



# **OBTENCIÓN DE BIODIESEL A PARTIR DE ACEITE DE PALMA MEDIANTE CATÁLISIS HETEROGÉNEA**

Autor: Karla Moyano

Director: Ph.D. Hebert Molero



# CONTENIDO



# OBJETIVOS

- **OBJETIVO GENERAL**

Obtener biodiesel a partir de aceite de palma mediante un proceso catalítico heterogéneo.

# OBJETIVOS

- **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Determinar la densidad relativa, acidez libre y pérdida por calentamiento del aceite de palma, según la norma NTE INEN 1640.
- Utilizar óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ), fluoruro de potasio soportado sobre alúmina ( $\text{KF} / \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), Yoduro de potasio soportado sobre alúmina ( $\text{KI} / \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) y nitrato de potasio soportado sobre alúmina ( $\text{KNO}_3 / \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), como catalizadores para producir biodiesel a partir de aceite de palma.

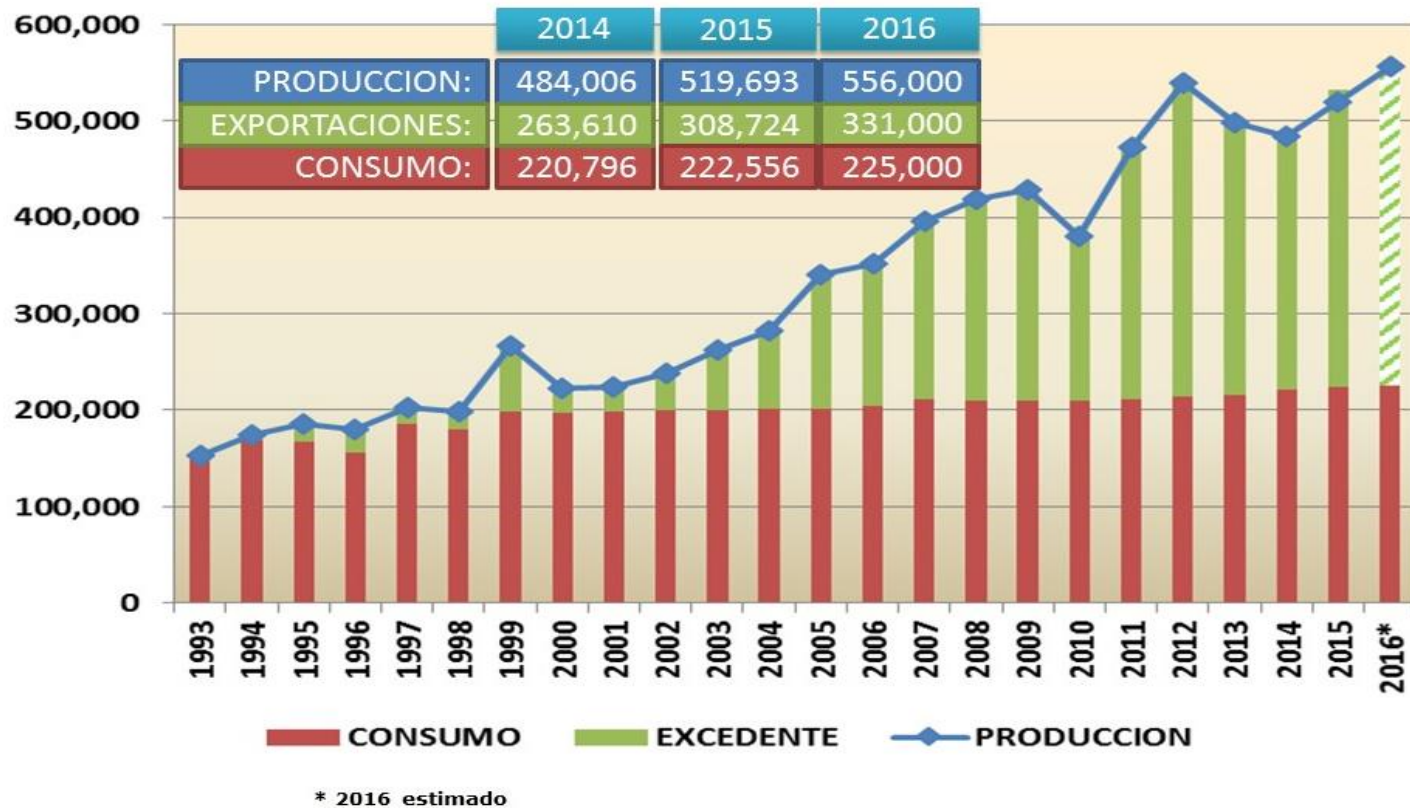


# OBJETIVOS

- Determinar el tiempo y el tipo de catalizador óptimos para la reacción que se llevará a cabo a 65°C, presión atmosférica, 3% en peso de catalizador y una relación molar metanol: aceite de 6:1.
- Determinar la densidad, viscosidad cinemática y punto de inflamación del biodiesel obtenido a las condiciones óptimas de reacción, según la norma NTE INEN 2482 y comparar las características con las del biodiesel obtenido mediante catálisis homogénea.



