



**ESPE**  
ESCUELA POLITÉCNICA DEL EJÉRCITO  
CAMINO A LA EXCELENCIA

# UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPE EXTENSIÓN LATACUNGA

## CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

**TEMA: ESTUDIO PARA LA PRODUCCIÓN DE UN DETERGENTE  
BIODEGRADABLE PARA USO GENERAL A PARTIR DE ACEITE DE  
RICINO (*Ricinus Communis*)**

**AUTORA: ALVAREZ BAYAS, DAYANA PAMELA  
DIRECTOR: RODRÍGUEZ MAECKER, ROMÁN NICOLAY, Ph.D**





**INTRODUCCIÓN**

**METODOLOGÍA**

**ÁNÁLISIS DE RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y  
RECOMENDACIONES**



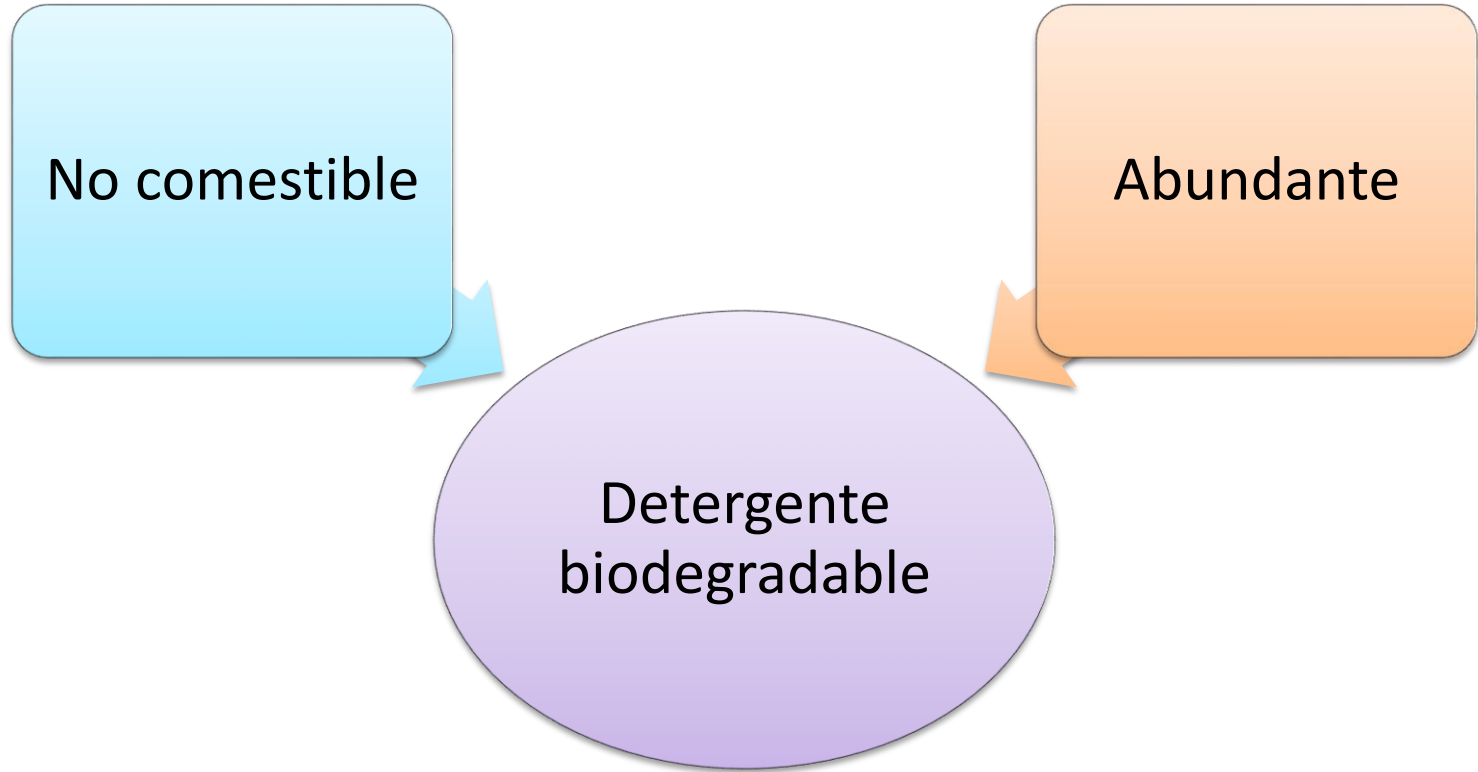
# INTRODUCCIÓN

Crece en estado silvestre

**Ricino (*Ricinus communis* L.)**

Ecuador, Manabí, cuenta con un cultivo aproximado de 5000 hectáreas.





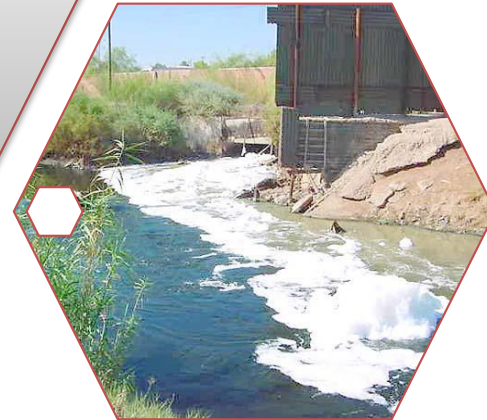


Elevado consumo de detergente y según la (SENAMI) tan solo el 12% del agua recibe tratamiento previo.



En ocasiones la extensión de la vida marina.

Proliferación de las algas marinas



# OBJETIVOS

## Objetivo General

- Estudiar la producción de detergente biodegradable para uso general a partir de aceite de ricino (*ricinnus communis*).

## Objetivos Específicos

Caracterizar y acondicionar el aceite de ricino para su utilización como materia prima en la producción de un detergente biodegradable.

Sintetizar un detergente biodegradable utilizando un método por pasos, con las condiciones experimentales establecidas en el diseño experimental.

Caracterizar el detergente por medio de pruebas físicas y químicas establecidas en la normativa vigente, incluyendo la prueba de biodegradabilidad.

Desarrollar una formulación que permita un uso determinado.

# METODOLOGÍA

## Caracterización del aceite de ricino.

Espectrofotómetro infrarrojo de transformada de Fourier

Índice de saponificación: Según norma NTE INEN-ISO 3657 “Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de saponificación (IDT)”,



# Producción del detergente biodegradable a partir del aceite de ricino.

Obtención de éster metílico de aceite de ricino

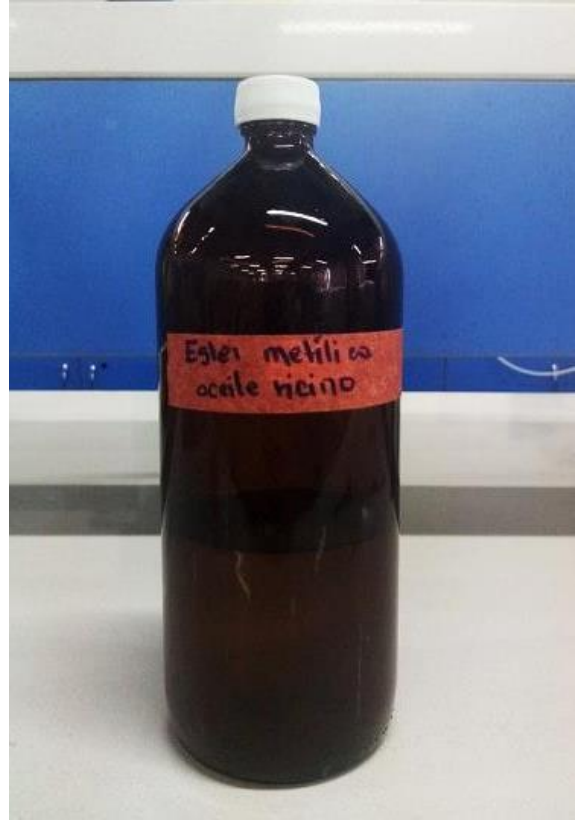
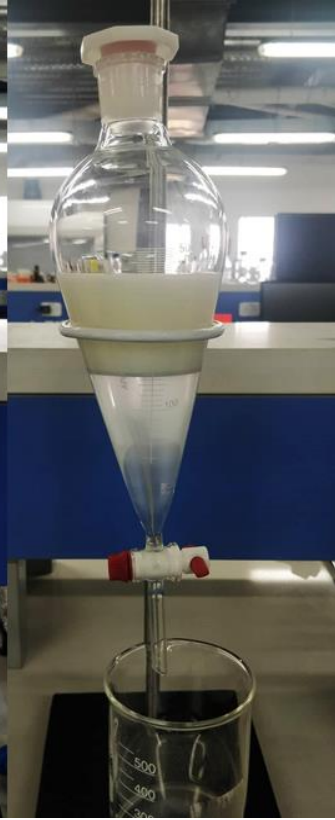
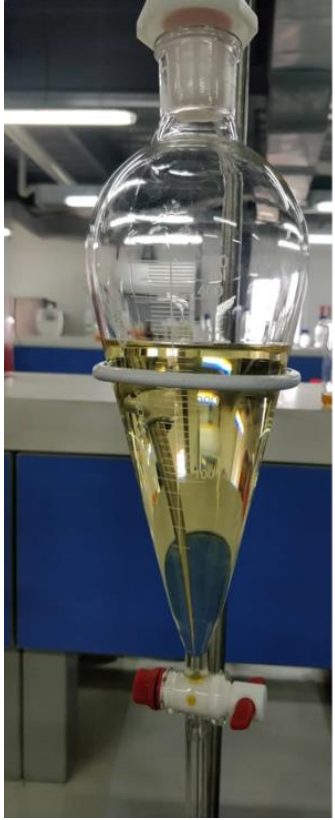
Síntesis del tensoactivo biodegradable

