5 %.

El planteamiento estadístico de la hipótesis es:

$H_0: B_1 = B_2 = 0$ $H_0: R = 0$ “Regresión no significativa”

$H_a: B_i \neq 0$ para al menos una $i = 1, 2$ $H_1: R \neq 0$ “Regresión significativa”

Ecuación 4: Ecuación matemática que esquematiza el efecto de las variables explicativas sobre la variable explicada

$$Y_i = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2 + \varepsilon \dots \dots \dots \text{Regresión lineal múltiple}$$

Donde:

Y_i = Variable dependiente o explicada

B_0 = Intercepto corta en un punto a Y

B_1 y B_2 = Pendientes (variación que se produce en Y por cada unidad de incremento en X_1 y X_2)

X_1 y X_2 = Variables independientes o explicativas

ε = Error aleatorio

4.1.8 *Técnicas, Instrumentos, Equipos y Materiales de Recolección de Datos*

4.1.8.1 **Técnicas.** Revisión documental de libros, artículos científicos de revistas indexadas de ciencia, ingeniería y tecnología, tesis de pregrado y postgrado, proyectos de investigación, normas, etc efectuada de forma continua para la verificación de la información y fortalecimiento del informe de tesis.

Observación científica y estructurada de la tesista para las variables objetivos mediante los instrumentos mecánicos.

Experimentación: se manipuló las variables independientes como la temperatura y tiempo cuyo objetivo fue medir el efecto significativo o variación sobre una respuesta de medida que en este caso es el rendimiento real de metil éster.

4.1.8.2 Instrumento de Recolección de Información. Se diseñó y aplicó una ficha de registro de datos experimentales para la reacción de transesterificación la cual permitió obtener la información necesaria de las variables de estudio, su confiabilidad se determinó por la técnica Test-Retest, y se describe en el ANEXO 1. Así mismo se utilizó instrumentos mecánicos para medir la magnitud física de las variables objetivos, cuya validez y confiabilidad está en función del fabricante. Los cuales son:

- Termómetro de mercurio: Rango -20°C/150°C, Precisión 1°C (Boeco Germany)
- Placa calefactora con agitador magnético y temporizador (Velp scientifica AREX con VTF)
- Balanza Analítica: Capacidad 360 g, Precisión 0.001g (Equinox: EPB 363e)
- Calculadora científica (Casio fx-991ES)

4.1.8.3 Equipos de Laboratorio.

- 3 Termómetros de mercurio: Rango -20°C/150°C, Precisión 1°C
- Balanza analítica: Capacidad 360 g, Precisión 0.001g, Función tara y contador
- pH-metro portátil HANNA HI98190: 0-14 pH, Precisión 0.001
- 6 Placas de calentamiento con agitador magnético: Rpm y Temperatura regulable
- Viscosímetro vibracional

4.1.8.4 Materiales de Laboratorio.

- Probeta graduada de 50 ml, 100 ml y 250 ml
- Erlenmeyer graduado de 500 ml
- 6 vasos de precipitado graduado de 500 ml
- 6 magnetos rotatorios de igual tamaño
- 12 embudos de decantación graduado de 500 ml
- Luna de reloj
- Soporte universal con pinza argolla para embudo de separación
- Soporte para 12 embudos de decantación tipo pera de acero inoxidable
- Papel filtro whatman

4.1.8.5 Reactivos Comerciales.

- Metanol (Scharlab S.L., 95 %)
- Agua destilada
- Oxido de platino (Golden Kylin, 99.9 %)
- Zeolita

4.1.8.6 Materiales de Campo.

- Envases pyrex con tapón de polipropileno y anillo de vertido de 250 ml
- Cámara fotográfica
- Contenedor para almacenar muestras
- Guantes resistentes al calor

4.2 Metodología Experimental

4.2.1 *Preparación y Tratamiento del Aceite Vegetal Usado*

El procedimiento para su preparación y tratamiento de AVU comenzó desde su recolección el cual consistió en visitar los restaurantes del distrito de Lambayeque para que depositen el residuo de aceite vegetal en un recipiente de capacidad 1lt, y luego recolectarlo en un periodo aproximado de 15 días hasta cubrir el tamaño muestral, la jornada se realizó por restaurante en dos replicas. A continuación, se describe las etapas:

- Las muestras recolectadas se mezclaron en recipientes de 5 lt hasta integrar la muestra representativa.
- El pre-tratamiento de la muestra representativa consistió en remover las partículas de alimento residual, entre otros componentes mediante el vertido a través de un tamiz para la retención de impurezas de mayor diámetro.
- Posteriormente el AVU pre-colado se transfiere a un recipiente el cual contuvo zeolita cuyo fin es adsorber componentes remanentes.
- Finalmente, el AVUT se envasa en dos lotes de producción de 5 lt de capacidad para su respectiva caracterización: análisis de parámetros fisicoquímicos y como materia prima viable para la reacción principal de transesterificación y obtención de biodiesel.

4.2.2 *Caracterización del Aceite Vegetal Usado*

En este apartado se procedió al análisis de parámetros fisicoquímicos del AVU y de FAME después de su preparación y tratamiento. La cuantificación de los parámetros fueron

requisito clave para la viabilidad de la reacción principal de transesterificación del AVU y cumplimiento de los estándares nacionales e internacionales para biodiesel.

Su determinación de estas propiedades fisicoquímicas se indica a continuación:

4.2.2.1 Determinación de Densidad.

4.2.2.1.1 *Cálculo de Volumen del Picnómetro.*

Ecuación 5: Cálculo de volumen del picnómetro

$$V_d = \frac{m_2 - m_1}{\rho_{H_2O}}$$

Donde:

V_d : Volumen en ml, del picnómetro a una temperatura θ_d

m_2 : Masa, en g, del picnómetro lleno de agua, incluyendo el tapón

m_1 : Masa en g, del picnómetro vacío y el tapón

ρ_{H_2O} : Densidad de agua a la temperatura θ_c , en g/ml

4.2.2.1.2 *Cálculo de Densidad de Muestra.*

Ecuación 6: Cálculo de densidad de muestra

$$\rho = \frac{m_3 - m_1}{V_d}$$

Donde:

ρ = Densidad de la muestra

m_3 : Masa en g, del picnómetro lleno con la muestra de ensayo, incluido el tapón

m_1 : Masa en g, del picnómetro vacío con el tapón

V_d : Volumen en ml, del picnómetro a una temperatura θ_d

4.2.2.2 Determinación de Viscosidad.

4.2.2.2.1 *Cálculo de Viscosidad de Muestra.*

Ecuación 7: Cálculo de viscosidad de muestra

$$\mu = f * s$$

Dónde:

μ = Viscosidad de la muestra en centipoises (mPa*s)

f = Factor para convertir las mediciones del instrumento (centipoises)

s = Lectura de escala del viscosímetro.

4.2.2.3 Determinación de Índice de Yodo.

4.2.2.3.1 *Cálculo del Índice de Yodo de Muestra.*

Ecuación 8: Cálculo del índice de yodo de muestra

$$IY = \frac{(A - B) * N * 12.69}{W} \left[\frac{g I_2}{100g \text{ aceite}} \right]$$

Donde:

A = Volumen (ml) gastados de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en la titulación del blanco

B = Volumen (ml) gastados de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en la titulación de la muestra

N = Normalidad de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ estandarizado

W = Masa (g) de la muestra de aceite y/o grasa

4.2.2.4 Determinación de Índice de Acidez.

4.2.2.4.1 Cálculo del Índice de Acidez de Muestra.

Ecuación 9: Cálculo del índice de acidez de muestra

$$IA = \frac{V * N * 56.1}{W} \left[\frac{mg \text{ KOH}}{g \text{ aceite}} \right]$$

Donde:

V = Volumen (ml) gastados de KOH en la titulación de la muestra

N = Normalidad de solución de KOH estandarizado

56.1 = Equivalentes de KOH

W = Masa (g) de la muestra de aceite y/o grasa

4.2.2.5 Determinación de Índice de Peróxido.

4.2.2.5.1 Cálculo del Índice de Peróxido de Muestra.

Ecuación 10: Cálculo del índice de peróxido de muestra

$$IA = \frac{(A - B) * N * 1000}{W} \left[\frac{mEq \text{ O}_2}{kg \text{ aceite}} \right]$$

Donde:

B = Volumen (ml) gastados de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en la titulación del blanco

A = Volumen (ml) gastados de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en la titulación de la muestra

N = Normalidad de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ estandarizado

W = Masa (g) de la muestra de aceite y/o grasa

4.2.2.6 Determinación de Índice de Saponificación.

4.2.2.6.1 Cálculo del Índice de Saponificación de Muestra.

Ecuación 11: Cálculo del índice de saponificación de muestra

$$IS = \frac{(A - B) * M * 56.1}{W} * 100 \left[\frac{mg \text{ KOH}}{g \text{ aceite}} \right]$$

Donde:

A = Volumen (ml) gastados de HCL en la titulación del blanco

B = Volumen (ml) gastados de HCL en la titulación de la muestra

M = Molaridad de solución de HCL estandarizado

56.1 = Equivalentes de KOH

W = Masa (g) de la muestra de aceite y/o grasa

4.2.2.7 Procedimiento Experimental (Material Insaponificable).

4.2.2.7.1 *Cálculo del Contenido de Material Insaponificable.*

Ecuación 12: Cálculo de material insaponificable

$$\text{Material insaponificable} = \left[\frac{100(m_1 - m_2 + m_3)}{m_0} \right] \%$$

Donde:

m_0 = Masa en g, de la porción de muestra

m_1 = Masa en g, del residuo

m_2 = Masa en g, del residuo obtenido con el blanco

m_3 = Masa en g, de ácidos grasos libres

V = Volumen en ml, de solución de KOH etanólica estándar utilizada para la titulación

C = Concentración exacta mol/l, de la solución etanólica estándar de KOH.

*Tomar como resultado la media aritmética de dos determinaciones

4.2.3 *Proceso Unitario de Transesterificación de AVU con Metanol Utilizando*

Catalizador PtO

La reacción de transesterificación discontinua se realizó en un vaso de vidrio pyrex de 500 ml equipado a una placa calefactora con agitador magnético de temperatura, tiempo y velocidad regulable para fijar los parámetros de estudio de acuerdo al rango establecido.

El vaso de vidrio de reacción estuvo acoplado a un termómetro de mercurio para el control de temperatura. La velocidad de agitación se ajustó a rpm adecuada para asegurar una mezcla homogénea en el reactor. Se instaló un cronometro digital de mano para el control del tiempo, una vez que el aceite logra la temperatura requerida para la transesterificación se vierte la mezcla preparada de PtO y metanol de la probeta. Cuando la reacción alcanza el tiempo de reacción estudiado se detiene el calentamiento y la agitación.

Finalmente, una vez completada la reacción, se transvasó en embudos de decantación y se guardó en un espacio fresco, seco y sin exposición directa a la radiación solar y luz artificial. Se esperó hasta que el ester métilico se separe completamente de la glicerina y del catalizador.

4.2.4 *Activación del Metóxido de Platino*

Para activar el catalizador PtO ($\text{CH}_3\text{-OPt}$) que se obtuvo comercialmente, se tuvo que mezclar con metanol a 500 rpm a temperatura ambiente y presión atmosférica de acuerdo a las proporciones requeridas en cada tratamiento.

Se añadió PtO en un matraz cónico de 250 ml totalmente seco sin contacto con la humedad ambiental. En seguida se agregó un volumen requerido de metanol para cada

proporción estequiométrica de tratamiento. Se prendió el agitador magnético y se observó que el metóxido de platino se mantuvo suspendido en el matraz debido a la agitación, así mismo se dispersó en la mezcla líquida y se sedimentó al dejar en reposo. Finalmente se transvasó a la probeta para posteriormente continuar con las corridas experimentales.

4.2.5 *Sistema de Reacción de Transesterificación Catalítica*

Para realizar los efectos de actividad catalítica del metóxido de platino; temperatura y tiempo controlables para la reacción de transesterificación en condiciones experimentales según diseño factorial establecido, se ha empleado un equipo de reacción que aparece en ANEXO 4. Trata de un reactor batch de mezcla perfecta. El montaje del sistema estuvo constituido por una plancha de calentamiento con agitador magnético y temperatura regulable a la cual se acopló un vaso de vidrio pyrex de 500 ml. Este recipiente se dispuso en su parte superior de 2 bocas: (1) adición de reactivos y (2) introducción de un termómetro de mercurio para el control interno de la temperatura, y así cerciorarse de que la temperatura de reacción es constante. Por consiguiente, el montaje del equipo permitió realizar la transesterificación en fase líquida bajo presión atmosférica.