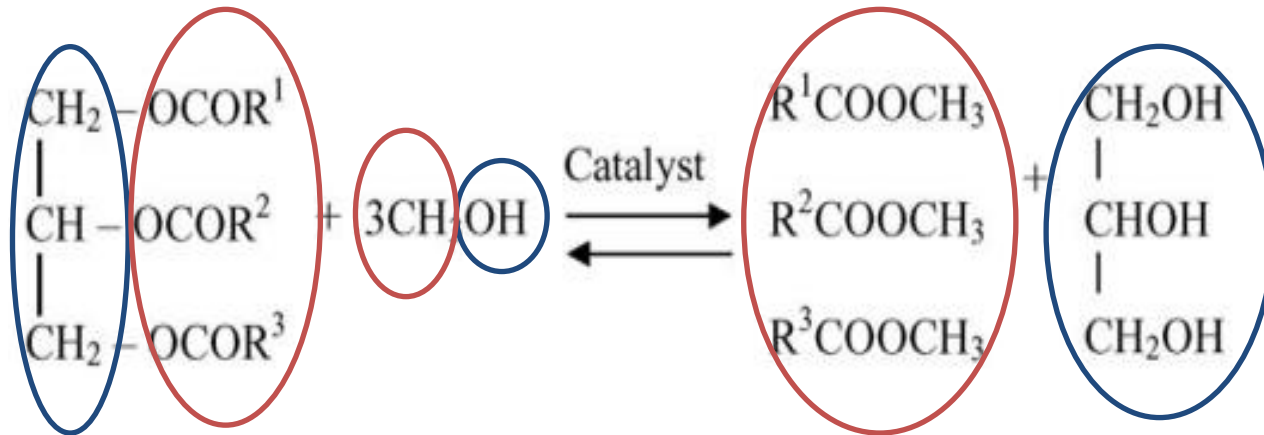
# INTRODUCCIÓN



**Figura 1** Ecuador: producción, consumo y excedentes de aceite de palma 1993-2015 (en TM)

**Fuente:** (FEDEPAL, 2016)

# INTRODUCCIÓN



**Figura 2** Reacción de transesterificación de triglicéridos



# METODOLOGÍA

- CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE NTE INEN 1640**

**Tabla 1** Contenido de ácidos grasos del aceite “Danolín”

Ácido Graso	Número de carbonos: Número de insaturaciones	Peso molecular	% Ácido Graso
Laúrico	C12:0	200,3178	0,2
Mirístico	C14:0	228,3709	1,1
Palmítico	C16:0	256,4241	41
Esteárico	C18:0	284,4772	4,3
Oleico	C18:1	282,4614	43
Linoleico	C18:2	280,445	10
Linolénico	C18:3	278,43	0,4





# METODOLOGÍA

## ➤ *Densidad relativa 25/25°C (INEN 35)*



$$d_{25} = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m}$$

AGUA  
ACEITE

BAÑO  
25°C

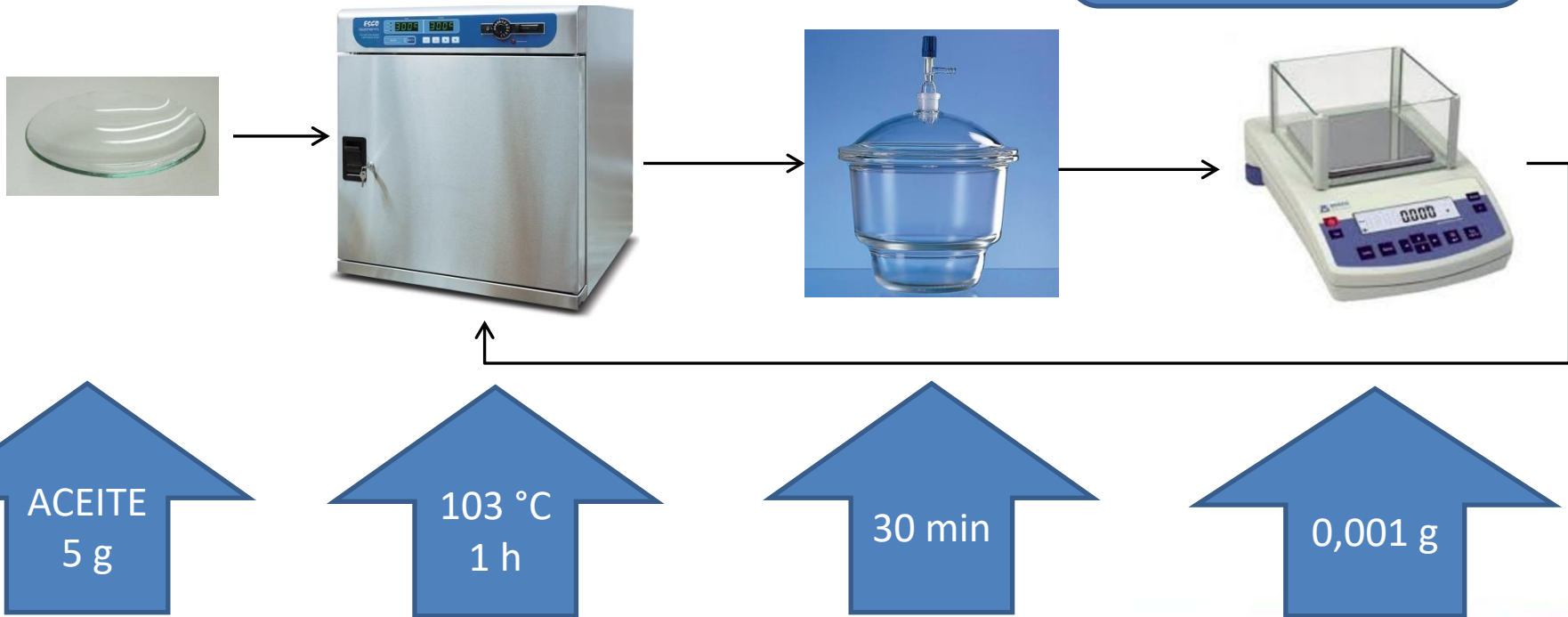
EXCTITUD  
0,0001 g



# METODOLOGÍA

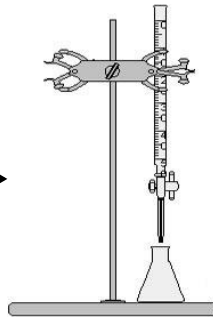
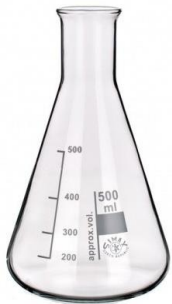
## ➤ *Humedad (INEN 39)*