Formulación de detergente biodegradable para uso general

# Obtención de éster metílico de aceite de ricino

- Reacción transesterificación con metanol en presencia de hidróxido de sodio





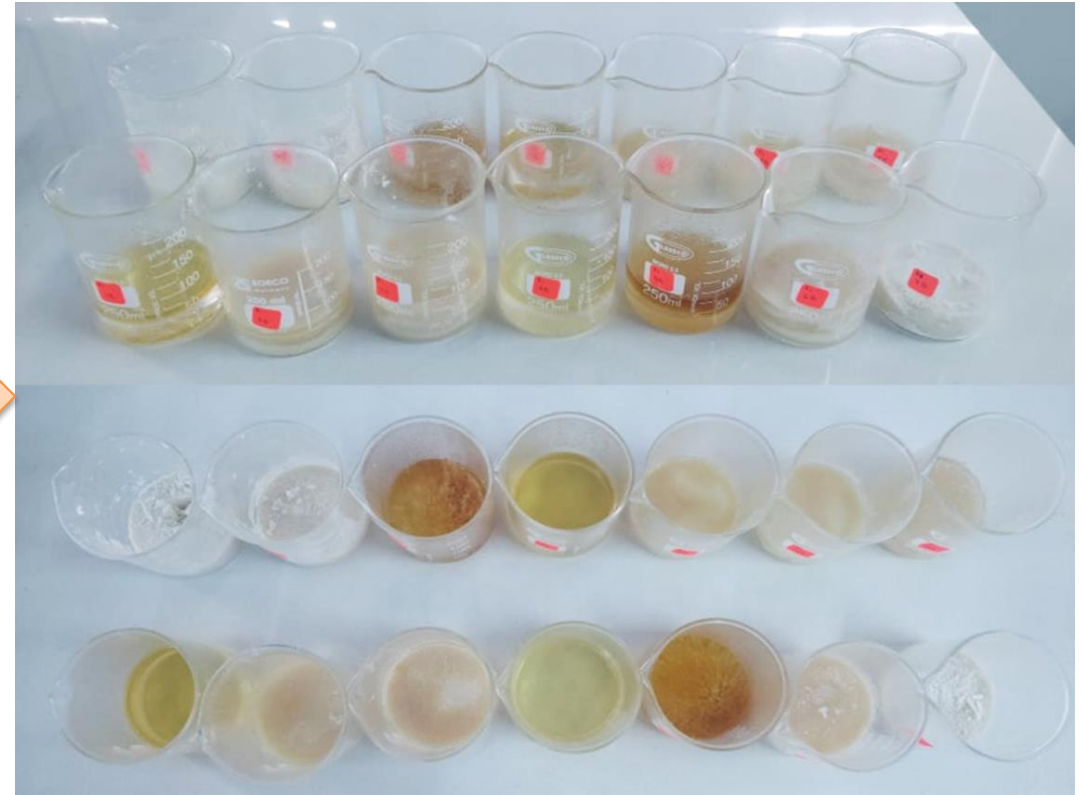
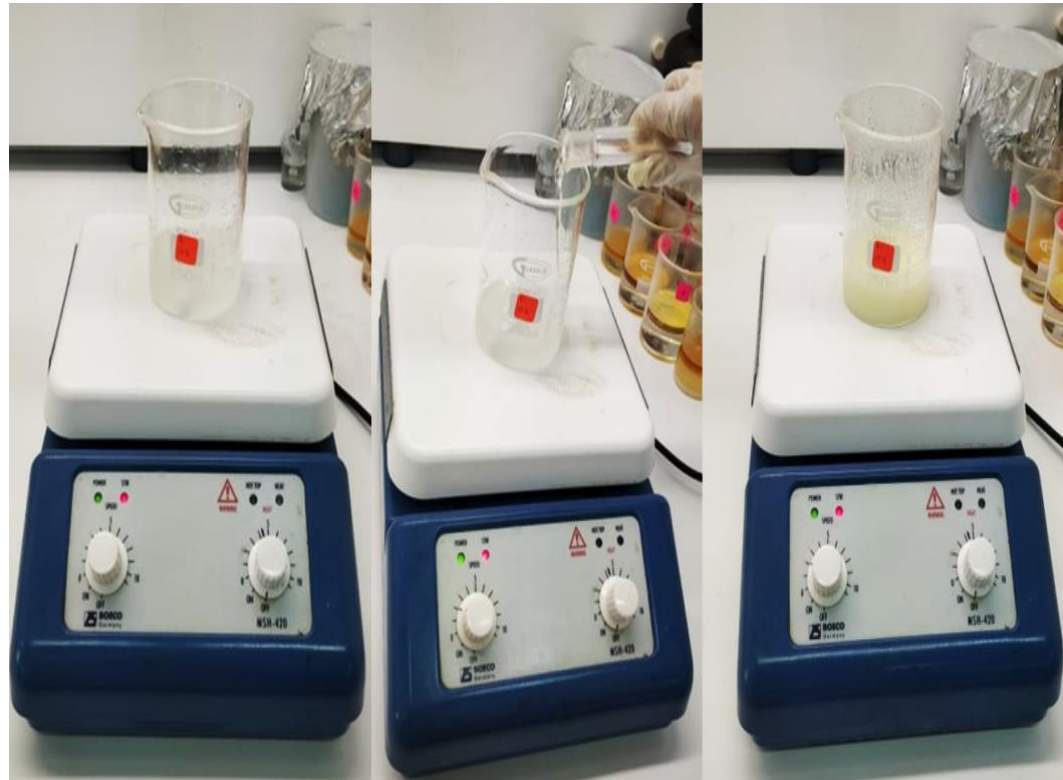
# Síntesis del tensoactivo biodegradable

## Diseño experimental para la síntesis tensoactivo de aceite de ricino

### VARIABLES INDEPENDIENTES

	Temperatura(A)	Hidróxido de Sodio(B)	Ácido Sulfúrico(C)
<b>Baja (-1)</b>	30	5	5
<b>Media (0)</b>	40	7.5	8,75
<b>Alta (1)</b>	50	10	12,5