Posteriormente se encendió el agitador magnético y el calentador. Se calentó y se agitó el aceite hasta que el termómetro indique la temperatura de estudio y se mantenga constante. Se adicionó el catalizador activado. Se prendió el cronómetro del reloj. Luego se observó la reacción y se registró los cambios de los parámetros de estudio en la (Ficha de registro de datos experimentales), para luego esperar que concluya el tiempo de reacción requerido.

4.2.6 *Proceso de Decantación y Separación de Metil Éster, Glicerina y PtO*

Al finalizar el tiempo de reacción se detiene la agitación y calefacción a la mezcla obtenida y se observa a cabo de minutos la formación de dos fases: metil éster y glicerol, para separar estas fases se ejecutó lo siguiente:

Se transvasó el contenido del reactor a un embudo de decantación durante 12 hr como mínimo para separar las fases, el proceso se guía en función a sus densidades, las fases principales formadas fueron tres la superior que contiene el metil éster, la intermedia que contiene el glicerol y la capa inferior contiene partículas de PtO y glicerol.

Posteriormente se realizó la separación de las fases inmiscibles a través de la válvula de cierre del embudo por el fondo, en un frasco de vidrio pyrex el glicerol, catalizador y el biodiesel respectivamente.

Finalmente, el metil éster obtenido se vertió en un frasco de vidrio pyrex de color ámbar se pesó en la balanza analítica de precisión 1 mg, luego se determinó el rendimiento de reacción de transesterificación para todos los tratamientos realizados.

4.2.7 *Proceso de Filtrado y Secado de Metil Ester*

El metil éster obtenido de mayor rendimiento experimental se transvasó en un erlenmeyer y se filtró utilizando papel whatman y filtro rotario al vacío para retención de partículas finas (restos de catalizador), glicerina que estuvieron suspendidas en el biodiesel.

En seguida se realizó el proceso de secado que consiste en sustraer los remanentes de reactivos líquidos como el metanol presente en el biodiesel mediante un evaporador centrífugo.

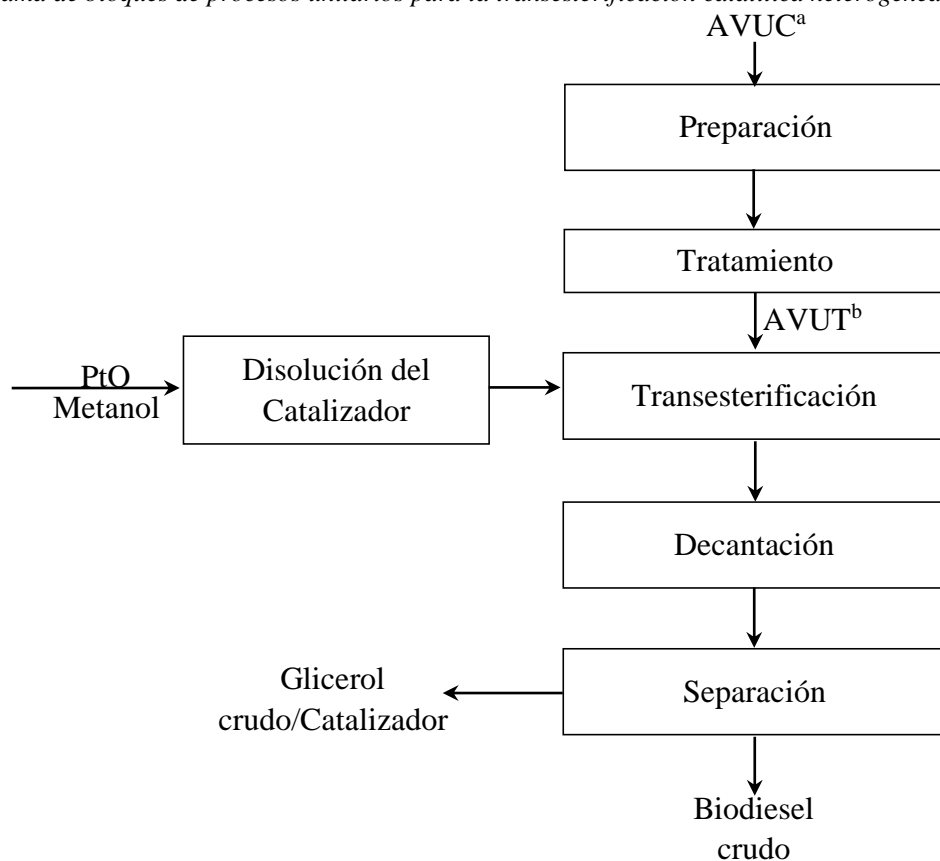
4.2.8 *Control de Calidad de Metil Ester*

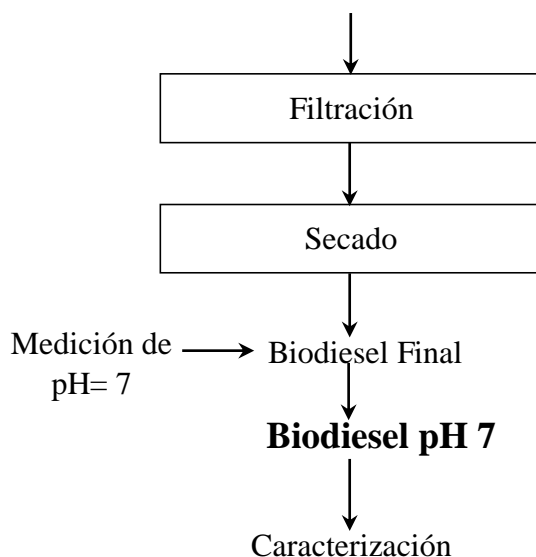
Para su control de calidad se utilizó un medidor de pH electrónico el cual indicó un (pH 7) o neutro y un color ligeramente parecido al aceite vegetal de origen. Se almacenó en un espacio fresco, seco y se evitó la exposición directa a la radiación solar para su posterior caracterización de los tratamientos con mayor rendimiento experimental.

4.2.9 *Diagrama de Flujo de Proceso para la Obtención de FAME*

Figura 13

Diagrama de bloques de procesos unitarios para la transesterificación catalítica heterogénea





Nota. Elaborada por el autor

^aAVUC: Aceite vegetal utilizado crudo

^bAVUT: Aceite vegetal utilizado tratado

4.2.10 Caracterización de Metil Ester según EN 14214, ASTM D6751-07b y NTP 321.125.2019

El metil éster obtenido fue analizado en el “*Laboratorio de investigación y servicios técnicos 1^{er} piso B-76 FIQIA*”, cuyo objetivo fue validar si cumple o no con las especificaciones técnicas establecidas a las normas de calidad nacional e internacional mencionadas en la tabla 11.

4.3 Proceso de Prueba de Hipótesis y Análisis Estadístico de Datos Experimentales

Una vez recogidos los datos experimentales de las variables de interés temperatura, tiempo y rendimiento real de metil éster, con los instrumentos mecánicos elegidos y ficha de registro de datos experimentales, se aplicó la técnica estadística Regresión Lineal Múltiple de acuerdo con el nivel de la investigación, naturaleza de las variables, objetivos del estudio, el diseño de la investigación y comportamiento de los datos experimentales. Para su análisis se empleó el software estadístico IBM SPSS Statistics v.25 con criterio de decisión jerárquico de 2 bloques en orden de importancia definida por el investigador en función de la literatura reportada. Los criterios estadísticos que se consideraron para el análisis fueron: Nivel de confianza: 95% y Nivel de significancia: 5%. El modelo estadístico seleccionado permitió rechazar la hipótesis nula cuándo es falsa si: el valor de $p < 0.05$, la estimación de la potencia estadística y el tamaño del efecto se encuentra dentro de los rangos establecidos.

También se validó el modelo de regresión lineal múltiple mediante la examinación de supuestos: linealidad, independencia de los residuos, homocedasticidad de varianza, normalidad y colinealidad, para rectificar que las variables estudiadas aportan significativamente al modelo de predicción y los valores obtenidos se pueden generalizar a la población.

5. Resultados y Discusión

5.1 Resultados

5.1.1 Caracterización de Parámetros Físico Químicos de Residuos de Aceites Vegetales Usados

Tabla 15

Parámetros fisicoquímicos cuantificados del AVUT para la reacción de transesterificación

PARAMETRO			
FISICOQUIMICO	UNIDAD	METODO	VALOR
Porcentaje de Triglicéridos	%	Cromatografía líquida	96.31
Porcentaje de ácidos grasos libres	%	Cromatografía líquida	0.48
Densidad	g/ml	NTP-CODEX STAN 19:2019	0.9205
Viscosidad	cts	NTP-CODEX STAN 19:2019	136.31
Punto de fusión	°C	Wiley	15.8
Índice de yodo	g I ₂ /100g aceite	Hanus	118.94
Índice de acidez	mg KOH/g aceite	NTP 209.005:1968 (revisada 2016)	1.95
Índice de peróxido	mEq O ₂ /kg aceite	NTP 209.005:1980 (revisada 2016)	7.08
Índice de saponificación	mg KOH /100g aceite	NTP 209.005:1980 (revisada 2016)	208.62
Material insaponificable	%	NTP 209.005:1968 (revisada 2016)	0.216

Nota. Elaborado por el autor

*La tabla contiene datos experimentales, los cuales fueron obtenidos en el laboratorio de la Facultad de Ingeniería Ambiental-UNT por F.Q.A. PERÚ S.A.C.

En la tabla 15 indica el contenido de TGC (96.31%) requisito indispensable para efectuarse la reacción de transesterificación cuyo valor alcanzado es superior a lo esperado <90%.

Así mismo, el valor que muestra la tabla 15 contenido de AGL (0.48%), indica que la materia prima no necesita esterificación y esta apta para la transesterificación, ya que el porcentaje de ácido graso libre es inferior al 1% tal como se indicó anteriormente son compuestos indeseables en la materia prima y en el rendimiento final de FAME debido a sus efectos en la formación de jabones.

Así mismo el contenido de material insaponificable que muestra tabla 15 (0.216%), indica que la materia prima se encuentra por debajo del valor permitido 1% tal como se indicó anteriormente ya que puede incidir sobre otros parámetros como índice de acidez, viscosidad, estado de oxidación afectando la calidad del producto y su funcionamiento dentro del motor.

5.1.2 Determinación de Parámetros de Temperatura y Tiempo para la Reacción de Transesterificación de Residuos de Aceites Vegetales Usados

Tabla 16

Diseño Experimental de valores observados y medidos para la reacción de transesterificación

TRATAMIENTO	VARIABLE RESPUESTA	VARIABLES DE PROCESO					
		X _T (°C)	X _t (min)	%p/p cat ^a	(alcohol: aceite) ^b	(RPM) ^c	Presión ^d
T ₃₀ *t _B	191,4633	30	30	0.02	3:1	500	1
T ₃₅ *t _B	187,0752	35	30				
T ₄₀ *t _B	149,6906	40	30				
T ₄₅ *t _B	155,1159	45	30				
T ₅₀ *t _B	144,4183	50	30				
T ₅₅ *t _B	141,2537	55	30				
T ₆₀ *t _B	151,8714	60	30				
T ₆₅ *t _B	145,7990	65	30				
T ₇₀ *t _B	138,9817	70	30				
T ₇₅ *t _B	136,6495	75	30				
T ₈₀ *t _B	142,4932	80	30				
T ₈₅ *t _B	159,2731	85	30				
T ₃₀ *t _M	187,3143	30	45				
T ₃₅ *t _M	188,1275	35	45				
T ₄₀ *t _M	185,5052	40	45				
T ₄₅ *t _M	151,6088	45	45				
T ₅₀ *t _M	144,8375	50	45				
T ₅₅ *t _M	147,0166	55	45				
T ₆₀ *t _M	152,6534	60	45				
T ₆₅ *t _M	151,0038	65	45				
T ₇₀ *t _M	144,3698	70	45				
T ₇₅ *t _M	135,2145	75	45				
T ₈₀ *t _M	143,6706	80	45				
T ₈₅ *t _M	163,8130	85	45				
T ₃₀ *t _A	180,9372	30	60				
T ₃₅ *t _A	190,2841	35	60				
T ₄₀ *t _A	148,9984	40	60				
T ₄₅ *t _A	150,4005	45	60				
T ₅₀ *t _A	168,4098	50	60				
T ₅₅ *t _A	156,6276	55	60				
T ₆₀ *t _A	170,7150	60	60				
T ₆₅ *t _A	147,1813	65	60				
T ₇₀ *t _A	162,2140	70	60				
T ₇₅ *t _A	146,8358	75	60				
T ₈₀ *t _A	143,3377	80	60				
T ₈₅ *t _A	169,3936	85	60				

MATRIZ DISEÑO

Nota. Elaborado por el autor

^a % en peso de catalizador PtO

^b Relación molar

^c Velocidad de agitación

^d Presión atmosférica

La relación matemática para medir el rendimiento de transesterificación es calcular el rendimiento porcentual real FAME, como se observa en la tabla 16 (% volumen) y en el anexo

5 (%peso), que los rendimientos obtenidos superan el 70% lo que indica según Vogel et al (1989) que el rendimiento es bueno. Sin embargo, analizando los tratamientos experimentales con excelente rendimiento porcentual se observa que $T_{35} \cdot t_A$ (93,1195 %) es el que presenta mayor rendimiento porcentual, seguido de $T_{35} \cdot t_M$ (92,1097 %) y $T_{30} \cdot t_B$ (92.9212 %) respectivamente para las sgtes condiciones de reacción: relación molar aceite/ metanol de 3:1, catalizador PtO 0.02 %p/p, temperatura 30 °C, tiempo 30 min, velocidad de mezcla 500 rpm y presión 1 atm. Demostrando que si existe efecto de los “dominios experimentales ensayados” de temperatura y tiempo sobre el rendimiento FAME.