$$P = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100$$



# METODOLOGÍA

## ➤ *Índice de acidez (INEN 38)*



$$A = \frac{M \times V \times N}{10 \times m}$$

50 g a  
60 g  
aceite.  
100 mL  
alcohol-  
éter

NaOH  
0,1N

SOLUCIÓN



**ESPE**  
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS  
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

# METODOLOGÍA

- **CARACTERIZACIÓN DEL METANOL**

- ***Densidad***



$$\rho = m/V$$

METANOL

25°C

0,0001  
g



# METODOLOGÍA

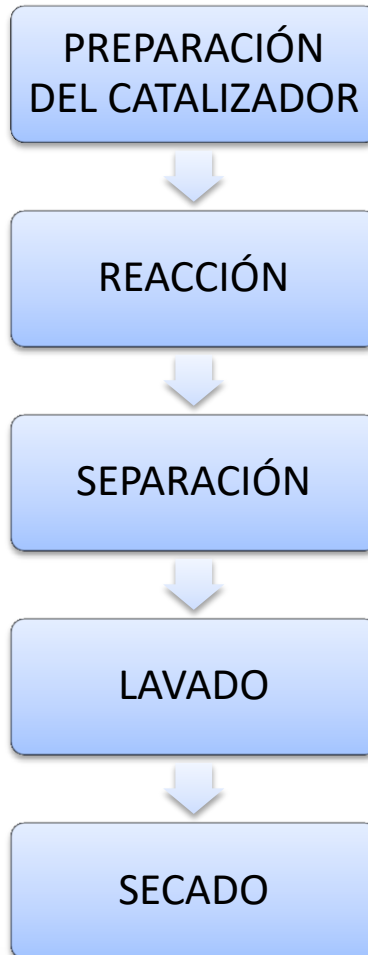
- **DISEÑO EXPERIMENTAL**

N° de experimento	Tipo de catalizador	Tiempo de reacción (h)
1	Óxido de calcio	2
2	Fluoruro de potasio/alúmina	2
3	Nitrato de potasio/alúmina	2
4	Yoduro de potasio/alúmina	2
5	Óxido de calcio	4
6	Fluoruro de potasio/alúmina	4
7	Nitrato de potasio/alúmina	4
8	Yoduro de potasio/alúmina	4
9	Óxido de calcio	6
10	Fluoruro de potasio/alúmina	6
11	Nitrato de potasio/alúmina	6
12	Yoduro de potasio/alúmina	6
13	Óxido de calcio	8
14	Fluoruro de potasio/alúmina	8
15	Nitrato de potasio/alúmina	8
16	Yoduro de potasio/alúmina	8