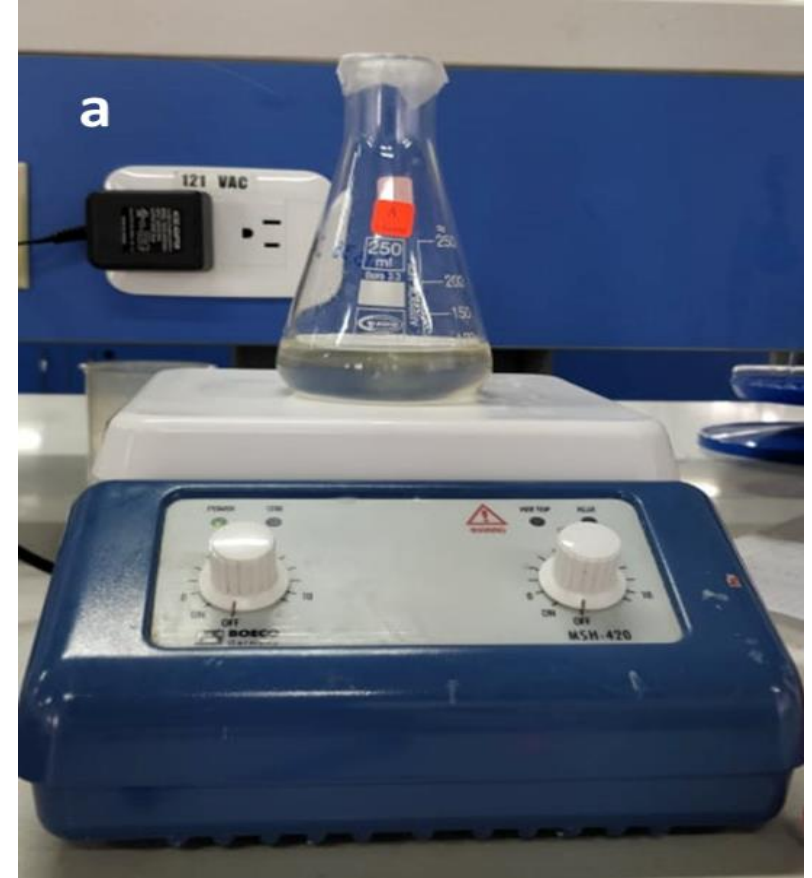
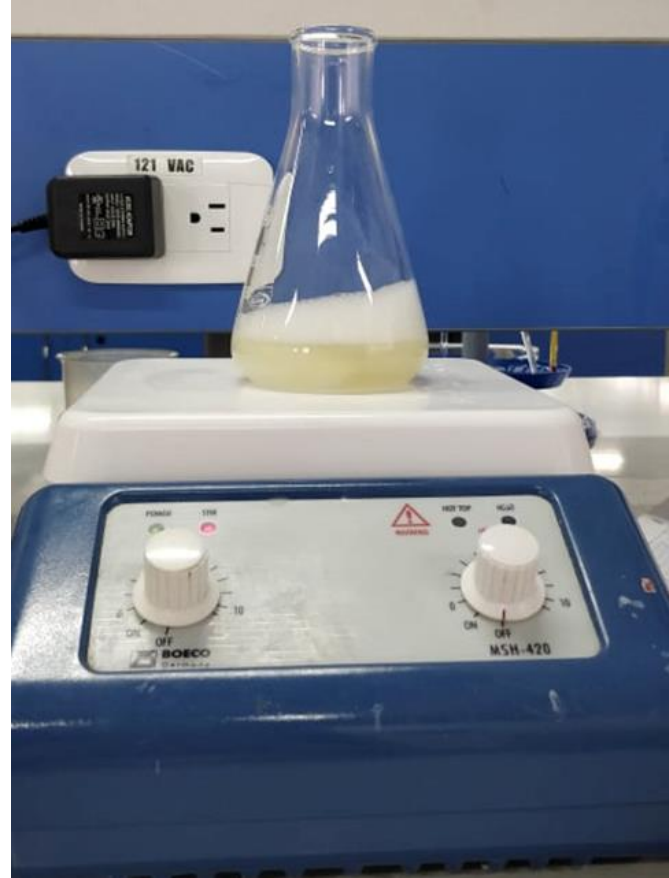
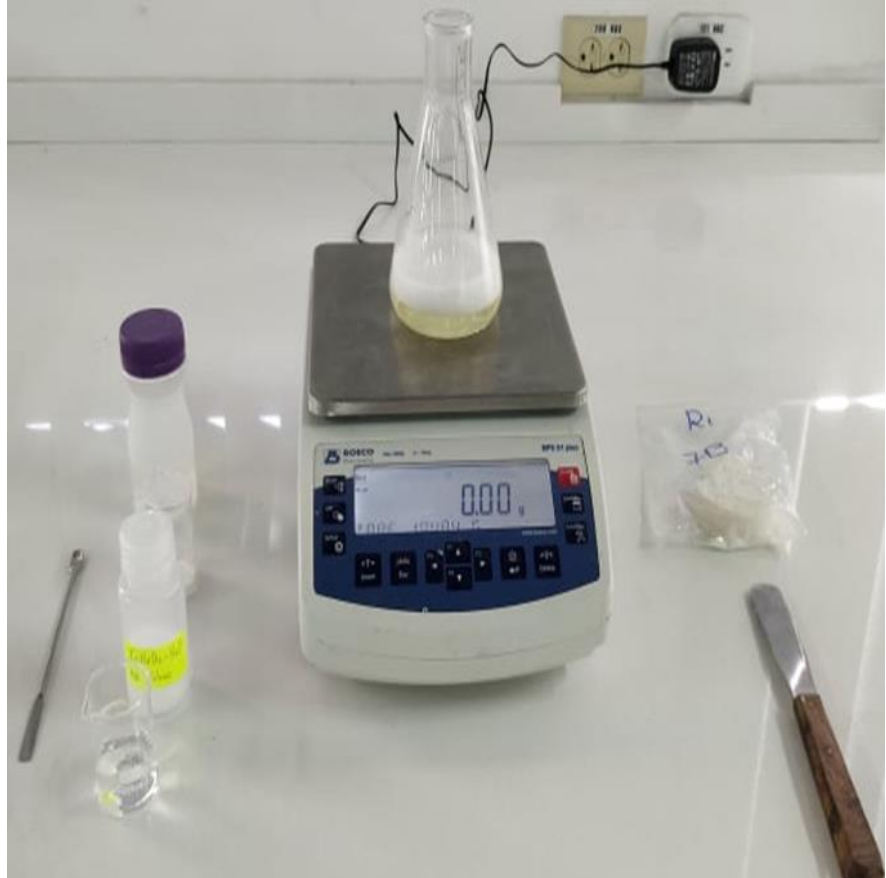
Bloque	Temperatura de reacción (°C)	Hidróxido de sodio [M]	Ácido sulfúrico (ml)
1	50	5	8,75
2	40	7.5	8,75
3	40	7.5	8,75
4	30	5	8,75
5	30	7.5	12,5
6	40	7.5	8,75
7	40	10	12,5
8	30	10	8,75
9	50	10	8,75
10	40	10	5
11	50	7.5	12,5
12	40	5	12,5
13	50	7.5	5
14	30	7.5	5
15	40	5	5





# Formulación de detergente biodegradable para uso general

Componentes	Detergente A	Detergente B	Detergente C
Tensoactivo natural	5%	10%	15%
Carboximetilcelulosa	0,75%	0,75%	0,75%
TEA	0,20%	0,20%	0,20%
Ácido cítrico	0,2%	0,4%	0,6%
Perfume	0,1%	0,1%	0,1%
Agua	Hasta 100%	Hasta 100%	Hasta 100%





## Análisis químico

### Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

Éster metílico  
obtenido a partir del  
aceite de ricino

Tensoactivo

# Pruebas Físico-químicas

pH

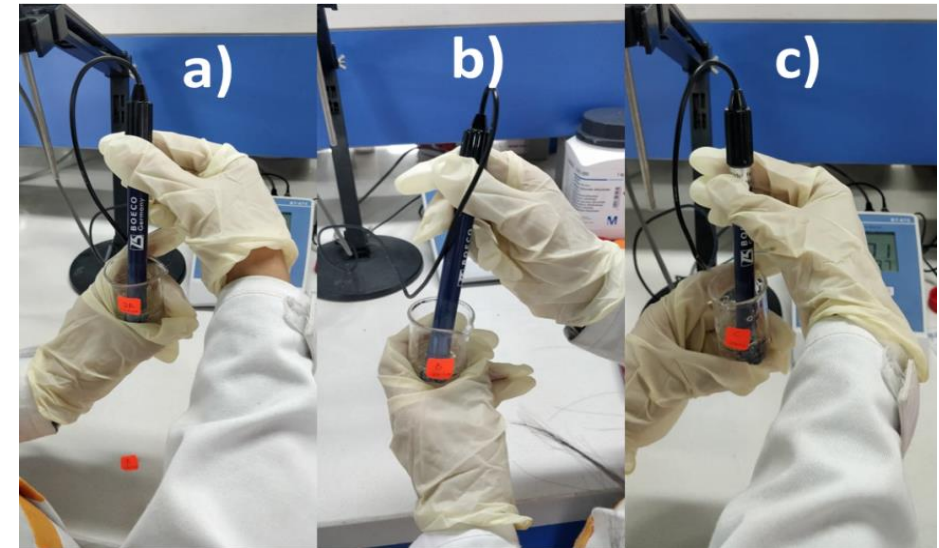
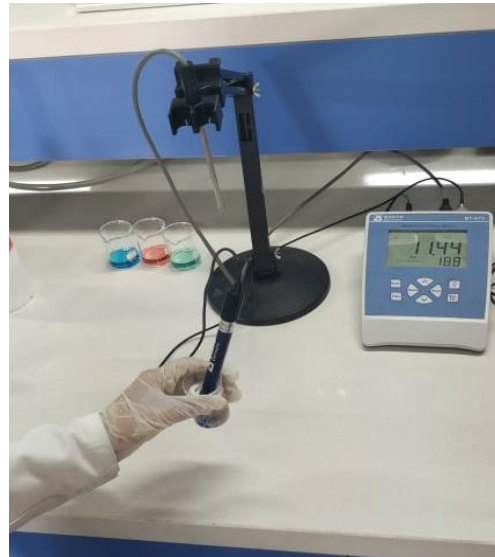


**NTE INEN-ISO 4316**

“Determinación del ph de soluciones acuosas,  
método potenciométrico”

Tensoactivo

Detergentes  
formulados A, B, C.



**Estabilidad en agua dura**

Tensoactivo

**NTE INEN-ISO 1063**

“Determinación de la estabilidad en agua dura”

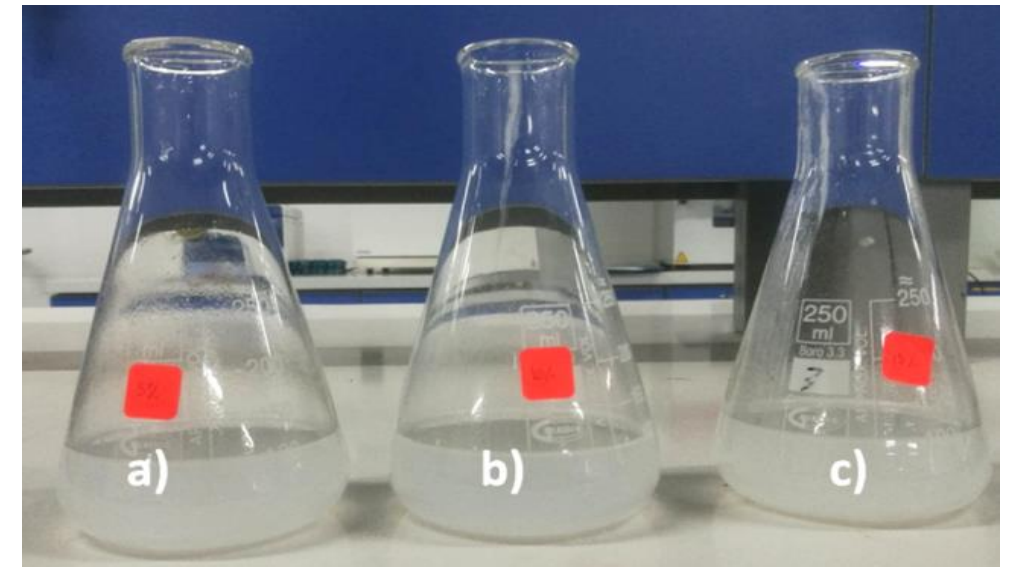


## Determinación de alcalinidad libre

Detergentes  
formulados A, B, C.