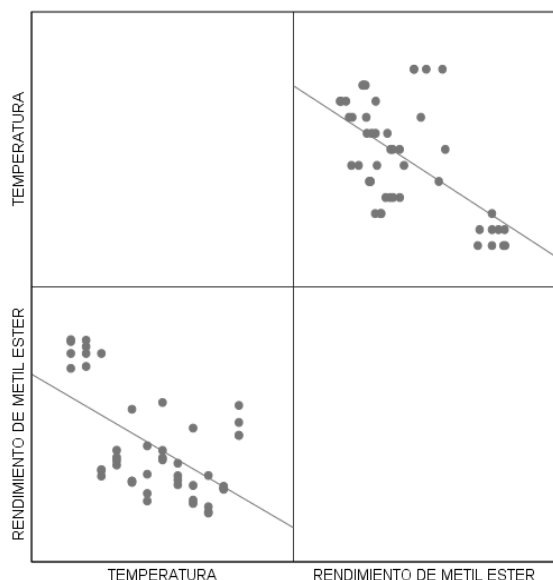
5.1.3 *Determinación del Efecto Optimo de Temperatura y Tiempo de Reacción de Transesterificación sobre el Rendimiento de Metil Ester*

Para su determinación del efecto significativo de las variables predictoras (temperatura y tiempo) sobre la variable predicha rendimiento real de metil éster es relevante considerar los siguientes criterios:

5.1.3.1 Gráfico de Dispersión Matricial en Puntos. En la figura 14 y 15 muestra la correlación de las variables en estudio criterio importante para aplicar la técnica de regresión múltiple ya que nos permite observar el comportamiento de los datos experimentales o nube de puntos evidenciándose una correlación negativa y positiva para cada variable de estudio es decir el valor %FAME tiende a incrementarse al descender los valores de temperatura y ascender los valores tiempo.

Figura 14

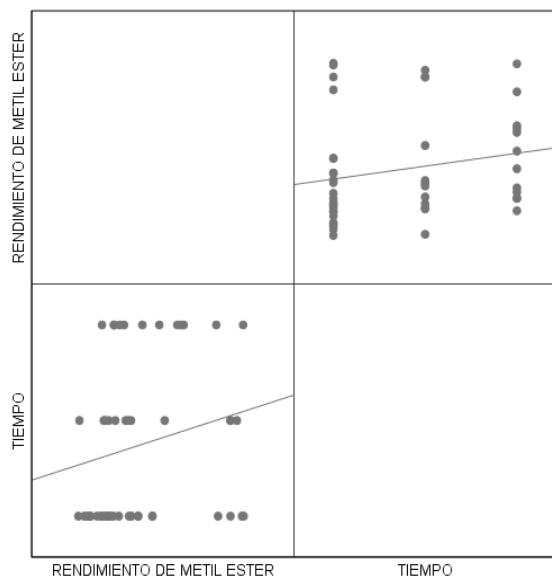
Gráfico de dispersión matricial para la variable temperatura



Nota. Elaborado por el autor

Figura 15

Gráfico de dispersión matricial para la variable tiempo



Nota. Elaborado por el autor

5.1.3.2 Análisis de Correlaciones Bivariadas: Coeficiente de Pearson. Después del análisis visual de los gráficos anteriores respaldamos la correlación objetivamente con el Coeficiente de Pearson mediante la tabla 17, cuyo valor calculado es sin tener en cuenta la presencia de otras variables. Es decir, qué relación existe entre la variable explicada y cada variable explicativa.

El índice se aplicó para medir el grado de asociación de las variables de estudio ya que ambas son variables cuantitativas continuas significativas.

Tabla 17

Correlación de Pearson de las variables de estudio

CORRELACIONES				
TEMPERATURA	Correlación de Pearson	RENDIMIENTO DE METIL		
		TEMPERATURA	TIEMPO	ESTER
		1	0.000	-0.588**
			1.000	0.000
TIEMPO	Correlación de Pearson	48	48	48
		0.000	1	0.305**
		1.000		0.000
		48	48	48
	Correlación de Pearson	-0.588**	0.305**	1

RENDIMIENTO DE METIL	Sig. (bilateral)	0.000	0.000	
ESTER	N	48	48	48

** La correlación es significativa en el nivel 0,01 (bilateral).

Nota. Elaborado por el autor

Por lo tanto, existe correlación significativa negativa de -0.588 para la variable temperatura y una correlación significativa positiva de 0.305 para la variable tiempo cuyo criterio se encuentra dentro de una **correlación regular**, en efecto se procede a seguir con el análisis de regresión lineal múltiple.

5.1.3.3 Análisis de Regresión Lineal Múltiple. Después de haber validado el valor de correlación de Pearson y la significancia estadística de las variables en estudio se procede al análisis de regresión lineal múltiple según tabla 18, se utilizó el método “Introducir” en 2 bloques según el orden de importancia definida por el investigador en función de la literatura reportada.

Tabla 18

Resumen del método Introducir de variables regresoras

VARIABLES ENTRADAS/ELIMINADAS ^a			
Modelo	Variables entradas	Variables eliminadas	Método
1	TEMPERATURA ^b	.	Introducir
2	TIEMPO ^b	.	Introducir

a. Variable predicha: RENDIMIENTO DE METIL ESTER

b. Todas las variables solicitadas introducidas.

Nota. Elaborado por el autor

Así mismo la tabla 19 Resumen del modelo^c muestra los valores estadísticos para cada modelo de regresión estimado según orden de importancia.

Tabla 19

Resumen de valores estadísticos estimados para cada modelo de regresión

RESUMEN DEL MODELO ^c					
Modelo	R	R cuadrado	R cuadrado ajustado	Error estándar de la estimación	Durbin-Watson
1	0.588 ^a	0.345	0.331	6.7357870	1.176
2	0.624 ^b	0.389	0.362	6.5807341	1.276

a. Predictores: (Constante), TEMPERATURA

b. Predictores: (Constante), TEMPERATURA, TIEMPO

c. Variable predicha: RENDIMIENTO DE METIL ESTER

Nota. Elaborado por el autor

El análisis de los estadísticos calculados como el coeficiente de correlación múltiple R se refiere al coeficiente de Correlación Pearson y determina que, si existe una correlación de **0.588** en escala “REGULAR” para el modelo ^aTEMPERATURA como principal predictor de

la variable respuesta y que se puede explicar con la ecuación de regresión múltiple. Así mismo para el modelo ^bTEMPERATURA, TIEMPO también existe una correlación de **0.624** en escala “REGULAR”.

El coeficiente de determinación R^2 es 0.345 y 0.389 de los modelos respectivamente, se interpreta como la proporción de la varianza de la variable predicha: Rendimiento de metil éster y que esta explicada por las variables predictoras en un 34.5% y 38.9% variabilidad que se atribuye a los modelos: TEMPERATURA y TEMPERATURA, TIEMPO. Sin embargo, existe un 65.5% y 61.1% de variación de rendimiento de metil éster que se debe a otras variables no manipuladas en la presente investigación, puesto que la reacción de transesterificación es un proceso multi-variable.

El R^2 ajustado para ambos modelos es sustancialmente más bajo que el R^2 debido a la bondad de ajuste del modelo predictivo. Sin embargo, R^2 ajustado del modelo 2 aumenta debido al efecto tiempo que se incluye en el modelo.

El error estándar de estimación es una medida que representa una parte de la variabilidad de la variable respuesta: RENDIMIENTO DE METIL ESTER y que en la regresión simple es de 6.7357870 y en la regresión múltiple ha disminuido en 6.5807341 lo que indica una pequeña mejora en el ajuste.

La tabla 20 ANOVA^a informa que si existe relación significativa entre la variable dependiente y las variables independientes. El estadístico F permite contrastar la hipótesis nula de que el valor poblacional de R es cero, lo cual, en el modelo de regresión múltiple, equivale a contrastar la hipótesis de que la pendiente de la recta de regresión difiere de cero por lo tanto, el nivel de significancia (p-valor) asociada al valor del estadístico F es de **(probabilidad<0.001^b)** y **(probabilidad<0.001^c)** niveles menores al 5% respectivamente rechazamos la hipótesis nula de que B_1 y B_2 , o equivalentemente el coeficiente de correlación, sea nulo y aceptamos la hipótesis de la investigación. En efecto, se concluye que las variables estudiadas están linealmente relacionadas o existe una relación de tipo lineal entre (X_1 y X_2 e Y), demostrando así que los dominios experimentales ensayados para la transesterificación la detectan y son consistentes con un modelo lineal.

Tabla 20

ANOVA de las variables de estudio para cada modelo de regresión

ANOVA ^a					
Modelo	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
1 Regresión	1101.422	1	1101.422	24.276	0.000 ^b
1 Residuo	2087.058	46	45.371		
Total	3188.480	47			
2 Regresión	1239.707	2	619.854	14.313	0.000 ^c
2 Residuo	1948.773	45	43.306		
Total	3188.480	47			

a. Variable predicha: RENDIMIENTO DE METIL ESTER

b. Predictores: (Constante), TEMPERATURA

c. Predictores: (Constante), TEMPERATURA, TIEMPO

Nota. Elaborado por el autor

La tabla 21 Coeficientes^a informa que los coeficientes no estandarizados (B_k) brindan toda la información necesaria para construir la recta de regresión que forman parte de la ecuación en puntuaciones directas:

MODELO 1: El coeficiente no estandarizado correspondiente a *Constante* es el origen de la recta de regresión cuyo valor es de $B_0 = 92.493$. El coeficiente no estandarizado correspondiente a *TEMPERATURA* es la pendiente de la recta de regresión cuyo valor es de $B_1 = -0.278$ el cual indica que existe una relación inversa. Así mismo señala el cambio medio que corresponde a la variable respuesta (RENDIMIENTO DE METIL ESTER) por cada unidad de cambio de la variable predictora (TEMPERATURA).

MODELO 2: El coeficiente no estandarizado correspondiente a *Constante* es el origen de la recta de regresión cuyo valor es de $B_0 = 86.864$. El coeficiente no estandarizado correspondiente a *TEMPERATURA*, *TIEMPO* es la pendiente de la recta de regresión cuyo valor es de $B_1 = -0.278$ y 0.136 respectivamente el cual indica que existe una relación inversa y directa. Así mismo señala el cambio medio que corresponde a la variable respuesta (RENDIMIENTO DE METIL ESTER) por cada unidad de cambio de las variables predictoras (TEMPERATURA y TIEMPO).

Los coeficientes estandarizados *Beta* muestran la relevancia relativa de cada variable explicativa en la ecuación de regresión lineal múltiple. Por consiguiente, cuanto mayor es su valor absoluto de su coeficiente mayor importancia tienen. En efecto, la variable temperatura es la más importante, después la variable tiempo.