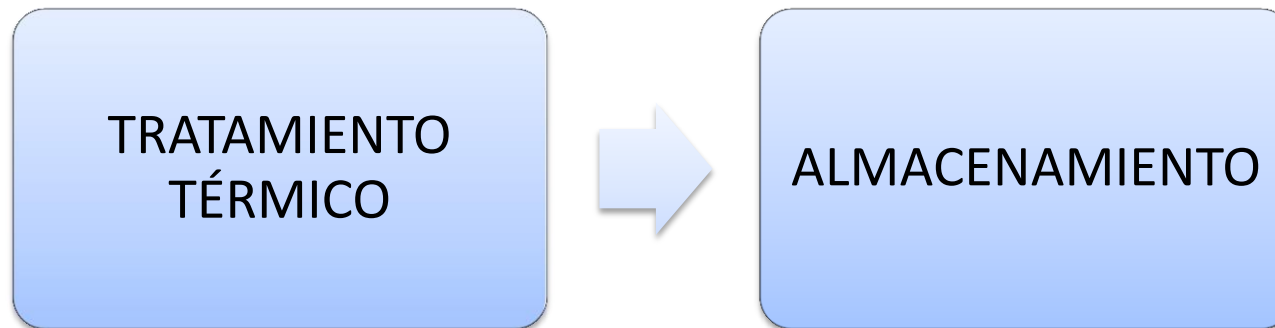
# METODOLOGÍA

- **PROCESO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL**



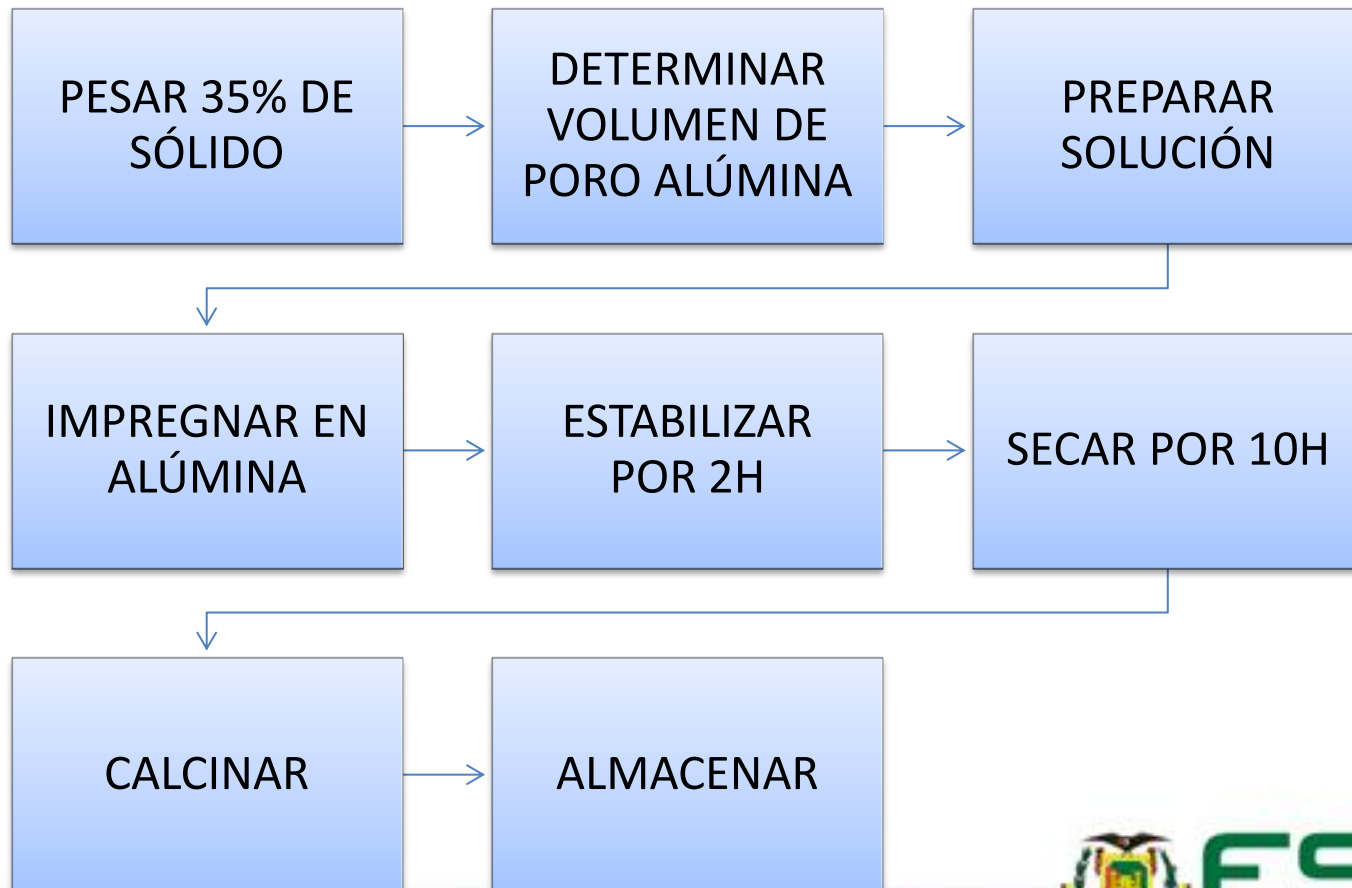
# METODOLOGÍA

- **PREPARACIÓN DE CATALIZADORES SÓLIDOS**
  - *Óxido de calcio (CaO)*



# METODOLOGÍA

➤ *KNO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, KI/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, KF/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*