### NTE INEN 821

“Determinación de alcalinidades libre y  
total.”



## Determinación de la materia insoluble en agua

Detergentes formulados A, B, C.

### NTE INEN 816

“Determinación de la materia insoluble en agua”



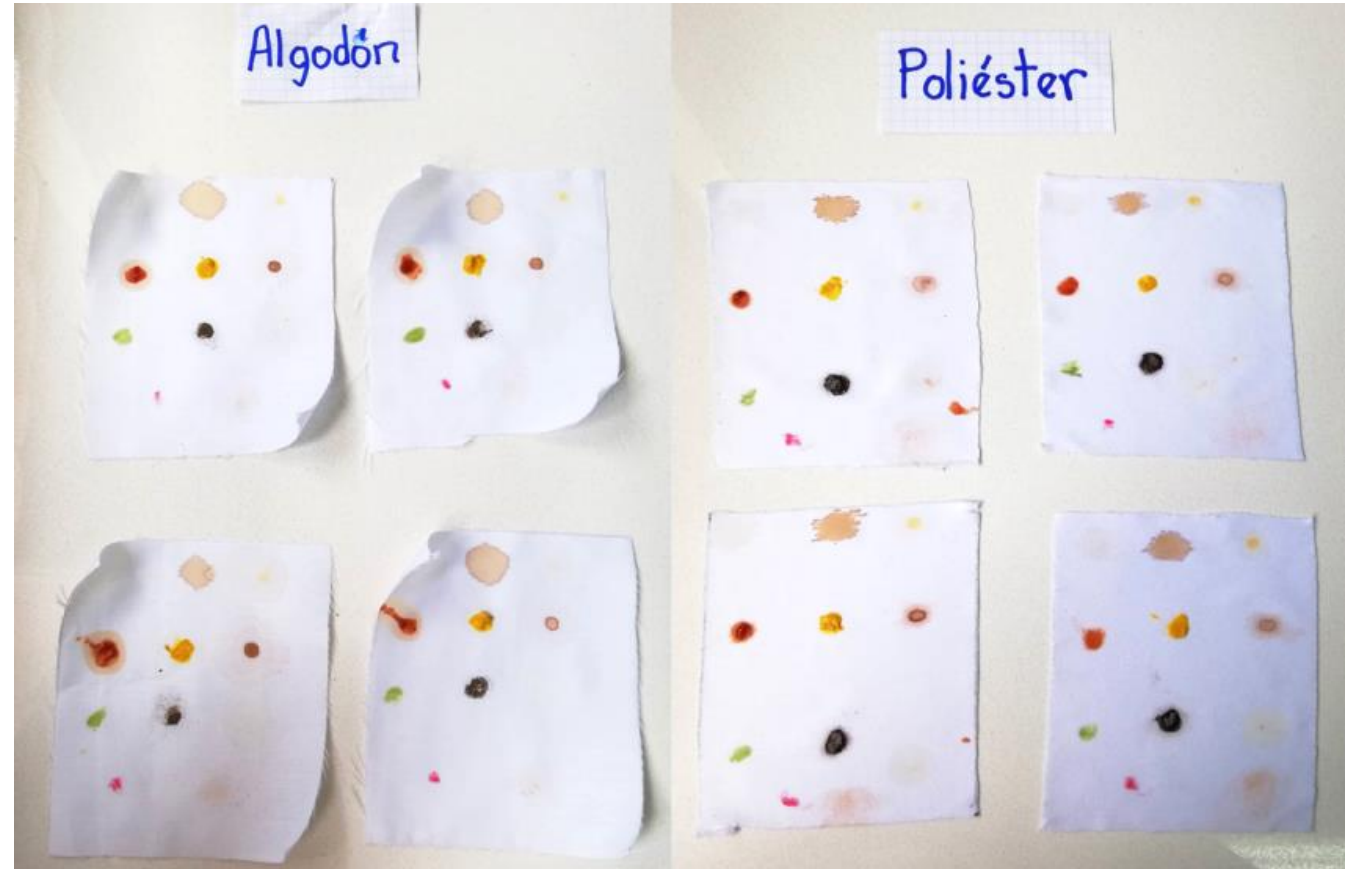
## Pruebas de espuma

Detergentes  
formulados A, B, C.



## Prueba de desempeño

Detergentes  
formulados A, B, C.



# Biodegradabilidad

Detergente  
formulado C.

EcuChemLab Cia. Ltda  
ASTM D2667, (1995) y ASTM  
D2330, (2002)

$T_i$ (días)	Muestra	$V_m$ ( ml)	Dilución	$C_{ensayo}$ (mg/l)
0	Blanco	100	5	0,15
	Estándar	100	5	1,285
	Muestra 1	100	5	1,284
	Muestra 2	100	5	1,278
8	Blanco	100	5	0,00
	Estándar	100	5	0,002
	Muestra 1	100	5	0,010
	Muestra 2	100	5	0,009



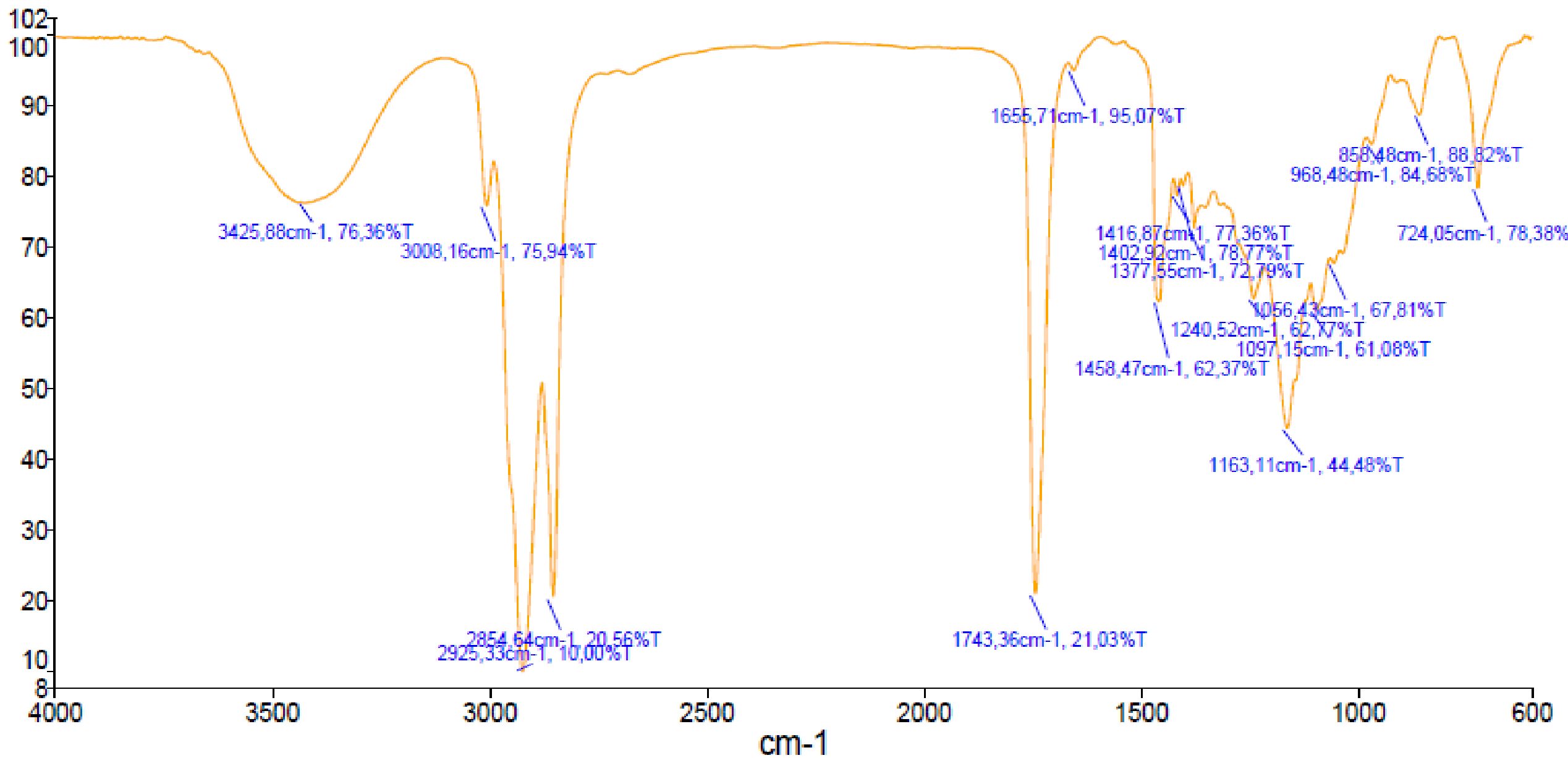


# ANÁLISIS DE RESULTADOS

# Aceite de ricino



# Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier



Nº Pico	Región (cm <sup>-1</sup> )	Intensidad	Grupo funcional	Referencia
1	3425,88	M	Grupo hidroxilo, enlace de H, O-H	3570–3200
2	3008,16	D	-C=C-H (st)	3150-3000
3	2925,33	F	CH <sub>2</sub> (st, as)	2935–2915
4	2854,64	F	CH <sub>2</sub> (st, sy)	2865–2845
5	1743,36	F	-C=O (st)	1750–1725
6	1655,71	D	C=C (st)	1680–1620
7	1458,47	M	CH <sub>3</sub> (δ, as)	1470-1430
8	1377,55	D	CH <sub>3</sub> (δ, sy)	1380–1370
9	1163,11	F	C-O (st, as)	1260-1150
10	1097,15	D	Alcohol secundario -C-O- (st)	~1100
11	858,48	M	C-O	890-800
13	724,05	M	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> -, (γ)	770-720

## Índice de Saponificación del aceite de ricino

Réplica	Índice de saponificación
	mg KOH / g de aceite
Ensayo	188,9073
1	186,8223
2	187,9074
$(\bar{x}) \pm s$	$187,8790 \pm 1,0427$

Entra en el rango de 176 - 188 mg KOH / g de aceite reportado por Ogunniyi, (2006), Ajayi & Momoh, (2018) y Onukwli & Igbokwe, (2008).