Tabla 21*Coefficientes de las variables de estudio para cada modelo de regresión*

COEFICIENTES ^a							
Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes estandarizados	t	Sig.	Estadísticas de colinealidad	
	B	Desv. Error				Tolerancia	VIF
(Constante)	92.493	3.382		27.352	0.000		
1 TEMPERATURA	-0.278	0.056	-0.588	-4.927	0.000	1.000	1.000
(Constante)	86.864	4.565		19.028	0.000		
2 TEMPERATURA	-0.278	0.055	-0.588	-5.043	0.000	1.000	1.000
TIEMPO	0.136	0.076	0.208	1.787	0.041	1.000	1.000

a. Variable dependiente: RENDIMIENTO DE METIL ESTER

Nota. Elaborado por el autor

Por consiguiente, la ecuación de regresión o modelos de predicción para el rendimiento de metil éster queda expresada de la siguiente manera:

Ecuación 13: Modelo 1 “Ecuación de regresión lineal para la variable temperatura”

$$Y_i = B_0 + B_1X_1 + \varepsilon$$

$$\%FAME = 92.493 + (-0.278)X_1$$

Ecuación 14: Modelo 2 “Ecuación de regresión lineal múltiple para la variable temperatura y tiempo”

$$Y_i = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2$$

$$\%FAME = 86.864 + (-0.278)X_1 + (0.136)X_2$$

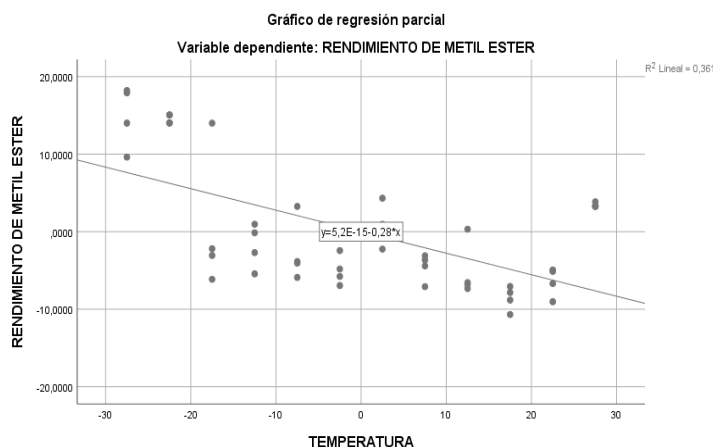
Finalmente, las pruebas de significancia o estadísticos *t* y sus niveles críticos de (*Sig*) permiten contrastar las hipótesis nulas de que los coeficientes de regresión valen cero en la población. En consecuencia, los coeficientes de los modelos de regresión las puntuaciones *t* y sus niveles de significancia aportan al modelo de predicción, obteniendo que las variables predictoras poseen coeficientes significativamente distintos de cero y sus niveles críticos de significancia son menores a 0.05. Por lo tanto, aportan de manera significativa a explicar lo que ocurre con la variable respuesta.

5.1.3.4 Validación del Modelo: Análisis de Supuestos. Después del análisis de regresión múltiple y obtención de los modelos es necesario validar el modelo si cumple con los siguientes supuestos:

5.1.3.4.1 **Linealidad: Generar los Gráficos Parciales.** En la figura 16 y 17 se muestra la generación de gráficos parciales los cuales describen la relación de las puntuaciones de residuos de la variable respuesta (%FAME) con las puntuaciones de los residuos de cada variable predictora (temperatura y tiempo) por separado, tras eliminar el efecto del resto de variables predictoras.

Figura 16

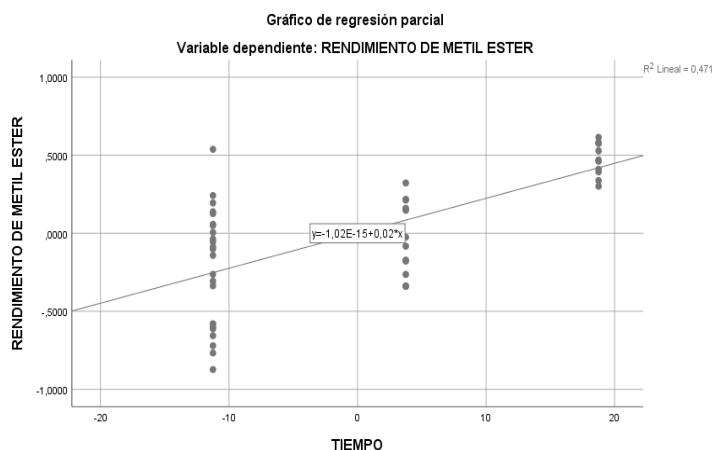
Gráfico de regresión parcial para la variable temperatura



Nota. Elaborado por el autor

Figura 17

Gráfico de regresión parcial para la variable tiempo



Nota. Elaborado por el autor

Por consiguiente, **se cumple el supuesto** de estos diagramas de regresión parcial para la variable temperatura adoptando la relación (lineal-negativa) y para la variable tiempo (lineal-positiva). Se valida que el coeficiente de la ecuación de regresión para el modelo 1 y 2 es de correlación regular.

5.1.3.4.2 **Independencia de los Residuos: Durbin – Watson criterio entre (-1.5 y 2) los Residuos y los Errores son Independientes.** En la tabla 19 se valida que se cumple la independencia de los residuos para ambos modelos 1 y 2 es de (1.176 y 1.276) respectivamente, ambos se encuentran entre el rango establecido. Por consiguiente, se cumple el supuesto y se sigue con el análisis.

5.1.3.4.3 **Homocedasticidad de Varianza: Varianza de los Residuos Constantes o iguales $Z_{RESID}(Y)$ y $Z_{PRED}(X)$.** Se determinó objetivamente el cumplimiento del supuesto homocedasticidad de varianza mediante el TEST DE BREUSCH-PAGAN.

Por consiguiente, se estableció la hipótesis con la varianza de los residuos:

H_0 : las varianzas de los residuos de la variable dependiente son iguales ($p \geq 0.05$), (Homocedasticidad/ Se asumen varianzas iguales)

H_1 : las varianzas de los residuos de la variable dependiente no son iguales ($p < 0.05$), (Heterocedasticidad/ No se asumen varianzas iguales)

Si, $p \geq 0.05$, se acepta la hipótesis nula, aceptando que las varianzas de los residuos es constante

Si, $p < 0.05$, se acepta la hipótesis alterna, aceptando que las varianzas de los residuos no es constante

Para contrastar la hipótesis se realizó el test de Breusch Pagan, para ello comprobamos el nivel de significancia, si es mayor que 0.05 existe homocedasticidad, si es menor que 0.05 existe heterocedasticidad. Por consiguiente, **se cumple el supuesto** ya que se valida según la tabla 22 que el (p-valor) para el modelo 1 es de 0,198^b y para el modelo 2 es de 0,441^c valores mayores a 0.05. En consecuencia, se acepta la hipótesis nula.

Tabla 22

ANOVA de las variables del modelo original con el cuadrado de los residuales de la variable respuesta

ANOVA ^a						
Modelo		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
1	Regresión	2784.652	1	2784.652	1.703	0.198 ^b
	Residuo	75215.376	46	1635.117		
	Total	78000.029	47			
2	Regresión	2787.260	2	1393.630	0.834	0.441 ^c
	Residuo	75212.769	45	1671.395		
	Total	78000.029	47			

a. Variable dependiente: sqaures

b. Predictores: (Constante), TEMPERATURA

c. Predictores: (Constante), TEMPERATURA, TIEMPO

Nota. Elaborado por el autor

5.1.3.4.4 **Normalidad.** Después del análisis de homocedasticidad de varianza se procedió a validar si la distribución de la variable formada por los residuos observados y los esperados cumplen con distribución normal o simétrica.

Por consiguiente, se estableció la hipótesis de normalidad de los residuos:

H_0 : los residuales estandarizados siguen una distribución normal ($p \geq 0.05$)

H_1 : los residuales estandarizados no siguen una distribución normal ($p < 0.05$)

Si, $p \geq 0.05$, se acepta la hipótesis nula, aceptando que los datos residuales siguen distribución normal o simétrica.

Si, $p < 0.05$, se acepta la hipótesis alterna, aceptando que los datos residuales siguen distribución no normal o asimétrica.

Para contrastar la hipótesis objetivamente se realizó la prueba de **SHAPIRO WILK** ya que $n < 50$. Por consiguiente, **se incumple el supuesto** ya que se valida según la tabla 23 que los residuales no siguen una distribución normal $p < 0.05$. En consecuencia, se acepta la hipótesis alterna.

Tabla 23

Prueba de normalidad aplicando el estadístico Shapiro-Wilk para residual estandarizado

	Shapiro-Wilk		
	Estadístico	gl	Sig.
Standardized Residual	0.923	48	0.004

Nota. Elaborado por el autor

5.1.3.4.5 **Colinealidad.** En la tabla 21 se valida que los estadísticos de colinealidad: Tolerancia debe encontrarse con valores pequeños próximos (0.01) por lo que se encuentran con valores altos “1” para ambos modelos 1 y 2 respectivamente, y su inverso FIV (factor de inflación de varianza) debe ser mayor a 10 por lo que se encuentra con valores inferiores “1” para ambos modelos 1 y 2 respectivamente. En efecto no existe colinealidad entre las variables regresoras o independientes. Así mismo su valor de significancia en la tabla 20 ANOVA^a y 21 COEFICIENTES^a son significativos. Por consiguiente, se cumple el supuesto de No colinealidad.

5.1.3.5 Potencia Estadística y Tamaño del Efecto. Una vez verificado el análisis de regresión lineal múltiple y cumplimiento de los supuestos generamos la validación de la hipótesis estadística de investigación mediante los índices de significancia, potencia estadística y tamaño del efecto. Se contrasto los modelos obtenidos y se analizaron utilizando el software G*Power, los cuales se muestran en la siguiente tabla 24:

Tabla 24

Potencia estadística y tamaño del efecto para cada modelo de regresión múltiple analizado

Modelos	F	R cuadrado	R cuadrado ajustado	B	Error estándar	β	p	1- β	f^2
Modelo 1	24.276 (1,46)	0.345	0.331						
Temperatura				-0.278	0.056	-0.588	0.001	0.9985	0.5267
Modelo 2	14.313 (2,45)	0.389	0.362						
Temperatura				-0.278	0.055	-0.588	0.001		
Tiempo				0.136	0.076	0.208	0.041	0.9988	0.6367

Nota. Elaborado por el autor

Por consiguiente, se demuestra que los resultados obtenidos del análisis de regresión múltiple prueban que al ingresar variables al modelo de predicción este tiene un mayor poder de explicación de (% FAME), al igual que un mayor nivel de potencia estadística ($1 - \beta = 0.99$) lo que indica que existe un 1% de probabilidad de aceptar la hipótesis nula cuando es falsa y el tamaño del efecto ($f^2 = 0.63$) indica que superan a los índices grandes respectivamente (Faul & Erdfelder, 2007). Por lo tanto, permiten afirmar que los resultados son relevantes para explicar, controlar y predecir el rendimiento de metil éster.

5.1.4 Caracterización de Propiedades Físico Químicas y Cumplimiento de Especificaciones Técnicas Nacionales e Internacionales para Metil Ester

La tabla 25 muestra que para los tratamientos experimentales $T_{35} * t_A$ (93,1195 %), $T_{35} * t_M$ (92,1097 %) y $T_{30} * t_B$ (92.9212 %) con excelente rendimiento porcentual cumplen con las especificaciones técnicas nacionales e internacionales para biodiesel.

Tabla 25

Propiedades físico químicas cuantificadas para todos los tratamientos con mayor rendimiento de metil éster

Tratamiento	Parámetros Físico Químico			Cumplimiento de Normativa
	Densidad (g/ml)	PH	Viscosidad cinemática (mm ² /s)	
AVU	0.9205	5.615	136.31 ^(40°C)	
$T_{30} * t_B$	0,8935	7.011	3.8^(40 °C)	<i>a,b,c SI CUMPLE</i>
$T_{35} * t_B$	0,8960	6,756	45.5 ^(27.3°C)	
$T_{40} * t_B$	0,8954	6,821	47.4 ^(27.5°C)	
$T_{45} * t_B$	0,9016	6,788	76.0 ^(28.5°C)	

T ₅₀ *t _B	0,9044	7,919	86.5 ^(28.7 °C)	
T ₅₅ *t _B	0,9023	7,270	67.6 ^(27.9 °C)	
T ₆₀ *t _B	0,9027	7,023	53.7 ^(29.0)	
T ₆₅ *t _B	0,9009	7,208	35.8 ^(27.3 °C)	
T ₇₀ *t _B	0,9032	7,032	90.2 ^(28.8 °C)	
T ₇₅ *t _B	0,9048	7,378	94.8 ^(28.8 °C)	
T ₈₀ *t _B	0,9052	7,055	89.2 ^(28.1 °C)	
T ₈₅ *t _B	0,9050	7,502	109 ^(28.6 °C)	
T ₃₀ *t _M	0,8949	7,340	42.5 ^(27.8 °C)	
T₃₅*t_M	0,9014	7,005	4.4^(40 °C)	a,b,c SI CUMPLE
T ₄₀ *t _M	0,9036	7,138	77.6 ^(28.1 °C)	
T ₄₅ *t _M	0,9028	7,213	78.1 ^(27.7 °C)	
T ₅₀ *t _M	0,9043	7,501	80.6 ^(28.0 °C)	
T ₅₅ *t _M	0,9045	7,583	79.9 ^(28.3 °C)	
T ₆₀ *t _M	0,9021	7,019	68.9 ^(28.4 °C)	
T ₆₅ *t _M	0,9014	7,177	53.1 ^(27.3 °C)	
T ₇₀ *t _M	0,8988	7,314	63.7 ^(27.3 °C)	
T ₇₅ *t _M	0,9035	7,651	73.9 ^(27.3 °C)	
T ₈₀ *t _M	0,9016	7,536	67.8 ^(28.0 °C)	
T ₈₅ *t _M	0,9024	7,455	66.6 ^(28.2 °C)	
T ₃₀ *t _A	0,9027	7,340	69.1 ^(28.3 °C)	
T₃₅*t_A	0,9009	7,098	4.2^(40 °C)	a,b,c SI CUMPLE
T ₄₀ *t _A	0,9013	7,977	65.9 ^(28.2 °C)	
T ₄₅ *t _A	0,9016	7,972	67.8 ^(28.3 °C)	
T ₅₀ *t _A	0,9003	7,850	52.5 ^(27.7 °C)	
T ₅₅ *t _A	0,9010	7,708	57.9 ^(29.0 °C)	
T ₆₀ *t _A	0,8995	7,770	43.2 ^(27.9 °C)	
T ₆₅ *t _A	0,9006	7,964	58.7 ^(28.9 °C)	
T ₇₀ *t _A	0,9013	7,867	48.0 ^(28.8 °C)	
T ₇₅ *t _A	0,9031	7,795	58.9 ^(28.9 °C)	
T ₈₀ *t _A	0,8998	7,780	55.1 ^(28.8 °C)	
T ₈₅ *t _A	0,9016	7,609	50.7 ^(28.9 °C)	