# METODOLOGÍA

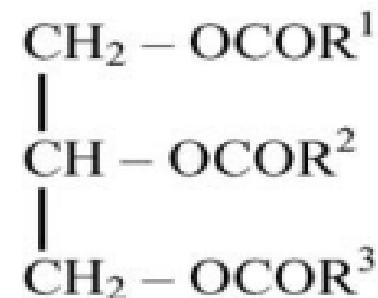
## • REACCIÓN

### ➤ CANTIDAD DE METANOL

**aceite + 3metanol → 3biodiesel + glicerina**

$$M_m = 2 \times \frac{M_{ac} \times E_m \times PM_m}{PM_{ac} \times E_{ac}}$$

$$PM_{ac} = 3(PM_{ag} - 1) + 41$$

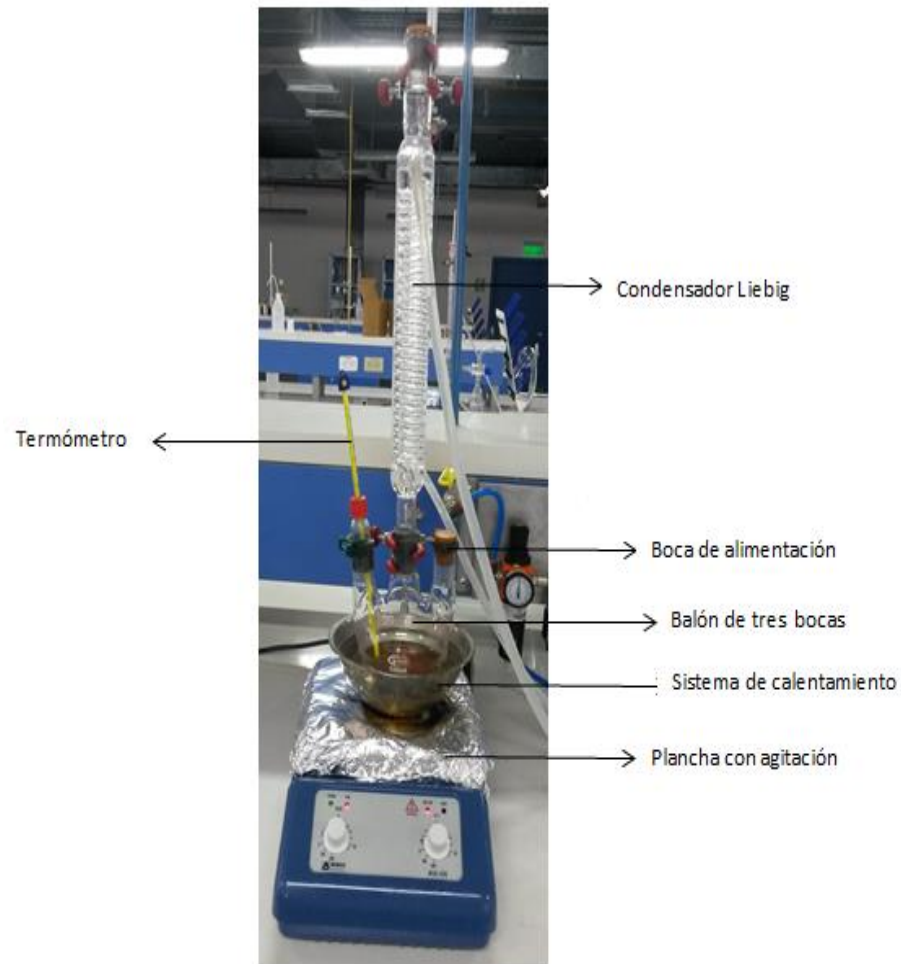


### ➤ CANTIDAD DE CATALIZADOR

3% en peso

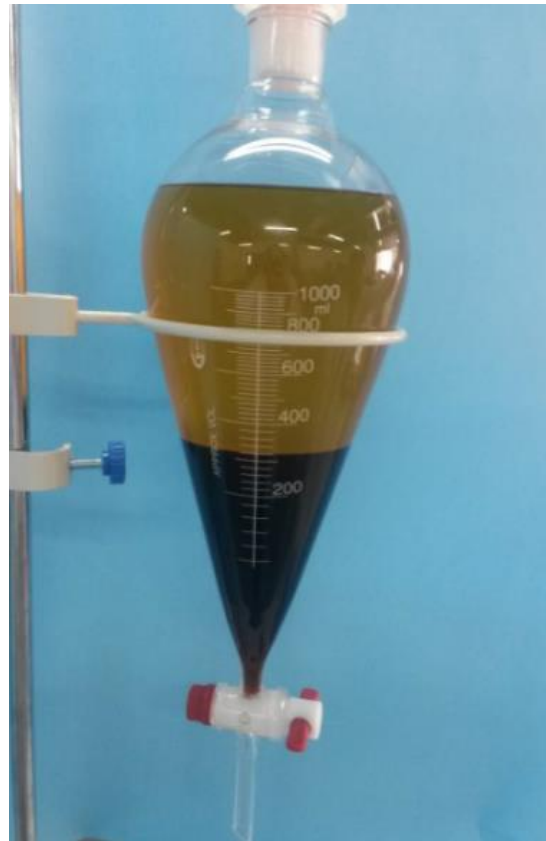


# METODOLOGÍA



# METODOLOGÍA

- SEPARACIÓN



# METODOLOGÍA

- LAVADO



# METODOLOGÍA

- SECADO



# METODOLOGÍA

- **CARACTERIZACIÓN DEL BIODIESEL**

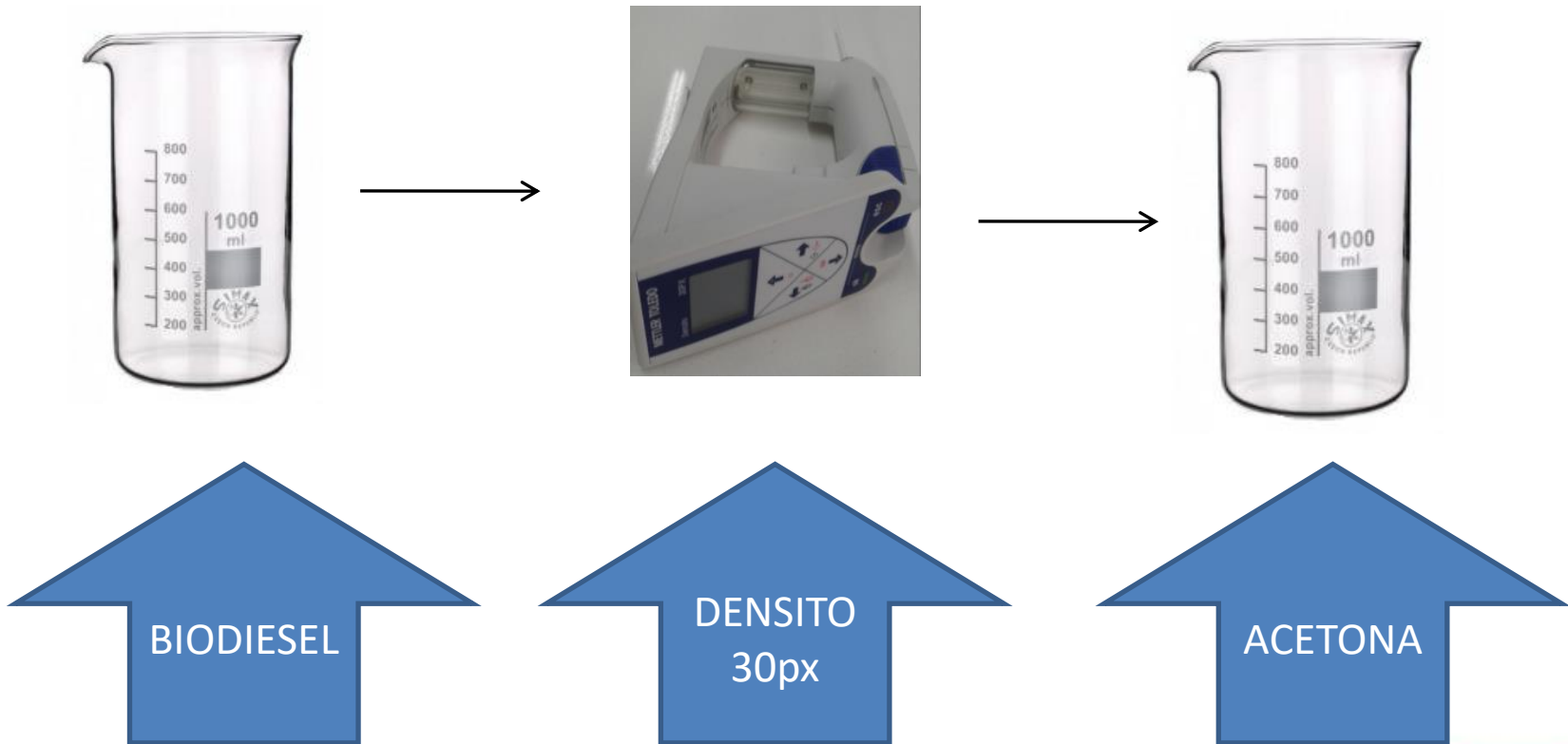
- **GS-MS**





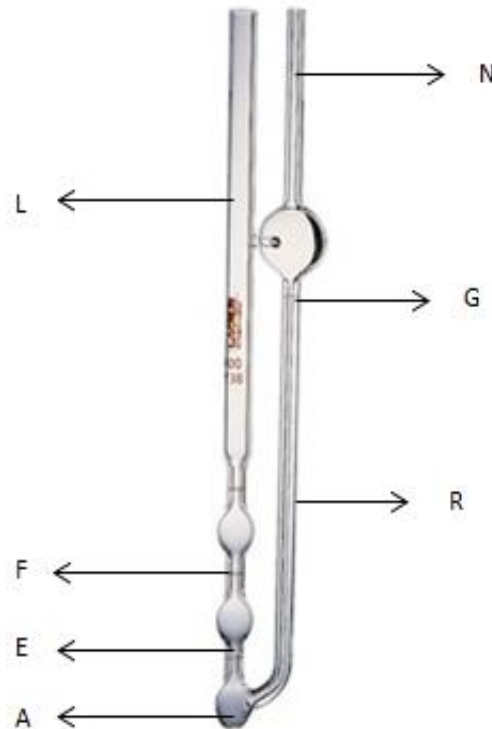
# METODOLOGÍA

➤ *DENSIDAD A 15°C (ASTM D 1298)*



# METODOLOGÍA

## ➤ VISCOSIDAD 40°C (ASTM D 445)



$$v = t * C$$

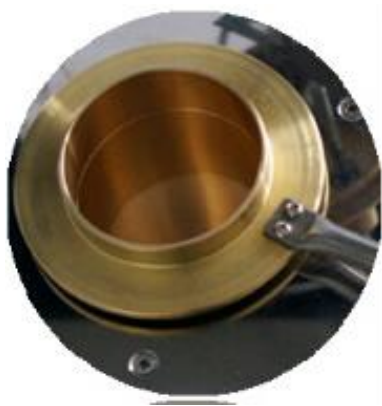
BIODIESEL





# METODOLOGÍA

## ➤ PUNTO DE INFLAMACIÓN (ASTM D 93)



$$A = C + 0,23(101,3 - B)$$

BIODIESEL

FLASH  
POINT  
TESTER



**ESPE**  
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS  