## Éster metílico de aceite de ricino



# Rendimiento



Réplic	Aceite de ricino (ml)	Éster metílico (ml)	Rendimiento (%)
1	105,02	95,03	90,49
2	104,67	94,2	90,00
3	104,79	94,39	90,07
4	104,81	94,32	89,99
5	104,88	94,59	90,18

## Estadística

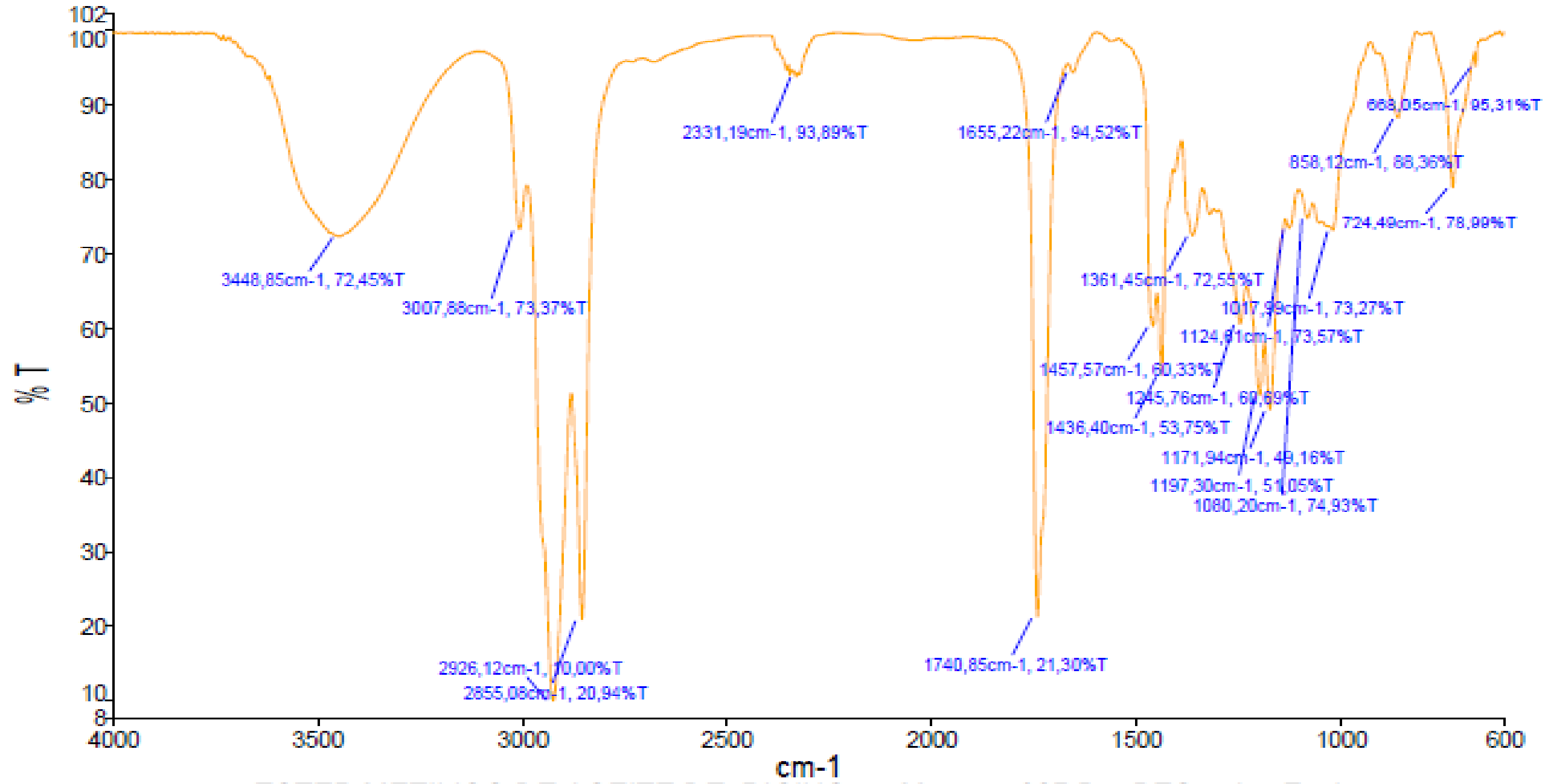
Media ( $\bar{x}$ ) 90,15

Desviación estándar (s) 0,206

Intervalo de confianza ( $\mu$ ) 95%

El valor obtenido de rendimiento es relativamente alto ya que se encuentra dentro de lo reportado por Dias et al., (2013) y (Meneghetti et al., 2006).

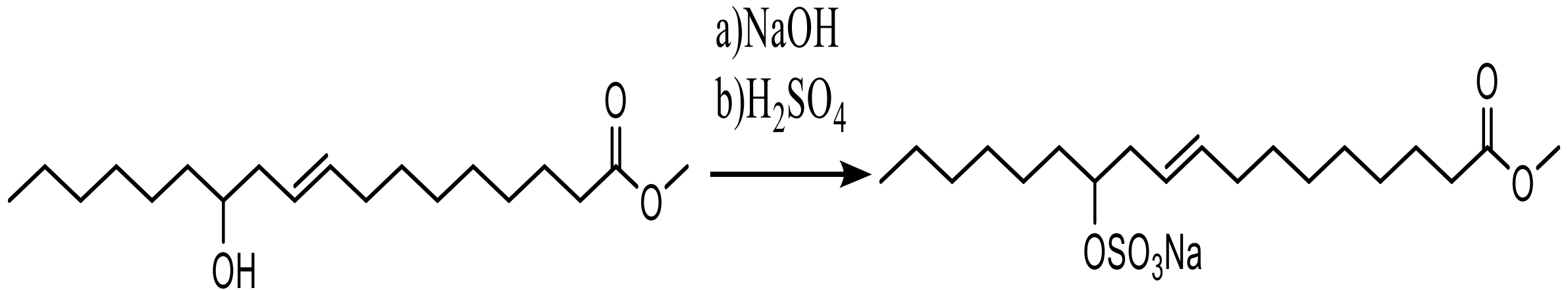
# Caracterización por análisis de espectroscopia vibracional FT- IR





Región	Grupo funcional	Aceite de ricino	RAME
1425-1447	CH <sub>3</sub> (as)	-	1436,40
1188-1200	O-CH <sub>3</sub> (st)	-	1197,3
1370-1400	O-CH <sub>2</sub>	1377,55	-
1075-1111	O-CH <sub>2</sub> -C (st,as)	1056,43	-

# Producción del Tensoactivo a partir del éster metílico de aceite de ricino



Diseño experimental de metodología de respuesta del tipo de Box- Behnken.

Tratamiento	Rendimiento (%)
	$(\bar{x}) \pm s$
1	0
2	18,98 $\pm$ 0,0053
3	18,87 $\pm$ 0,0040
4	0
5	0
6	19,75 $\pm$ 0,0028
7	76,42 $\pm$ 0,0012
8	75,71 $\pm$ 0,0066
9	72,50 $\pm$ 0,0053
10	39,67 $\pm$ 0,0041
11	0
12	0
13	23,49 $\pm$ 0,0057
14	27,90 $\pm$ 0,0084
15	32,35 $\pm$ 0,0074

## Análisis estadístico

Fuente	Suma de cuadrados	GI	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
<b>A:TEMPERATURA</b>	21,7932	1	21,7932	0,26	0,6114
<b>B:NaOH</b>	20174,1	1	20174,1	243,54	<b>0,0000</b>
<b>C:H2SO4</b>	827,905	1	827,905	9,99	<b>0,0034</b>
<b>AA</b>	113,369	1	113,369	1,37	0,2504
<b>AB</b>	7,71203	1	7,71203	0,09	0,7622
<b>AC</b>	14,6302	1	14,6302	0,18	0,6770
<b>BB</b>	4914,82	1	4914,82	59,33	<b>0,0000</b>
<b>BC</b>	3582,14	1	3582,14	43,24	<b>0,0000</b>
<b>CC</b>	109,214	1	109,214	1,32	0,2591
<b>Bloques</b>	0,346613	2	0,173307	0,00	0,9979
<b>Error total</b>	2733,62	33	82,837		
<b>Total (corr.)</b>	32754,4	44			