Nota. *Elaborado por el autor*

^aEuropean Committee for Standarization: EN 14214

^bAmerican Society for Testing and Materials: ASTM D6751-07b

^cNorma Técnica Peruana, (Biodiesel. Especificaciones. Segunda edición): NTP 321.125.2019

5.2 Discusión

La caracterización de los parámetros físico químicos de residuos de AVU, estuvo sustentado según estudio científico realizado por Refaat, A. (2009) quien determino que para la producción de biodiesel es importante conocer las propiedades físico químicas del aceite a utilizar, ya que, según el estándar de calidad del biodiesel a producir dado sus propiedades densidad, viscosidad, estabilidad oxidativa, numero de cetano, entre otros; existe una correlación importante de sus propiedades de ácidos grasos contenido en los TGC con las propiedades de los esteres a obtener. Por consiguiente, no existe un perfil de ácidos grasos que proporcione un combustible óptimo. Sin embargo, los resultados logrados en la tesis según como se demuestra en la tabla 15 “*Parámetros fisicoquímicos cuantificados del AVUT para*

la reacción de transesterificación” coinciden con lo obtenido por Elgharbawy et al. (2020), Guerrero, Y. (2019) y Palma, N. & Sosa, R. (2021), en que el nivel de ácido graso libre es bajo menor a 1 % y así se evitó reducir pérdidas en el rendimiento por la formación de jabones.

La determinación de los parámetros de temperatura y tiempo para la reacción de transesterificación de residuos de AVU se contrastó:

Para el parámetro temperatura los resultados logrados en la tesis según como se demuestra en la tabla 16 ***Diseño Experimental de valores observados y medidos para la reacción de transesterificación*** coinciden con lo obtenido por Sustaita et al. (2021), en que el mayor rendimiento de biodiesel es para el tratamiento $T_{30} \cdot t_B$ con un volumen de 191.4633 ml lo cual justifica informar que existe efecto significativo de temperatura sobre el rendimiento de biodiesel. Finalmente, una temperatura más alta casi siempre se traduce en una cinética más rápida y, en efecto la producción de FAME finales a un ritmo más alto. Sin embargo, es preciso informar que no necesariamente al aumentar la temperatura se obtiene una cinética más rápida con mejores resultados ya que la temperatura también influye en la selectividad de los productos. Es decir, se puede obtener los productos a mayor velocidad elevando la temperatura, pero los productos obtenidos pueden no ser los deseados. Por lo tanto, la temperatura debe monitorearse cuidadosamente para obtener altos rendimientos de productos a un ritmo alto sin comprometer la eficiencia de las propiedades del biocombustible.

Para el parámetro tiempo los resultados logrados en la tesis según como se demuestra en la tabla 16 ***Diseño Experimental de valores observados y medidos para la reacción de transesterificación*** coinciden con lo obtenido por Nam, N. (2018), en que el mayor rendimiento de biodiesel es para el tratamiento $T_{35} \cdot t_M$ (60 min) lo cual justifica informar que existe efecto significativo del tiempo sobre el rendimiento FAME. Finalmente, el efecto tiempo de transesterificación de TGC sobre el rendimiento de biodiesel y la cinética de la reacción es incuestionable. Un tiempo de reacción bajo casi siempre se traduce en una cinética más rápida y, en efecto la producción de FAME finales a una rapidez más alta. Sin embargo, es preciso informar que no necesariamente la disminución del tiempo de residencia de las moléculas en el reactor se obtiene una cinética más rápida con mejores resultados ya que el tiempo también influye en la selectividad de los productos. En consecuencia, el tiempo depende de las condiciones experimentales del sistema de reacción. Por consiguiente, se puede obtener los productos a mayor velocidad con un tiempo inferior, pero los productos obtenidos pueden no ser los deseados. Por lo tanto, el tiempo de residencia de las moléculas en el reactor debe

monitorearse cuidadosamente para obtener altos rendimientos de metil éster a un ritmo alto sin comprometer el avance de conversión de los reactantes, la selectividad del producto y rendimiento de transesterificación.

La determinación del efecto óptimo de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster se valoró mediante la aplicación de la técnica estadística de Regresión Lineal Múltiple. Por consiguiente, los modelos 1 y 2 logrados en la presente tesis demuestran que, si existe efecto significativo de la temperatura y tiempo sobre el rendimiento de metil éster ya que sus variables tienen relación lineal inversa y directa lo cual indica que por cada unidad de variación de la variable predictora (TEMPERATURA), (TEMPERATURA Y TIEMPO) la variable respuesta (RENDIMIENTO DE METIL ESTER) disminuirá en $B_1 = -0.278$ y disminuirá y aumentará en $B_1 = -0.278$ y 0.136 respectivamente. En consecuencia, los resultados obtenidos en la tabla 21 ***Coefficientes de las variables de estudio para cada modelo de regresión*** no coinciden con lo obtenido por Elgharbawy et al. (2020) ya que según su investigación la temperatura tiene un efecto estadístico significativo positivo y el tiempo tiene un efecto estadístico no significativo negativo sobre el rendimiento de biodiesel. Sin embargo, los resultados obtenidos por Kurniasih, E & Pardi, P. (2018) si coinciden con lo obtenido en la presente investigación para la variable temperatura y tiempo, es decir la pendiente de la variable temperatura es muy alta, lo que indica que influye mucho en la transesterificación para biodiesel y la variable independiente que menos influye es el tiempo de reacción porque la forma de la pendiente es muy pequeña. Finalmente, el modelo elegido para la investigación que mejor se ajusta a los datos experimentales es de tipo lineal ya que la ecuación nos indica objetivamente que, teniendo en cuenta la temperatura y tiempo la transesterificación se llevara a cabo obteniendo un rendimiento de metil éster lo que demuestra que las variables estudiadas en la presente investigación explicarían dicha causalidad.

6. Conclusiones y Recomendaciones

6.1 Conclusiones

- ✓ La presente investigación demostró que la muestra elegida, el muestreo elegido y el pretratamiento del aceite vegetal usado fue el apropiado ya que en su análisis de caracterización de parámetros fisicoquímicos se obtuvo un porcentaje de triglicéridos de 96.31% nivel alto a lo esperado menor a 90%. Así mismo el porcentaje de ácidos grasos libres fue de 0.48% nivel muy bajo a lo esperado mayor a 1% por lo que no

requirió tratamiento de esterificación y el porcentaje de material insaponificable fue de 0.216% por debajo del valor permitido 1%.

- ✓ La determinación de los dominios experimentales temperatura y tiempo para la reacción de transesterificación de residuos de aceite vegetal usado utilizando catalizador PtO fue el indicado ya que se obtuvo un mayor rendimiento en los tratamientos según la tabla del anexo 5 (% peso): $T_{30} * t_B$ (92.9212%), $T_{35} * t_M$ (92.1097%) y $T_{35} * t_A$ (93.1195%) bajo las condiciones de reacción: relación molar aceite/ metanol de 3:1, catalizador PtO 0.02 %p/p, velocidad de mezcla 500 rpm y presión 1 atm.
- ✓ La técnica estadística aplicada “Regresión lineal múltiple” fue la adecuada para probar la hipótesis de la investigación (H_a) y determinar el efecto óptimo de temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster utilizando catalizador PtO, ya que el comportamiento de los datos experimentales se ajusta a una ecuación lineal múltiple y sus niveles de significancia son menores a ($p < 0.05$).
- ✓ El modelo predictivo 2 permitió rechazar la hipótesis nula cuándo es falsa si el valor de p es 0.001 menor a 0.05, la potencia estadística ($1 - \beta = 0.99$) tiene un índice alto a lo esperado menor a 0.8 y el tamaño del efecto ($f^2 = 0.637$) supera al índice grande mayor a 0.35 respectivamente, aceptándose la hipótesis alternativa de la investigación que si existe efecto significativo de la temperatura y tiempo de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster.
- ✓ Las propiedades físico químicas de los tratamientos con excelente rendimiento porcentual de metil éster: $T_{30} * t_B$ (92.9212%), $T_{35} * t_M$ (92.1097%) y $T_{35} * t_A$ (93.1195%), cumplen con los límites requeridos por las normas nacionales e internacionales de estándares para biodiesel y se demuestra en la tabla 25 para parámetros como: Densidad, PH y Viscosidad cinemática.

6.2 Recomendaciones

- ✓ Realizar un estudio de correlación de los tratamientos que se obtuvo rendimiento muy bueno %FAME con sus características fisicoquímicas obtenidas.
- ✓ Reproducir los dominios experimentales ya estudiados donde se obtuvo el mayor rendimiento de metil éster utilizando otras tecnologías y materias primas anteriormente mencionadas.
- ✓ Aplicar otro programa estadístico que permita validar el modelo de regresión lineal múltiple aumentando los dominios experimentales de los parámetros anteriormente estudiados en la presente investigación.

- ✓ Analizar la correlación de otras variables como: relación molar aceite/ metanol, catalizador, velocidad de mezcla y presión, que influyen sobre el rendimiento de metil éster.
- ✓ Caracterizar propiedades catalíticas como: su composición, su estructura a escala atómica, su interacción metal-soporte de óxidos metálicos (PtO) en diferentes concentraciones de Pt, en formas nanocristalinas en lugar de catalizadores de grado comercial y correlacionarlas con su comportamiento para la síntesis de biodiesel.

7. Referencias

- Abbaszaadeh, A., Ghobadian, B., Omidkhah, M., & Najaf, G. (2012). Tecnologías actuales de producción de biodiesel: una revisión comparativa. *Gestión y conversión de energía*, 63, 138-148.
- Badui, S. (2006). *Química de los alimentos*. Mexico: Pearson educación.
- Chorkendorff, I., & Niemantsverdriet, J. (2003). *Conceptos de catálisis y cinética moderna*. Alemania: Wiley-VCH.
- Chouhan, A., & Sarma, A. (2011). Catalizadores heterogéneos modernos para la obtención de biodiesel: Una revisión completa. *Revisiones de energía renovable y sostenible*, 15, 378–4399.
- Darnoko, D., & Cheryan, M. (2000). Cinética de transesterificación del aceite de palma usado en un reactor discontinuo. *JAOCs*, 77(12), 1263-1267.
- Demirbas, A. (2002). Biodiesel de aceites vegetales vía transesterificación en CH₃OH supercrítico. *Gestión y conversión de energía*, 43, 2349-2356.
- Demirbas, A. (2003). Combustible biodiesel a partir de aceites vegetales a través de transesterificación de alcohol supercrítico catalítico y no catalítico y otros métodos: una encuesta. *Gestión y conversión de energía*, 44, 2093–2109.
- Diario El Comercio. (15 de Abril de 2019). Suplemento Día 1. *Reborn: más biodiesel con aceite usado por restaurantes*, pág. 8.
- Dunn, R. (2008). Antioxidantes para mejorar la estabilidad de almacenamiento del biodiesel. *Biocombustibles, Bioproductos y Biorefinación*, 2, 304–318.
- Dunn, R., & Moser, B. (2010). Propiedades en climas fríos y desempeño del biodiesel. En G. Knothe, J. Van Gerpen, & J. Kahl, *El manual del biodiesel* (págs. 147-192). EE. UU.: AOCS PRESS.
- Elgharbawy, A., Sadik, W., Sadek, O., & Kasaby, M. (2020). Producción de Biodiesel a partir de aceite de cocina usado usando Regresión Lineal. *Ingeniería de Petróleo y Minas*, 22(2), 92-99.
- Endalew, A., Kiros, Y., & Zanzi, R. (2011). Catalizadores heterogéneos inorgánicos para la obtención de biodiesel a partir de aceites vegetales. *Biomasa y bioenergía*, 35, 3787-3809.
- Faul, F., & Erdfelder, E. (2007). G*Power 3: Un análisis de poder estadístico flexible programa para el desarrollo social, conductual y ciencias biomédicas. *Métodos de investigación del comportamiento*, 39(2), 175-191.