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

# RESULTADOS

- CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE

CARACTERIZACIÓN ACEITE DE PALMA					
Densidad relativa		Humdad (%)		Acidez (%)	
Límites	Medido	Límites	Medido	Límites	Medido
0,891-0,914	0,913	máx. 0,050	0,050	0,200	0,068



# RESULTADOS

- RENDIMIENTO

Catalizador	CaO			
	2	4	6	8
Tiempo de reacción (h)				
Área metilésteres	3464096777	3697781173	1448638006	950252627
Área otros	27224297,6	26623683,8	207545613	278473192
Área total	3491321074	3724404857	1656183619	1228725819
% Metil ésteres	99,22	99,29	87,47	77,34
% Otros	0,78	0,71	12,53	22,66
Masa aceite (g)	99,3	99,158	99,09	99,552
Peso molecular aceite (g/mol)	850,6871	850,6871	850,6871	850,6871
Peso molecular biodiesel (g/mol)	284,8957	284,8957	284,8957	284,8957
Masa que debe obtenerse (g)	99,7669	99,6242	99,5559	100,0201
Masa obtenida (g)	47,449	62,374	17,309	12,674
Masa metilésteres (g)	47,079	61,928	15,140	9,802
Rendimiento (%)	47,19	62,16	15,21	9,80