R-cuadrada= 91,6542%

R-cuadrada (ajustada por g.l.)= 88.8722%

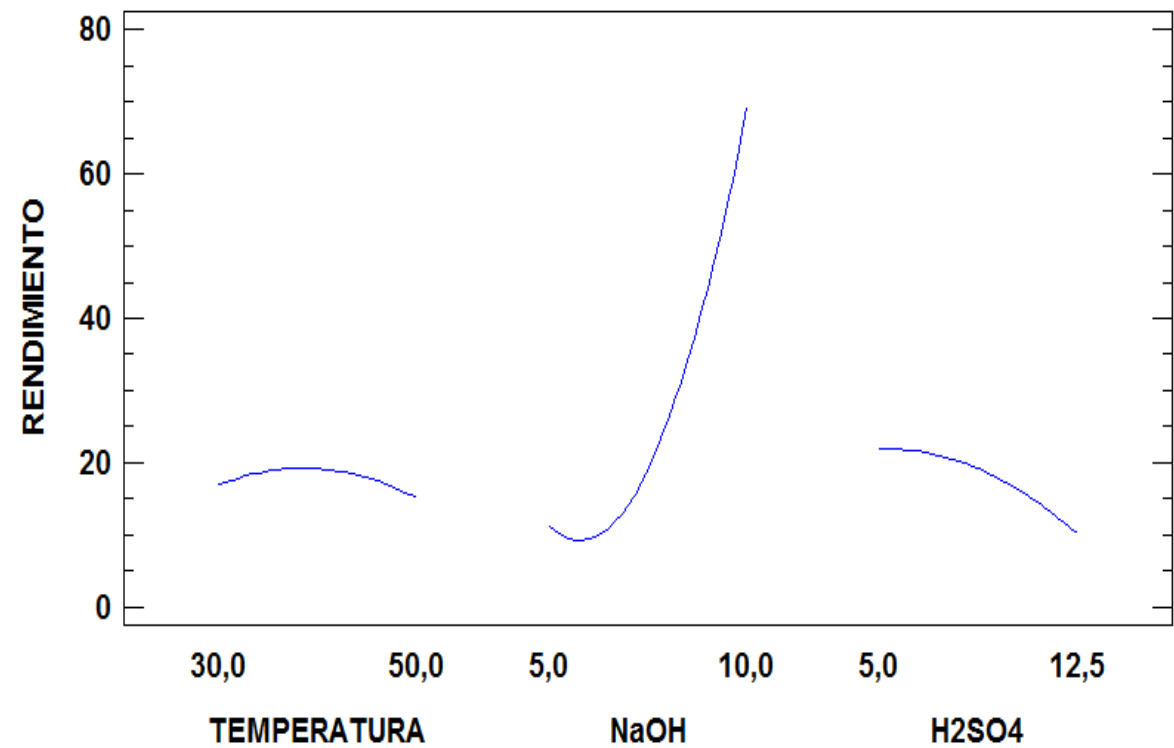
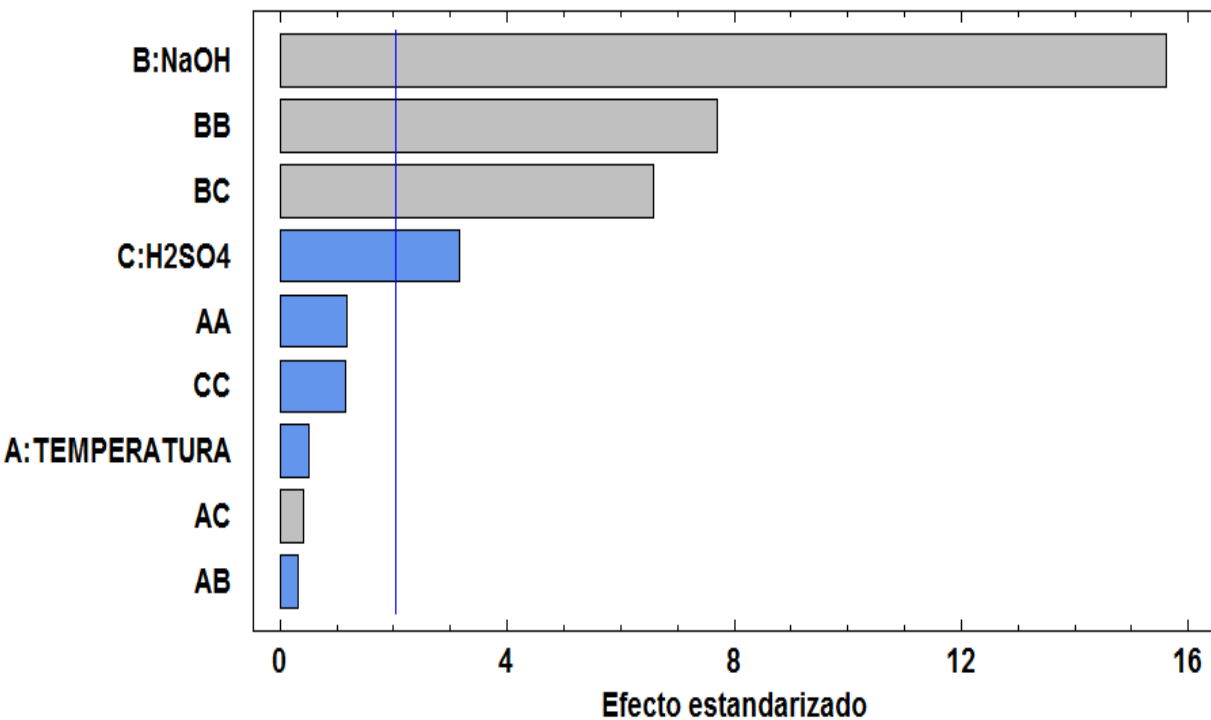
Error estándar del est.= 9,10148

Error absoluto medio= 6,24181

Estadístico Durbin-Watson=2,78728  
(P=0,9917)

Autocorrelación residual de Lag 1= -0,434407

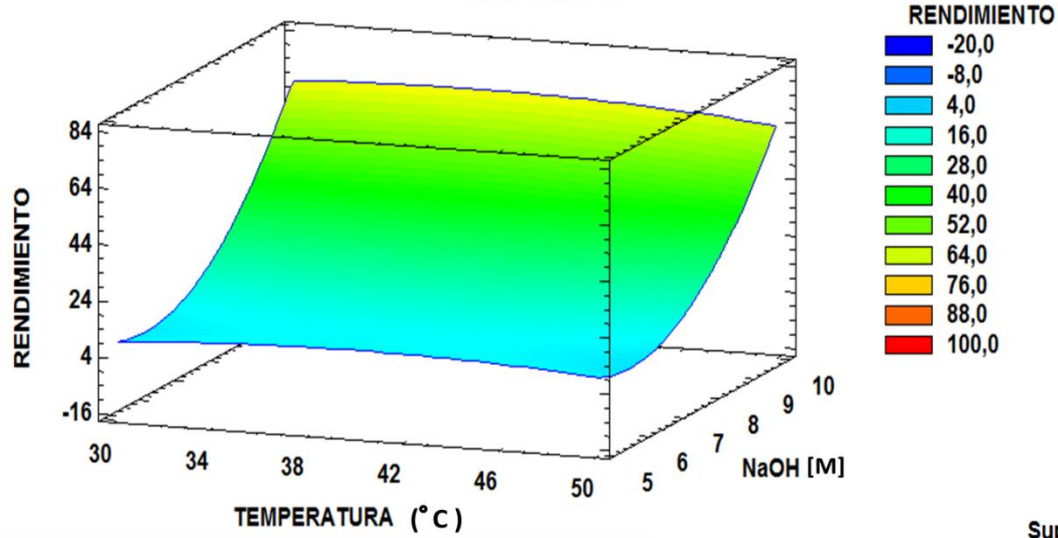
# Análisis de los efectos estandarizados