- Firestone, D. (2013). *Características Físicas y Químicas de Aceites, Grasas y Ceras*. EE. UU.: AOCS PRESS.
- Fogler, H. (2008). *Elementos de Ingeniería de las reacciones químicas*. Mexico: Pearson Educación.
- Formo, M. (1979). Propiedades físicas de las grasas y ácidos grasos. *Productos industriales de aceite y grasa de Bailey's*, 1(4), 177-232.
- Freedman, B., Pryde, E., & Mounts, T. (1984). Variables que afectan los rendimientos de ésteres grasos de aceites vegetales usados transesterificados. *JAACS*, 61(10).
- Guerrero, Y. (2019). *Optimización del proceso de transesterificación convencional del aceite de piñón blanco (Jatropha curcas L.) aplicando nuevos parámetros de concentración de metanol e hidróxido de sodio*. (Tesis de grado). Universidad Nacional de San Martín, Facultad de Ingeniería Agroindustrial, Tarapoto.
- Gunstone, F. (2004). *La química de los aceites y las grasas*. Gran Bretaña: CRC PRESS.
- Gunstone, F. (2011). *Aceites Vegetales en Tecnología de Alimentos*. Gran Bretaña: Wiley Blackwell.
- Hass, M. (2010). Alternativas de materias primas y tecnologías para la producción de éster alquílico. En G. Knothe, J. Van Gerpen, & J. Krahl, *El manual del biodiesel* (págs. 47-60). EE. UU.: AOCS PRESS.
- Haynes, W., Bruno, T., & Lide, D. (2015,). *Manual de química y física*. EE. UU.: CRC PRESS.
- Hernández, R. (17 de julio de 2013). *El coeficiente de confiabilidad. Parte 1*. Obtenido de Archivo de video: https://www.youtube.com/watch?v=IJPBHAd_8QA
- Hoekman, S., Broch, A., Robbins, C., Cenicerós, E., & Natarajan, M. (2012). Revisión de la composición, propiedades y especificaciones del biodiesel. *Revisiones de energía renovable y sostenible*, 16(1), 143-169.
- Isac, J., Dobado, J., Calvo, F., & Martínez, H. (2015). *Manual de Laboratorio de Química Orgánica Experimental*. España: Academic Press.
- Joshi, H., Moser, B., Toler, J., & Walker, T. (2010). Preparación y propiedades de combustibles de FAME y FAEE de aceite de soja. *Biomasa y Bioenergía*, 34, 14-20.
- Knothe, G. (2010). En G. Knothe, J. Van Gerpen, & J. Krahl, *El manual del biodiesel*. EE. UU.: AOCS PRESS.
- Knothe, G., & Steidley, K. (2005). Viscosidad cinemática de los componentes del combustible biodiesel y compuestos relacionados. Influencia de la estructura del compuesto y comparación con los componentes del combustible diesel. *Combustible*, 84, 1059–1065.
- Kurniasih, E., & Pardi, P. (2018). Análisis de variables de proceso en la reacción de transesterificación utilizando el método Taguchi. *Ciencia e ingeniería de materiales*, 420, 1-10.
- Lourinho, G., & Brito, P. (2014). Tecnologías avanzadas de producción de biodiesel: desarrollos novedosos. *Reseñas en Ciencias Ambientales y BioTecnología*, 14(2), 287-316.
- McNaught, A., & Wilkinson, A. (Edits.). (2014). *IUPAC. Compendio de terminología química: "Libro dorado"*. Oxford.
- Mittelbach, M. (1996). Combustible diésel derivado de aceites vegetales, VI: Especificaciones y control de calidad del biodiesel. *Tecnología de biorecursos*, 56, 7-11.

- Mittelbach, M. (2004). Esteres metílicos de ácido graso de grasa animal como materia prima oleoquímica. *ACS*, 227, 49.
- Mittelbach, M., & Remschmidt, C. (2004). *Biodiesel: El manual completo*. Austria: Autoedición.
- Municipalidad Provincial de Lambayeque. (2022). *Carta N° 1863/2022-MPL-SEGEIM*. Lambayeque.
- Neagu, A., Nita, I., Botez, E., & Geacai, S. (2013). Estudio físico-químico de algunas propiedades de los aceites comestibles. *Anales de Química de la Universidad de Ovidio (OUAC)*, 24(2), 121-126.
- Noureddini, H., Teoh, B., & Clements, D. (1992). Viscosidades de aceites vegetales y ácidos grasos. *JAOCS*, 69(12), 1189-1191.
- Palma, N., & Sosa, R. (2020). *Influencia de la transesterificación en la obtención de biodiesel elaborado a partir de aceite residual, 2020*. (Tesis de grado). Universidad Nacional de Trujillo, Facultad de Ingeniería Química, Trujillo.
- PubChem. (2021). *PubChem*. Obtenido de NCBI: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>
- Refaat, A. (2009). Correlación entre la estructura química del biodiesel y sus propiedades físicas. *Ciencia y tecnología ambiental*, 6, 677-694.
- Refaat, A. (2011). Producción de biodiesel mediante catalizadores de óxidos metálicos sólidos. *Ciencia y tecnología ambiental*, 8, 203-221.
- Rivera, L. D. (2014). *Efecto de la temperatura y tiempo de reacción en el grado de conversión en la producción de biodiesel a partir de la cachaza subproducto de la industria azucarera en la región Lambayeque*. (Trabajo de investigación). UNPRG, Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias, Lambayeque.
- Salazar, A. (2014). *Elaboración artesanal de biodiesel en reactor agitado mediante uso de catalizadores sólidos*. (Tesis de grado). Universidad Central del Ecuador, Facultad de Ingeniería Química, Quito.
- Sevim, E. (2005). *Usos industriales del aceite vegetal*. EE. UU.: AOCS PRESS.
- Tabee, E. (2008). *Oxidación de lípidos y fitoesteros en aceites vegetales y productos de patata frita*. (Tesis doctoral). Uppsala, Facultad de Recursos Naturales y Ciencias Agrícolas, Suecia.
- Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. (2004). New Jersey: Wiley Interscience.
- Van Gerpen, J., & Knothe, G. (2010). Fundamentos de la reacción de transesterificación. En G. Knothe, J. Van Gerpen, & J. Kahl, *El manual del biodiesel* (págs. 31-43). EE. UU.: AOCS PRESS.
- Vogel, A., Furniss, B., Hannaford, A., Smith, P., & Tatchell, A. (1989). *Química orgánica práctica*. Gran Bretaña: Longman Scientific & technical.
- Wiltsee, G. (1998). *Evaluación de recursos de grasa de desecho urbano*. EE.UU.: Imprenta NREL.
- Zarrouk, W., Pancorbo, A., Zarrouk, M., Carretero, A., & Gutiérrez, A. (2009). Análisis de multicomponente (esteros, tocoferos y dialcoholes triterpénicos) de la fracción insaponificable de aceites vegetales por el método HPLC-MS. *Talanta*, 80, 924-934.

8. Anexos

Anexo 1

Confiabilidad del instrumento: Ficha de registro de datos experimentales para la reacción de transesterificación

Para determinar la confiabilidad del instrumento ficha de registro de datos experimentales se empleó el Método Test-Retest cuyo propósito fue contrastar si los datos registrados (Rendimiento porcentual FAME) son semejantes al recolectarse en dos periodos distintos, es decir ambas medidas deben tener resultados parecidos o se correlacionan entre sí. Para verificar si el conjunto de datos registrados (Rendimiento porcentual FAME) sigue una distribución normal primeramente se plantea las siguientes hipótesis:

H_0 : Los datos sigue una distribución normal. $X = N(\mu, \sigma^2)$

H_a : Los datos no sigue una distribución normal. $X \neq N(\mu, \sigma^2)$

Donde el patrón de decisión es a un nivel de confianza 95% y los criterios de aceptación y rechazo son:

Si, $p < 0.05$, se acepta la hipótesis alterna, asumiendo que los datos registrados (Rendimiento porcentual FAME) siguen distribución no normal o asimétrica.

Si, $p \geq 0.05$, se acepta la hipótesis nula, asumiendo que los datos registrados (Rendimiento porcentual FAME) siguen distribución normal o simétrica.

Para contrastar la hipótesis objetivamente se aplicó el estadístico de prueba Shapiro Wilk ya que $n < 50$.

Tabla 26

Pruebas de normalidad del %fame-test y %fame-retest

	Pruebas de normalidad					
	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
	Estadístico	gl	Sig.	Estadístico	gl	Sig.
%fame-test	0,213	12	0,140	0,836	12	0,025
%fame-retest	0,210	12	0,152	0,810	12	0,012

a. Corrección de significación de Lilliefors

Nota. Elaborado por el autor

En consecuencia, según la tabla 26 muestra que los valores de significancia de %fame-test es 0.025 y %fame-retest es 0.012 son menores que 0.05, entonces se rechaza la hipótesis nula, y se acepta la hipótesis alterna aseverando que los datos tienen distribución no normal.

Posteriormente, cuando ya se conoce que los datos registrados (Rendimiento porcentual FAME) siguen distribución no normal o asimétrica recién realizamos la Confiabilidad del instrumento de medición.

Finalmente, para determinar la confiabilidad del instrumento se aplica el coeficiente de correlación Pearson o Spearman según sea el caso.

Coeficiente de correlación de Pearson si los datos siguen distribución normal

Coeficiente de correlación de Spearman si los datos no siguen distribución normal

Según Hernández, R. (2013) definió que, el valor del coeficiente de confiabilidad o correlación en los instrumentos de recolección de datos en investigación debe ser mayor 0.7 para ser confiable, caso contrario no es confiable. La aceptación del coeficiente de confiabilidad va a depender del nivel de investigación y de los autores de confiabilidad para cada tipo de investigación: ciencias sociales, ciencias biológicas, ciencias físicas y lo más cercano que se espera es un coeficiente por encima a 0.9.

Tabla 27

Correlación del %fame-test y del %fame-retest

Correlaciones			%fame-test	%fame-retest
Rho de Spearman	%fame-test	Coeficiente de correlación	1,000	0,986**
		Sig. (bilateral)	.	0,000
		N	12	12
	%fame-retest	Coeficiente de correlación	0,986**	1,000
		Sig. (bilateral)	0,000	.
		N	12	12

**.. La correlación es significativa en el nivel 0,01 (bilateral).

Nota. Elaborado por el autor

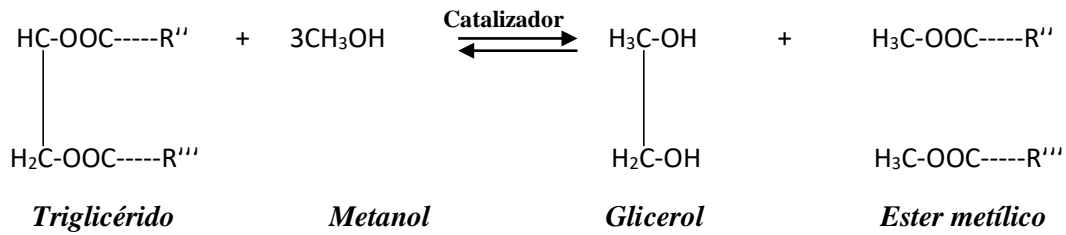
Por consiguiente, la tabla 27 indica que el valor de Rho de Spearman es 0.986 en consecuencia, queda demostrado estadísticamente que el instrumento es confiable.

Anexo 2

Cálculo obtenido de rendimiento de metil éster para los 36 tratamientos ensayados

La obtención de metil éster se obtuvo por transesterificación de AVU y metanol en presencia de catalizador PtO a diferentes temperaturas y tiempos el cual se desarrolló mediante la siguiente ecuación estequiometria:





Por lo tanto, para determinar el rendimiento primero se tuvo que calcular la relación molar aceite vegetal usado y metanol que se aplicó al sistema de reacción para posteriormente, calcular el rendimiento de la molécula FAME producidos en los tratamientos ensayados.