# RESULTADOS

Catalizador	KNO <sub>3</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Tiempo de reacción (h)	2	4	6	8
Área metilésteres	551293626	1274606357	783869062	735230592
Área otros	192398809	386362096	226335150	319012740
Área total	743692435	1660968452	1010204211	1054243332
% Metil ésteres	74,13	76,74	77,60	69,74
% Otros	25,87	23,26	22,40	30,26
Masa aceite (g)	99,087	99,022	99,154	99,592
Peso molecular aceite (g/mol)	850,6871	850,6871	850,6871	850,6871
Peso molecular biodiesel (g/mol)	284,8957	284,8957	284,8957	284,8957
Masa que debe obtenerse (g)	99,5529	99,4876	99,6202	100,0603
Masa obtenida (g)	65,336	59,313	77,572	78,65
Masa metilésteres (g)	48,433	45,516	60,192	54,851
Rendimiento (%)	48,65	45,75	60,42	54,82



# RESULTADOS

Catalizador	KI/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Tiempo de reacción (h)	2	4	6	8
Área metilésteres	890139724	672518200	1313113622	1628667549
Área otros	564217890	215756251	477495300	665319622
Área total	1454357614	888274450	1790608922	2293987171
% Metil ésteres	61,21	75,71	73,33	71,00
% Otros	38,79	24,29	26,67	29,00
Masa aceite (g)	99,794	99,716	99,423	99,713
Peso molecular aceite (g/mol)	850,6871	850,6871	850,6871	850,6871
Peso molecular biodiesel (g/mol)	284,8957	284,8957	284,8957	284,8957
Masa que debe obtenerse (g)	100,2632	100,1849	99,8905	100,1819
Masa obtenida (g)	63,67	62,545	50,776	32,308
Masa metilésteres (g)	38,969	47,353	37,236	22,938
Rendimiento (%)	38,87	47,27	37,28	22,90



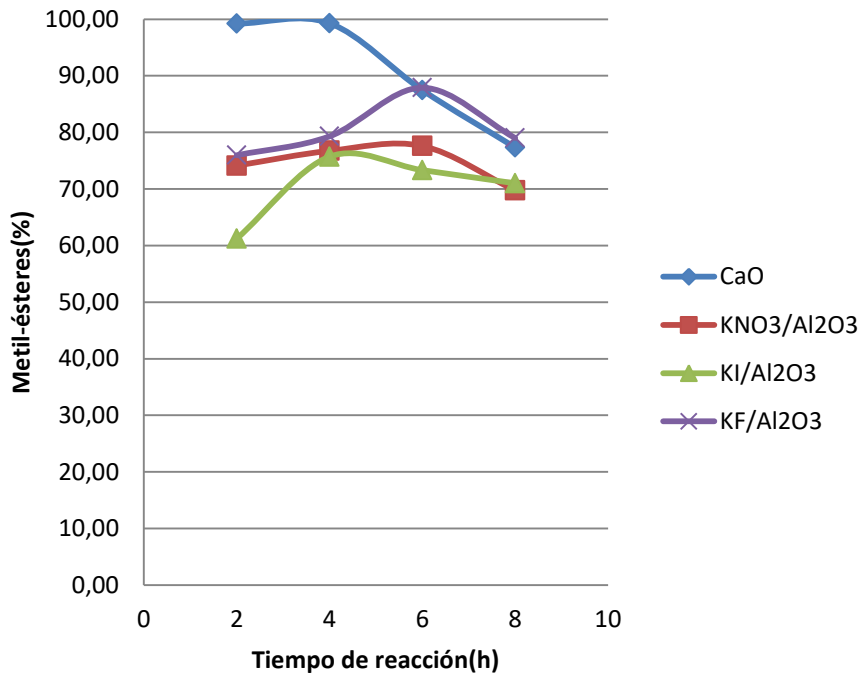
# RESULTADOS

Catalizador	KF/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Tiempo de reacción (h)	2	4	6	8
Área metilésteres	3178816355	1339450228	1805523993	2143627506
Área otros	1006338087	349661117	248641584	569613079
Área total	4185154441	1689111345	2054165577	2713240585
% Metil ésteres	75,95	79,30	87,90	79,01
% Otros	24,05	20,70	12,10	20,99
Masa aceite (g)	99,724	99,412	99,152	99,8
Peso molecular aceite (g/mol)	850,6871	850,6871	850,6871	850,6871
Peso molecular biodiesel (g/mol)	284,8957	284,8957	284,8957	284,8957
Masa que debe obtenerse (g)	100,1929	99,8794	99,6182	100,2693
Masa obtenida (g)	38,077	24,413	25,049	28,703
Masa metilésteres (g)	28,921	19,359	22,017	22,677
Rendimiento (%)	28,87	19,38	22,10	22,62