# Análisis de la superficie de respuesta

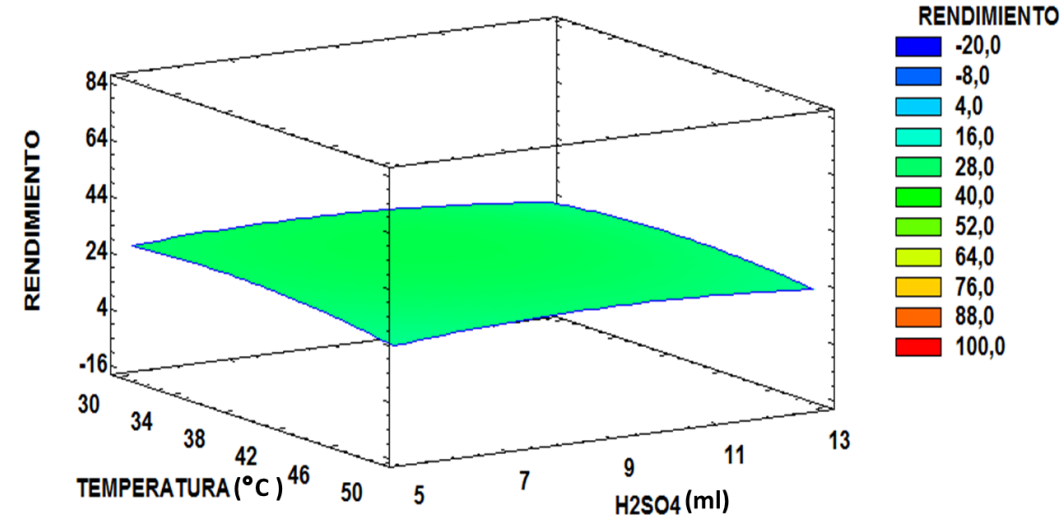
Superficie de Respuesta Estimada

H2SO4=8,63954



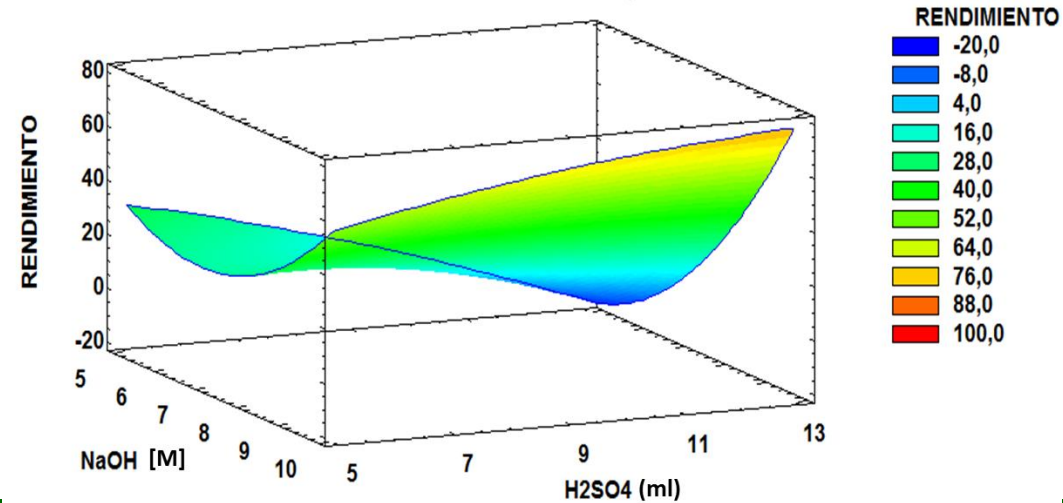
Superficie de Respuesta Estimada

NaOH=8,3



Superficie de Respuesta Estimada

TEMPERATURA=39,9059



## Optimización de las condiciones para la producción del tensoactivo

El punto óptimo para la maximización del rendimiento del tensoactivo:

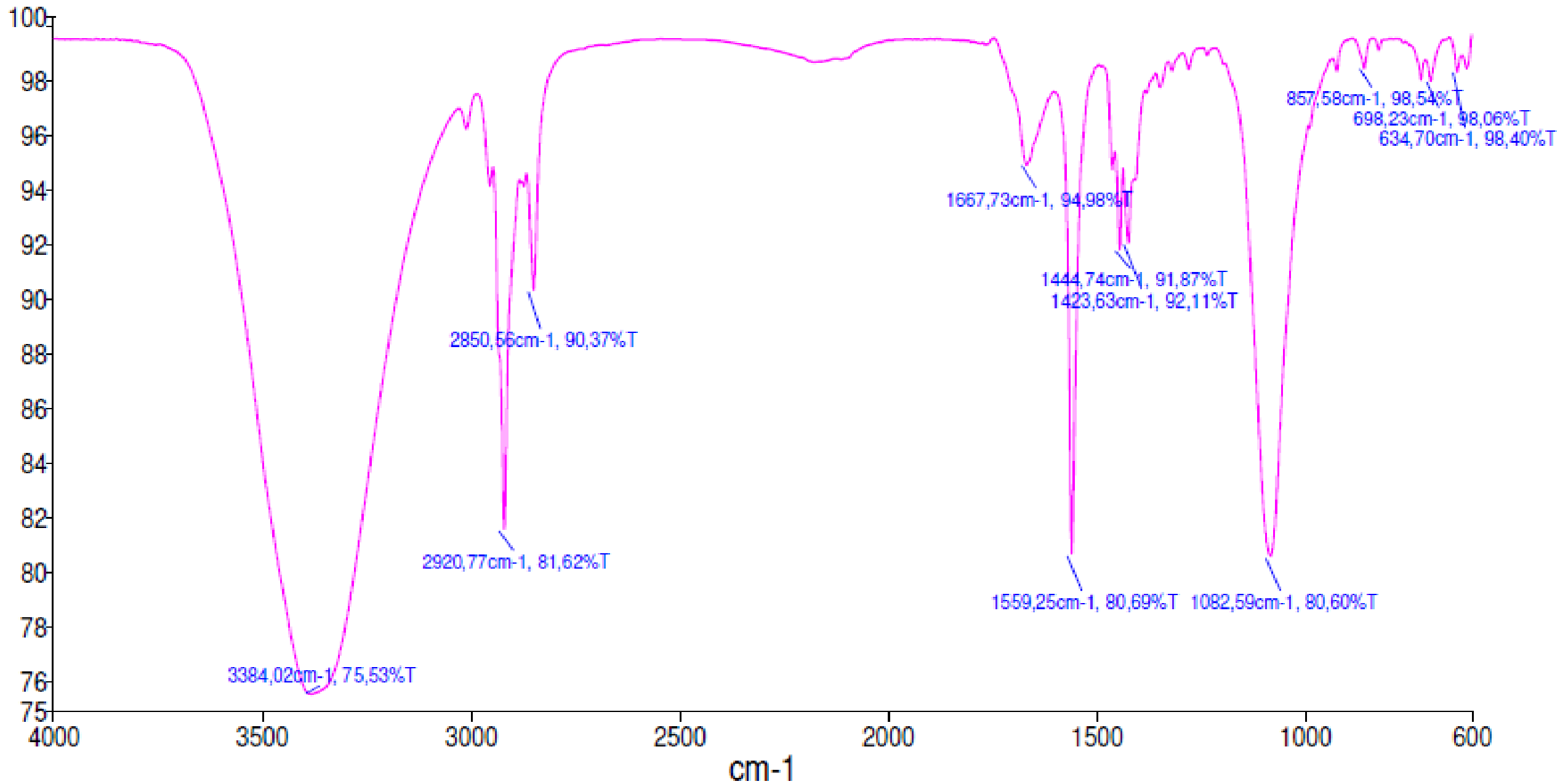
Temperatura a 38,96 °C

NaOH de 10M

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de 12,4999 ml

Para obtener un rendimiento óptimo de 77,5409.

# Caracterización por análisis de espectroscopia vibracional FT- IR





Nº Pico	Región (cm <sup>-1</sup> )	Intensidad	Grupo funcional	Referencia
1	1559,25	F	C=C-S (st)	≈ 1590
2	1082,59	F	S=O (st)	1225-980
3	857,58	D	S-O (st)	870-690



# Pruebas físico químicas

## Tensoactivo de aceite de ricino

## Ph

## pH

### Tensoactivo

$(\bar{x}) \pm s$

1	2,51± 0,0361
2	10,78±0,0208
3	11,53±0,0252
4	2,67±0,0265
5	3,75±0,0361
6	11,54±0,0153
7	11,84±0,0404
8	12,70±0,0100
9	12,67±0,0153
10	12,84±0,0529
11	3,71±0,0252
12	1,10±0,0500
13	11,88±0,0153
14	12,28±0,0200
15	10,46±0,0404

El valor de pH para el tensoactivo optimo fue de 11,84 como se observa en la tabla, pudiendo compararse este valor con trabajos realizados por E.Ndubuisi, J. Ugbeh, C. Iwuorah, (2015)

# Estabilidad en agua dura

---

Suma de valores unitarios	Estabilidad media
46	“tres”

---

Suma de valores parciales	Estabilidad parcial
20	$\overline{433}$
13	
13	



# Detergente de uso doméstico biodegradable

# pH

Detergente	Ph $(\bar{x}) \pm s$
A	8,01333 $\pm$ 0,0057735
B	8,01667 $\pm$ 0,0057735
C	8,02333 $\pm$ 0,0057735

Norma NTE INEN 847, (2015) establece un límite máximo de pH de 11, por lo tanto las formulaciones A,B y C se encuentran dentro del rango establecido.

# Alcalinidad libre

Detergente	AL (%) ( $\bar{x}$ )
A	0
B	0
C	0

NTE INEN 847, (2015) establece un límite máximo de AL de 0,5%, por tanto, los valores obtenidos para los detergentes A,B y C que fueron de 0% se encuentran dentro del rango establecido.

# Materia insoluble en agua

Detergente	IA (%) ( $\bar{x}$ )
A	0
B	0
C	0

Los valores obtenidos de materia insoluble en agua para los detergentes A, B y C, los cuales se encuentran dentro del rango que establece la norma NTE INEN 847, (2015) con un límite máximo de 1,5%.