2.1. Relación molar Metanol: AVU

Para la determinación de relación molar metanol/AVU se consideró el peso molecular de trioleína 885.4 g/mol preponderante en el AVU y metanol 32.04 g/mol; la densidad de aceite 0.9205 g/cm³ y metanol 0.7918 g/ml y la cantidad de aceite que se transesterifico 200 ml. Por consiguiente, la masa requerida para una relación molar metanol/AVU de 3:1 se obtuvo mediante la siguiente fórmula matemática:

METANOL

$$m_{\text{CH}_3\text{OH}} = PM_{\text{CH}_3\text{OH}} * n_{\text{CH}_3\text{OH}}$$

$$m_{\text{CH}_3\text{OH}} = 32.04 \frac{\text{g}}{\text{mol}} * 3 \text{ moles}$$

$$m_{\text{TGC}} = 96.12 \text{ g}$$

TRIOLEÍNA

$$m_{\text{TGC}} = PM_{\text{TGC}} * n_{\text{TGC}}$$

$$m_{\text{TGC}} = 885.4 \frac{\text{g}}{\text{mol}} * 1 \text{ mol}$$

$$m_{\text{TGC}} = 885.4 \text{ g}$$

Así mismo, el volumen requerido de relación molar metanol/AVU de 3:1 se obtuvo dividiéndolo por su densidad respectivamente:

METANOL

$$V_{\text{CH}_3\text{OH}} = \frac{m_{\text{CH}_3\text{OH}}}{\rho_{\text{CH}_3\text{OH}}}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{OH}} = \frac{96.12 \text{ g}}{0.7918 \frac{\text{g}}{\text{ml}}}$$

$$V_{CH_3OH} = 121.3943 \text{ ml}$$

TRIOLEÍNA

$$V_{TGC} = \frac{m_{TGC}}{\rho_{AVU}}$$

$$V_{TGC} = \frac{885.4 \text{ g}}{0.9205 \frac{\text{g}}{\text{ml}}}$$

$$V_{TGC} = 961.8685 \text{ ml}$$

En efecto, se comprende que 961.8685 ml de TGC reaccionan con 121.3943 ml de CH_3OH en una relación molar AVU/metanol de 1:3. Sin embargo se utilizó 200 ml de AVU y por lo cual se calculó el volumen de metanol:

$$V_{CH_3OH} = \frac{121.3943}{961.8685 \text{ ml}} * 200 \text{ ml}$$

$$V_{CH_3OH} = 25.2412 \text{ ml}$$

Se concluye entonces que para los 36 tratamientos ensayados se aplicó la relación molar 1:3 que equivale decir 200 ml de AVU y 25.2412 ml de metanol.

2.2. Rendimiento de metil éster para cada temperatura y tiempo ensayado

Para la determinación del rendimiento de FAME se tuvo en cuenta el peso de AVU y el peso de metil éster obtenido para cada temperatura y tiempo, posteriormente se calculó el rendimiento real FAME de cada tratamiento realizado.

1.1. Peso teórico de AVU para cada tratamiento realizado:

$$m_{AVU} = \rho_{AVU} * V_{AVU}$$

$$m_{AVU} = 0.9205 \frac{\text{g}}{\text{ml}} * 200 \text{ ml}$$

$$m_{AVU} = 184.1$$

1.2. Rendimiento FAME para cada tratamiento realizado según temperatura y tiempo:

$$\%FAME = \frac{\text{Peso real de FAME (experimental)}}{\text{Peso teórico de AVU (estequiometría de reacción)}} * 100$$

$$\%FAME = \frac{171.068}{184.1} * 100$$

$$\%FAME = 92.9212\%$$

Anexo 3

Instrumento de recolección de datos: Ficha de registro de datos experimentales para la reacción de transesterificación

I.- DATOS INFORMATIVOS DEL INSTRUMENTO

1.1 INSTRUMENTO	Ficha de registro de datos experimentales para la reacción de transesterificación
1.2 LOCALIZACIÓN	Laboratorio de Control de Calidad 4º piso B-76 FIQIA - UNPRG
1.3 OBJETIVOS	Medir el efecto de temperatura y tiempo para la transesterificación de AVU y metanol y estimar el rendimiento FAME
1.3 TÍTULO DE TESIS	Temperatura y tiempo de reacción de transesterificación sobre el rendimiento de metil éster a partir de residuos de aceites vegetales utilizando catalizador platino
1.4 DIMENSIÓN	Rendimiento de metil éster
1.5 INDICADOR	Porcentaje (%)
1.6 FÓRMULA	$\text{Rendimiento FAME \%} = \frac{\text{Peso real de FAME (experimental)}}{\text{Peso teórico de AVU (estequiometría de reacción)}} * 100$
1.7 AUTOR	Bach. Leydi Diana Susetty Rivera Rios
1.8 ASESOR	Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar
1.9 PERIODO	/ /2023 – / /2023

II.- DESCRIPCIÓN DEL INSTRUMENTO

[illegible]

Anexo 4

Fotografías del proceso unitario de transesterificación de AVU con metanol utilizando catalizador PtO



4.1 Muestra representativa (5l) viable para la reacción de transesterificación.



4.2 Medición del volumen (200 ml) del AVU para la transesterificación de TGC.



4.3 Medición del volumen (25,2412 ml) del metanol para la activación del metóxido de platino.



4.4 Registro de la temperatura constante con el termómetro de mercurio para cada corrida experimental.



4.5 Reacción de transesterificación catalítica heterogénea.



4.6 Monitoreo de las temperaturas y tiempo para las corridas experimentales.



4.7 Sistema de reacción de transesterificación catalítica heterogénea de las corridas experimentales.



4.8 Proceso de decantación y separación de FAME, glicerina y PtO en embudos de decantación.



4.9 Medición del volumen de FAME de las corridas experimentales.



4.10 Transvase del volumen de FAME en un frasco pyrex para las corridas experimentales.



4.11 Proceso de filtración utilizando papel whatman y filtro rotatorio al vacío.



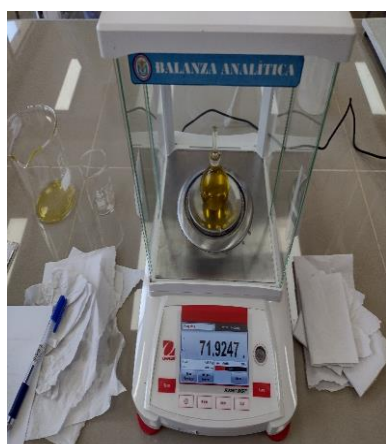
4.12 Retención de partículas finas en el papel whatman de los tratamientos FAME filtrados.



4.13 Transvaso de FAME filtrado al frasco pyrex.



4.14 Frascos de FAME filtrado con mayor rendimiento.



4.15 Control de calidad de FAME: Medición de la densidad si cumple o no con las especificaciones técnicas de los tratamientos experimentales.



4.16 Control de calidad de FAME: Medición de la viscosidad cinemática si cumple o no con las especificaciones técnicas de los tratamientos experimentales.



4.17 Control de calidad de FAME: Medición de PH de los tratamientos experimentales.

Anexo 5

Rendimiento FAME para cada tratamiento realizado según temperatura y tiempo

TRATAMIENTO	X _T	X _t	RENDIMIENTO (%FAME)			
	(°C)	min	Peso real FAME (EXPERIMENTAL)	Peso teórico AVU (ESTEQUIOMETRIA DE REACCIÓN)	FAME% <i>Peso real de FAME (experimental)</i> <i>Peso teórico de AVU (estequiometria de reacción)</i> * 100	RESULTADO (% FAME)
T ₃₀ *t _B	30	30	171.068	184.1	$\frac{171.068}{184.1} * 100$	92.9212 %
T ₃₅ *t _B	35	30	167.624		$\frac{167.624}{184.1} * 100$	91.0505 %
T ₄₀ *t _B	40	30	134.034		$\frac{134.034}{184.1} * 100$	72.8050 %
T ₄₅ *t _B	45	30	139.851		$\frac{139.851}{184.1} * 100$	75.9647 %
T ₅₀ *t _B	50	30	130.616		$\frac{130.616}{184.1} * 100$	70.9484 %
T ₅₅ *t _B	55	30	127.453		$\frac{127.453}{184.1} * 100$	69.2303 %
T ₆₀ *t _B	60	30	137.099		$\frac{137.099}{184.1} * 100$	74.4699 %
T ₆₅ *t _B	65	30	131.346		$\frac{131.346}{184.1} * 100$	71.3449 %
T ₇₀ *t _B	70	30	125.535		$\frac{125.535}{184.1} * 100$	68.1885 %
T ₇₅ *t _B	75	30	123.640		$\frac{123.640}{184.1} * 100$	67.1592 %
T ₈₀ *t _B	80	30	128.978		$\frac{128.978}{184.1} * 100$	70.0587 %
T ₈₅ *t _B	85	30	144.139		$\frac{144.139}{184.1} * 100$	78.2939 %
T ₃₀ *t _M	30	45	167.630		$\frac{167.630}{184.1} * 100$	91.0538 %
T ₃₅ *t _M	35	45	169.574		$\frac{169.574}{184.1} * 100$	92.1097 %
T ₄₀ *t _M	40	45	167.620		$\frac{167.620}{184.1} * 100$	91.0483 %
T ₄₅ *t _M	45	45	136.876		$\frac{136.876}{184.1} * 100$	74.3487 %

$T_{50} * t_M$	50	45	130.980	184.1	$\frac{130.980}{184.1} * 100$	71.1461 %
$T_{55} * t_M$	55	45	132.973		$\frac{132.973}{184.1} * 100$	72.2287 %
$T_{60} * t_M$	60	45	137.703		$\frac{137.703}{184.1} * 100$	74.7979 %
$T_{65} * t_M$	65	45	136.117		$\frac{136.117}{184.1} * 100$	73.9364 %
$T_{70} * t_M$	70	45	129.753		$\frac{129.753}{184.1} * 100$	70.4796 %
$T_{75} * t_M$	75	45	122.167		$\frac{122.167}{184.1} * 100$	66.3590 %
$T_{80} * t_M$	80	45	129.532		$\frac{129.532}{184.1} * 100$	70.3596 %
$T_{85} * t_M$	85	45	147.826		$\frac{147.826}{184.1} * 100$	80.2966 %
$T_{30} * t_A$	30	60	163.339	184.1	$\frac{163.339}{184.1} * 100$	88.7230 %
$T_{35} * t_A$	35	60	171.433		$\frac{171.433}{184.1} * 100$	93.1195 %
$T_{40} * t_A$	40	60	134.299		$\frac{134.299}{184.1} * 100$	72.9489 %
$T_{45} * t_A$	45	60	135.599		$\frac{135.599}{184.1} * 100$	73.6561 %
$T_{50} * t_A$	50	60	151.611		$\frac{151.611}{184.1} * 100$	82.3525 %
$T_{55} * t_A$	55	60	141.119		$\frac{141.119}{184.1} * 100$	76.6534 %
$T_{60} * t_A$	60	60	153.563		$\frac{153.563}{184.1} * 100$	83.4128 %
$T_{65} * t_A$	65	60	132.554		$\frac{132.554}{184.1} * 100$	72.0011 %
$T_{70} * t_A$	70	60	146.207		$\frac{146.207}{184.1} * 100$	79.4172 %
$T_{75} * t_A$	75	60	132.606		$\frac{132.606}{184.1} * 100$	72.0293 %
$T_{80} * t_A$	80	60	128.977		$\frac{128.977}{184.1} * 100$	70.0581 %
$T_{85} * t_A$	85	60	152.719		$\frac{152.719}{184.1} * 100$	82.9544 %

Nota. Elaborado por el autor

Anexo 6

Procedimiento experimental para la caracterización de propiedades físico químicas de residuos de aceite vegetal y FAME:

Procedimiento experimental (Densidad)

Para la determinación de masa por volumen de aceite se utilizó: un picnómetro Gay-Lussac de 50 ml con capilar y tapón esmerilado y una balanza analítica de precisión de 0.1 mg.

Se pesó el picnómetro vacío con el tapón en una balanza. Luego se pesó el picnómetro con el fluido de referencia (agua destilada) y el tapón y se registró a temperatura (29°C) de referencia para la medición. Posteriormente se pesó el picnómetro con la muestra y el tapón con cuidado de las burbujas de aire y la señal de enrase y finalmente se registró y se calculó las densidades de los tratamientos.

Procedimiento experimental (Viscosidad)

Para la determinación de la viscosidad se midió con viscosímetro de vibración de onda sinusoidal calibrado.

Se vertió la muestra en la copa hasta cubrir la superficie de la misma en los niveles indicados. Se elevó la palanca para liberar las placas sensoras y se giró la perilla de la mesa hasta ajustar la muestra. Luego se bajó lentamente las placas y se percató que la placa localizadora entre en contacto con la superficie de la muestra y realice la lectura sobre la superficie de la muestra. Se presionó la tecla [START] y después de 15 segundos, indicó el valor de medición y se registró la medición.