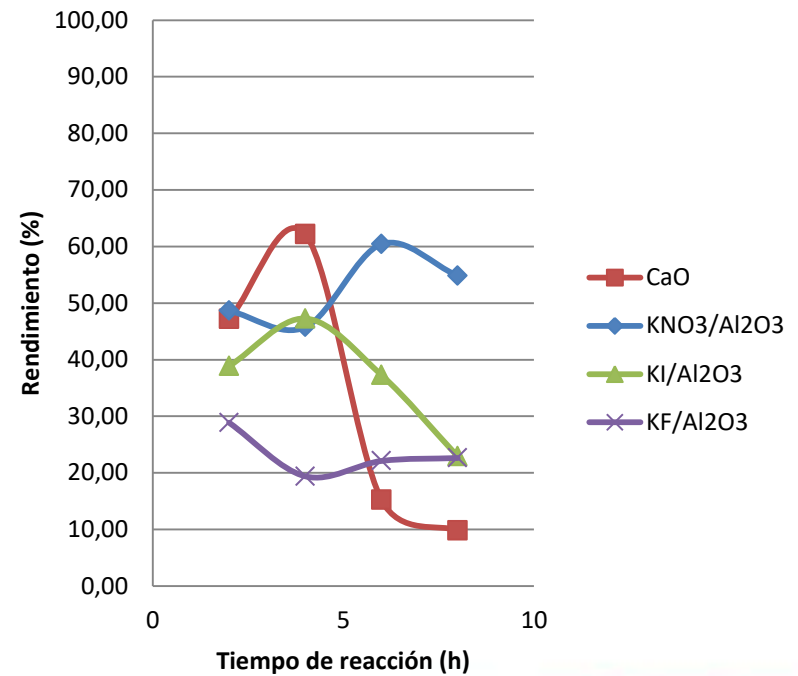


# RESULTADOS

## Metil-ésteres en el producto final



## Rendimiento



# RESULTADOS

- ANOVA

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
EFFECTOS PRINCIPALES					
A:Catalizador	1749,42	3	583,141	2,99	0,0884
B:Tiempo de reacción (h)	632,831	3	210,944	1,08	0,4052
RESIDUOS	1756,06	9	195,117		
TOTAL (CORREGIDO)	4138,31	15			



# RESULTADOS

- CARACTERIZACIÓN DEL BIODIESEL

CARACTERIZACIÓN BIODIESEL					
Catalizador	Tiempo de reacción (h)	Densidad (kg/m <sup>3</sup> )		Viscosidad (mm <sup>2</sup> /s)	
		Límites	Medido	Límites	Medido
CaO	2	860-900	882,25	3,5-5	4,62
	4	860-900	882,15	3,5-5	4,63
	6	860-900	893,05	3,5-5	10,59
	8	860-900	908,95	3,5-5	18,62
KNO <sub>3</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	860-900	916,45	3,5-5	27,51
	4	860-900	912,95	3,5-5	19,71
	6	860-900	913,75	3,5-5	36,80
	8	860-900	916,40	3,5-5	44,71
KI/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	860-900	916,55	3,5-5	44,71
	4	860-900	914,10	3,5-5	36,35
	6	860-900	912,60	3,5-5	30,44
	8	860-900	914,90	3,5-5	29,44
KF/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	860-900	908,10	3,5-5	21,97
	4	860-900	893,05	3,5-5	12,49
	6	860-900	896,25	3,5-5	13,49
	8	860-900	902,25	3,5-5	18,84



# RESULTADOS

- BIODIESEL DE REFERENCIA

Área de metil-ésteres	Rendimiento (%)	Densidad (kg/mL)	Viscosidad (mm <sup>2</sup> /s)
5573680922	95,68	889,5	4,5322



# CONCLUSIONES

- Todas las propiedades medidas del aceite de palma están dentro de los rangos establecidos en las normas, por lo tanto además de ser un aceite apto para el consumo humano, también es idóneo para aplicar el proceso de transesterificación.
- Se determinó que se produjeron reacciones secundarias que no fueron consideradas al inicio de la investigación; debido a la presencia de compuestos como moglicéridos y diglicéridos, que se pudieron apreciar en el análisis cromatográfico.
- Las condiciones de reacción que reportaron el rendimiento más alto, con un valor de 62,16%, se dieron al utilizar 3% en peso de Óxido de Calcio como catalizador durante 4 h, a una temperatura de 65°C, presión atmosférica y relación molar metanol:aceite 6:1.
- El rendimiento más bajo fue de 9,80, utilizando 3% en peso de Óxido de Calcio como catalizador durante 8 h, a una temperatura de 65°C, presión atmosférica y relación molar metanol:aceite 6:1.



# CONCLUSIONES

- Para los factores estudiados, se determinó que no existe variación estadísticamente significativa en el rendimiento, por lo que no es viable obtener un modelo matemático que describa su comportamiento. Debido a que las propiedades físicas y químicas de cada catalizador son diferentes.
- Se pudo observar que, en todos los casos, que el rendimiento, con un tiempo de reacción de 8 h no es mayor a los obtenidos con tiempos menores.
- El rendimiento del biodiesel de referencia, con un valor de 95,68%, es mayor a los rendimientos de los productos obtenidos mediante un proceso de transesterificación con catálisis heterogénea.
- La densidad y viscosidad de los productos obtenidos con  $\text{KNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{KI}/\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ , en todos los tiempos, fue mayor al límite establecido.

# RECOMENDACIONES

- Es necesario realizar la separación de metil-ésteres del resto de compuestos obtenidos en el producto final con el objetivo de mejorar las características del mismo.
- Se recomienda llevar a cabo el mismo procedimiento en el reactor con los monoglicéridos y diglicéridos separados, para determinar si se pueden convertir en metil-ésteres.
- Es conveniente aumentar la relación molar metanol: aceite, para favorecer la conversión de triglicéridos hacia metil-ésteres.
- Es necesario realizar un diseño experimental para cada catalizador, por separado, para evitar la interferencia de factores no controlables que influyen considerablemente en la variación del rendimiento.



# RECOMENDACIONES

- Se recomienda estudiar la variación del rendimiento a diferentes presiones, con la finalidad de obtener mayor cantidad de metil-ésteres en el producto final.
- Realizar un estudio cinético de la reacción de transesterificación, con cada uno de los catalizadores utilizados, para determinar en qué punto el rendimiento empieza a disminuir y optimizar el tiempo de reacción.
- Es importante, de tener la instrumentación necesaria, determinar todas las características del producto obtenido para verificar que se encuentren dentro de la norma y garantizar la calidad del mismo.