Procedimiento experimental (Punto de Fusión)

Para la determinación del punto de fusión se utilizó un tubo de vidrio capilar de 1 mm (d_i), 2 mm (d_e) y longitud de 50 a 80 mm, termómetro graduado en divisiones 0,1 °C, vaso de precipitación 600 ml y placa calefactora de agitación magnética y temperatura regulable.

Se sumergió 2 tubos capilares en la muestra completamente líquida de modo que la porción de prueba se eleve unos 10 mm de altura en los tubos. Se colocó los tubos capilares en un vaso de precipitado y se mantuvo en un refrigerador hasta que el aceite se solidifique. Se retiró los tubos capilares del refrigerador y se sujetó con una banda elástica el termómetro de modo que los extremos inferiores de los tubos queden nivelados con la parte inferior del bulbo del termómetro de mercurio. Se suspendió el termómetro con los capilares en un vaso de

precipitado de 600 ml con H₂O destilada. La parte inferior del termómetro se sumergió en el agua hasta la marca de inmersión. Se reguló la temperatura inicial del baño a 8–10 °C por debajo del punto de deslizamiento de la porción de prueba. Se agitó el baño de agua con agitador magnético y se aplicó calor para aumentar la temperatura del baño a razón de 1°C/min, disminuyendo la velocidad. Se continuó calentando hasta que la columna del aceite suba en cada tubo. Se observó la temperatura a la que sube cada columna y se calculó la temperatura media de los tubos. Finalmente se registró el dato experimental como el punto de deslizamiento.

Procedimiento experimental (Índice de yodo)

Para la determinación del índice de yodo (IY) o medida de la instauración se expresa en términos del número de centigramos de yodo absorbidos por gramo de muestra (% de yodo absorbido).

Se pesó la muestra en una balanza de precisión 0.1 mg, luego se vertió en un erlenmeyer de 500 ml utilizando los pesos y la precisión de pesaje indicados en la Tabla 1 del citado método. Se agregó 15 ml de CCl₄ y se agitó hasta su disolución total. Se agregó 25 ml de solución Wijs y se homogenizó hasta asegurar una mezcla uniforme. Luego se programó el temporizador a 30 min y se guardó el matraz en lugar oscuro durante el tiempo de reacción indicado a temperatura de 25 °C. Se retiró el matraz del lugar de almacenamiento y se agregó 20 ml de solución de KI seguido de 100 ml de H₂O destilada. Seguidamente se tituló gradualmente con 0.1 N Na₂S₂O₃ hasta observar que el color amarillo haya desaparecido. Luego se agregó 1-2 ml de solución indicadora de almidón y se continuó titulando hasta la desaparición de color azul. Se preparó la muestra en blanco para su comparación y determinación (IY) con la muestra análisis.

Procedimiento experimental (Índice de acidez)

Para la determinación del índice de acidez (IA) mide el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en 1 g de grasa.

La muestra de prueba se pesó según la Tabla 1 del citado método en función del color y el índice de acidez esperado. Posteriormente se transvasó en un matraz cónico de 250 ml y se añadió 50 ml de etanol neutralizado y se disolvió con la porción de muestra en una placa calefactora con agitación magnética y temperatura regulable.

Luego se añadió gotas de indicador (fenolftaleína). Se tituló utilizando una solución de KOH 0.1 mol/l. Finalmente, se observó el punto final de viraje (color rosa) cuando se adicionó gotas de álcali produciendo un cambio de color leve pero definitivo que persiste durante 15 s.

Procedimiento experimental (Índice de peróxido)

Para la determinación del índice de peróxido (IP) del AVU mide la cantidad de peróxido miliequivalentes (meq) de oxígeno activo por kilogramo de aceite en la muestra, expresada en términos de oxígeno activo, que oxidan el KI en condiciones de análisis.

Se pesó la muestra en un erlenmeyer de 250 ml. Se añadió solución de 3:2 ácido acético/cloroformo (30 ml y 20 ml respectivamente) y se homogenizo hasta disolver la muestra. Se añadió 0.5 ml de solución saturada de KI con pipeta volumétrica. Posteriormente se dejó en reposo la solución y se agito ocasionalmente durante 1 min y luego se adiciono 30 ml de H₂O destilada (la prueba se realizó protegida de una fuente de luz directa). Seguidamente se tituló con 0.1 N solución estándar de Na₂S₂O₃ agregándolo gradualmente y con agitación constante hasta que el color amarillo del yodo haya desaparecido. Luego se agregó aproximadamente 2 ml de solución indicadora de almidón y se continuo con agitación constante hasta llegar al punto final y liberar todo el yodo de la capa de disolvente. Finalmente se agregó la solución estándar de Na₂S₂O₃ gota a gota hasta que el color azul desaparezca. Se preparó la muestra en blanco para su comparación y determinación (IP) con la muestra análisis.

Procedimiento experimental (Índice de saponificación)

Para la determinación del índice de saponificación (IS) del AVU mide la cuantificación de ácidos libres y esterificados presentes en aceites y/o grasas.

Se vertió en un matraz cónico de 250 ml la porción de muestra y se pesó según la Tabla 1 del citado método. Se agregó 25 ml de solución de KOH etanólico. En seguida se realizó el montaje del sistema: acoplamiento del matraz a un condensador de reflujo y se calentó hasta hervir suavemente, se agitó durante 60 min. Se agregó a la solución caliente 0.5-1 ml de solución indicadora de fenolftaleína. Posteriormente se tituló con solución volumétrica estándar de HCL 0.5 mol/l hasta que cambie el color del indicador de rosa intenso a incoloro, se registró el punto de equivalencia de mililitros gastados. Finalmente, se realizó una prueba en blanco para su comparación y determinación (IS) con la muestra análisis.

Procedimiento experimental (Material insaponificable)

Para la determinación del material insaponificable del AVU mide la cuantificación del contenido de materia insaponificable en aceites y grasas y se expresa en porcentaje de muestra.

Se pesó la muestra en un matraz de fondo redondo de 250 ml con una precisión de 0,01 g. Se añadió 50 ml de solución de KOH etanólico. En seguida se realizó el montaje del matraz

a un condensador de reflujo y placa calefactora, se calentó hasta hervir suavemente el contenido durante 60 min.

Posteriormente se dejó enfriar la muestra y se traspasó a un embudo de decantación de 500 ml y se enjuagó el matraz varias veces utilizando 100 ml de éter dietílico. Luego se dejó reposar hasta que haya una separación completa de las dos fases. En seguida se descargó la capa inferior lo más completamente posible y se transvaso en un beaker. Luego se extrajo la solución etérea (parte superior del embudo) y se transvaso en el segundo embudo de decantación. Se lavó la solución etérea del primer embudo de decantación dos veces más con porciones de 40 ml de H₂O destilada y se transvaso al segundo embudo de decantación se agito vigorosamente el embudo alrededor de su eje y se completó la primera extracción.

A continuación, la capa inferior que se transvaso en el beaker se transfirió en el primer embudo de decantación y se procedió a la segunda extracción realizando el mismo procedimiento que la primera extracción recogiendo los extractos etéreos en un embudo de decantación que contenga 40 ml de agua destilada. El número de extracciones está en función del contenido de material insaponificable. Se lavó la solución etérea sucesivamente con 40 ml de solución de KOH hasta que los lavados ya no den un color rosa al añadir solución de fenolftaleína.

Se transfirió la solución etérea a un matraz de 250 ml y se secó el residuo en la estufa a 103 °C durante 15 min. Se dejó enfriar en un desecador y se pesó. Se repitió el secado por períodos sucesivos de 15 min hasta que la pérdida de masa entre dos pesajes sucesivos sea inferior a 1,5 mg. Después de pesar el residuo, se disolvió en 4 ml de el éter dietílico y luego se añadió 20 ml de etanol previamente neutralizado hasta un color rosa pálido en presencia de fenolftaleína. Se tituló con solución etanólica volumétrica estándar de KOH 0,1 mol/l, hasta el mismo color final. Se realizó una prueba en blanco, utilizando el mismo procedimiento y las mismas cantidades de todos los reactivos, pero descartando la porción de prueba.

Anexo 7

Constancia de análisis de Residuos de Aceite Vegetal

LABORATORIO FÍSICO QUÍMICO AMBIENTAL PERÚ S.A.C.

ENSAYOS QUÍMICOS Y SERVICIOS GENERALES

RUC: 20605355189



INFORME DE ANÁLISIS F.Q.A. PERÚ S.A.C.

SOLICITANTE	: LEYDI DIANA RIVERA RÍOS
MUESTRA	: RESIDUOS DE ACEITE VEGETAL
PROCEDENCIA	: LAMBAYEQUE
FECHA DE INGRESO	: 17 DE MARZO DEL 2023
MUESTRA RECIBIDA EN LABORATORIO	

ANÁLISIS QUÍMICO:

DETERMINACIÓN	UNIDADES	RESULTADO	LÍMITE DE DETECCIÓN	LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN
ÍNDICE DE YODO	pg/100g	118.94	0.065	0.215
PORCENTAJE DE TRIGLICÉRIDOS	%	96.31	0.036	0.188
MATERIA INSAPONIFICABLE	%	0.261	0.0016	0.051
ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN	mg KOH	208.62	0.0155	0.230
PUNTO DE FUSIÓN	°C	15.8	0.025	0.135
ÍNDICE DE ACIDEZ	mg KOH/g	1.95	0.0011	0.036
ÍNDICE DE PERÓXIDO	meq O ₂ /Kg	7.08	0.052	0.165
VISCOSIDAD A 40°C	mm ² /s	136.31	0.046	0.154
DENSIDAD RELATIVA	%	0.9205	0.0007	0.0038
ACIDOS GRASOS LIBRES	%	0.48	0.009	0.029

*NTP 209.004:1968 (revisada el 2016) ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método de determinación del contenido de humedad y materias volátiles. 1ª Edición

*Método para determinación de índice de Yodo: Determinación de índice de yodo en aceites y grasas comestibles (Método de Hanus)

*Método para determinación de porcentaje de Triglicéridos: Método de Cromatografía Líquida

*Método para determinación de Viscosidad y Densidad: NTP-CODEX STAN 19.2019 NORMA PARA GRASAS Y ACEITES COMESTIBLES NO REGULADOS POR NORMAS INDIVIDUALES. 1ª Edición

*Método de determinación de ácidos grasos libres: Método de Cromatografía Líquida

*NTP 209.005:1968 (revisada el 2016) ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método para la determinación de la acidez libre. 1ª Edición

*NTP 209.058:1980 (revisada el 2016) ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método de determinación del índice de saponificación. 1ª Edición

*NTP 209.057:1980 (revisada el 2016) ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método de determinación de la materia insaponificable. 1ª Edición

*NTP 209.006:1968 (revisada el 2016) ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método de determinación del índice de peróxido. 1ª Edición

*NTP 209.096:1975 (revisada el 2016) GRASAS COMESTIBLES. Determinación del punto de fusión. Método de Willy. 1ª Edición

TRUJILLO, 27 DE MARZO DEL 2023



AGUAS - SUELOS - ALIMENTOS - MINERALES - ACEITES - CARBÓN - CAL

CELULAR: 944 077 288 - 949 959 632 CORREO ELECTRÓNICO: fqaperusac@gmail.com

Anexo 8*Constancia de Ficha técnica del PtO***武汉金祥麟工贸有限公司****WUHAN GOLDEN KYLIN INDUSTRY & TRADE CO., LTD**ROOM 1101, BUILDING2-2, DAJIANG YUAN (NORTH GARDEN), JIANGDA ROAD, JIANGAN DISTRICT,
WUHAN, 430010, CHINA**Certificate Of Analysis**

Product Name	Platinum Oxide		
Batch No.	20221105	Batch Size	368g
MFG Date	Nov 05 ,2022	Analysis Date	Nov 05,2022
Expiry Date	Nov 04 ,2023	CAS No.	1314-15-4

Testing Items	Specifications	Results
Appearance	Black powder	Conforms
Properties	Stable in the air,insoluble in water, concentrated acid	Conforms
Pt content, %	≥85.00	85.40
Purity,%	≥99.90	99.95
Average particle size, um	≤5.00	5.00
Specific surface area, m2/g	≥80	85
Pd	<0.0050	0.0018
Au	<0.0050	0.0020
Rh	<0.0050	0.0013
Ir	<0.0050	0.0017
Ag	<0.0050	0.0011
Mg	<0.0050	0.0014
Ni	<0.0050	0.0015
Fe	<0.0050	0.0017
Cr	<0.0050	0.0012
Cu	<0.0050	0.0010
Pb	<0.0005	N.D
Storage	Store at room temperature in cool and dry place, airtight preservation	
Conclusion	Conforms to the standard	

Analyzed by : Kally Tang Checked by: Lucy Wang Approvide by: Jose Zheng