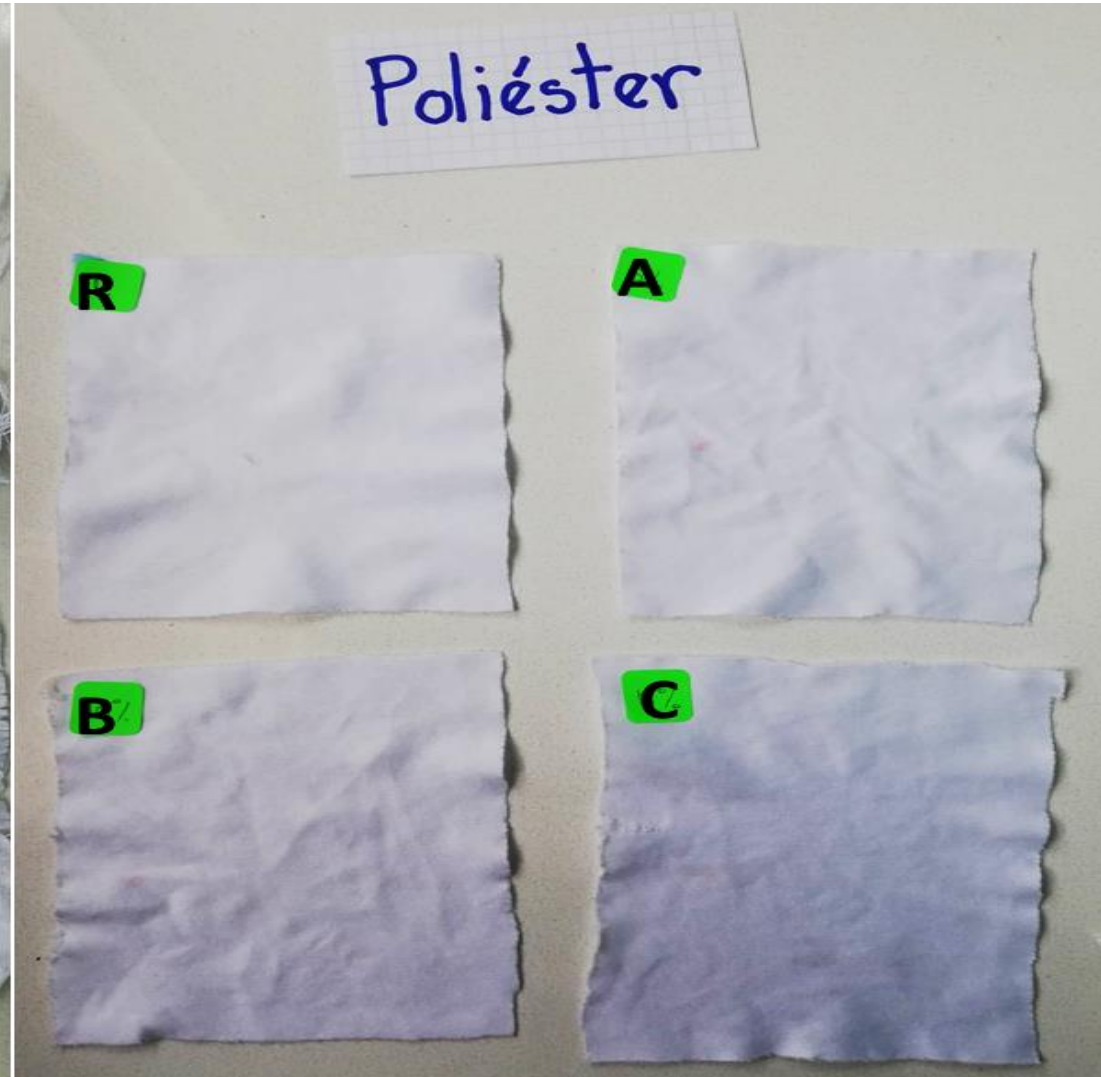
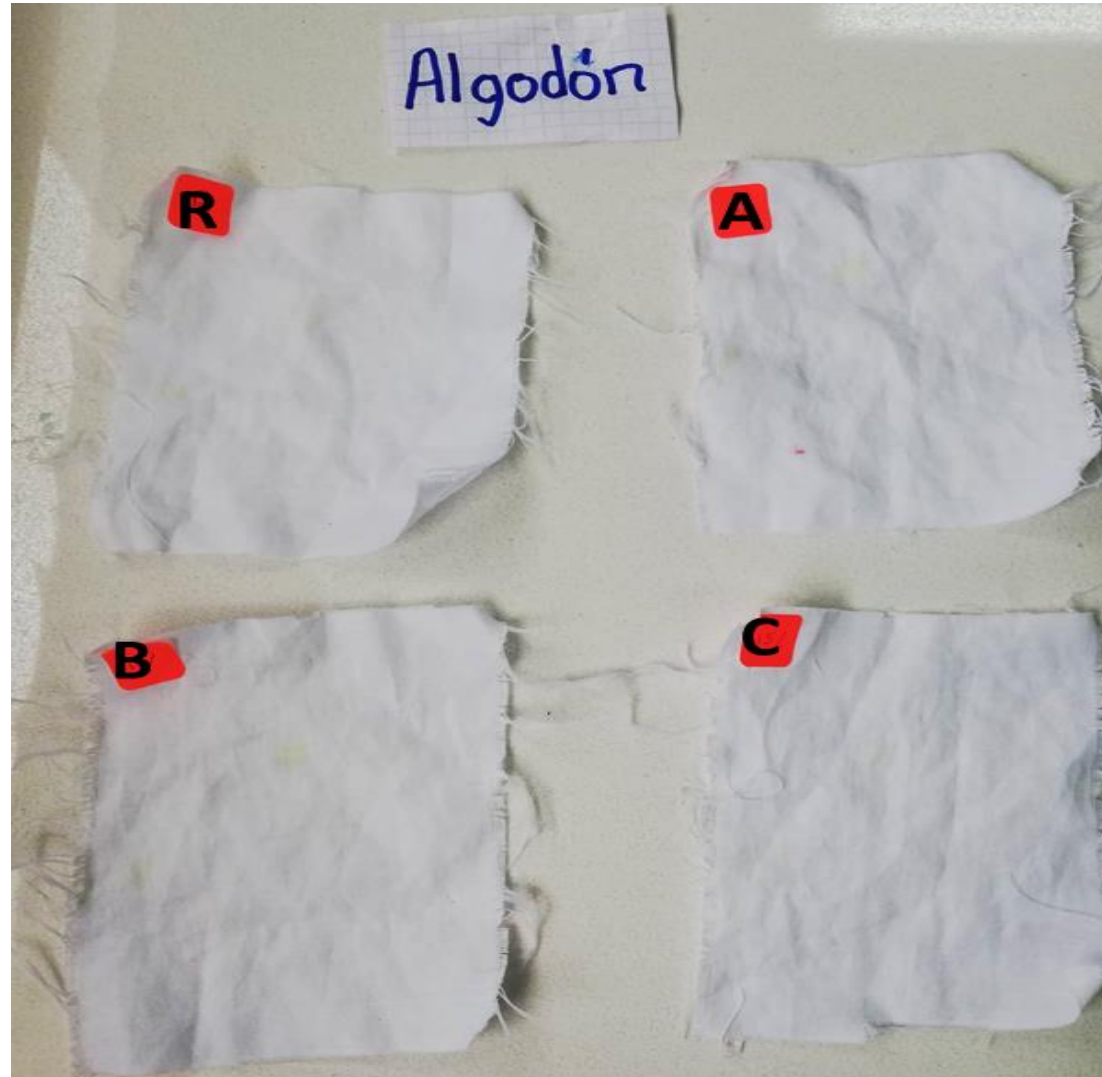
# Espuma

Detergente	$h(cm)_{2\ min}$	$h(cm)_{5\ min}$	$h(cm)_{10\ min}$	$h(cm)_{30\ min}$	$h(cm)_{60\ min}$
	$(\bar{x}) \pm s$	$(\bar{x}) \pm s$	$(\bar{x}) \pm s$	$(\bar{x}) \pm s$	$(\bar{x}) \pm s$
Referencia	$10,00 \pm 0$	$6,37 \pm 0,2309$	$4,77 \pm 0,4041$	$3,17 \pm 0,2887$	$2,67 \pm 0,2887$
A	$1,87 \pm 0,1155$	$1,00 \pm 0$	$0,83 \pm 0,0577$	$0,37 \pm 0,0577$	$0,10 \pm 0$
B	$2,77 \pm 0,1155$	$2,03 \pm 0,0577$	$1,73 \pm 0,0577$	$1,17 \pm 0,0577$	$1,00 \pm 0$
C	$5,00 \pm 0$	$4,17 \pm 0,2887$	$4,07 \pm 0,1155$	$2,37 \pm 0,1155$	$1,93 \pm 0,0577$

# Desempeño

## Desempeño

Detergente	Algodón										Poliéster									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<b>Referencia</b>	E	E	E	E	B	E	E	E	MB	MB	E	E	E	E	MB	E	E	E	MB	MB
<b>A</b>	E	MB	E	B	R	B	MB	E	R	R	E	MB	E	MB	R	B	MB	E	R	B
<b>B</b>	E	MB	E	MB	R	MB	MB	E	B	B	E	MB	E	MB	B	MB	MB	E	B	B
<b>C</b>	E	E	E	E	B	E	E	E	B	MB	E	E	E	E	MB	E	E	E	MB	MB



# Biodegradabilidad

PARÁMETRO	RESULTADO	UNIDAD	MÉTODO DE ANÁLISIS
Biodegradabilidad	99,30	%	ASTM D2667.D2330

El valor obtenido cumple con el rango establecido por la NTE INEN 847, (2015) cumpliendo así con los requisitos para el uso doméstico de este detergente.

# CONCLUSIONES

- De acuerdo a la caracterización de la materia prima realizada mediante la técnica FTIR, se identificaron las bandas principales correspondientes a los grupos funcionales y enlaces propios del aceite de ricino puro, también fue posible determinar la ausencia de agua en el aceite por lo que era idóneo para su posterior transformación catalítica en un éster metílico de aceite de ricino sin la necesidad de un pre-tratamiento.
- Se determinaron las condiciones óptimas para la producción del tensoactivo de aceite de ricino, por medio del diseño experimental Box-Behnken, estas fueron a la temperatura de 38,96°C, con una concentración de NaOH 10 M y 12,5 ml de ácido sulfúrico es posible obtener un rendimiento del 77,5409%.

- En base al análisis estadístico se determinó el efecto de las variables independientes que influyen en el rendimiento de tensoactivo a partir del éster metílico del aceite de ricino, quedando evidenciado en el diagrama de Pareto que el efecto de la concentración de hidróxido de sodio es el más influyente. Además se evidenció que el efecto del ácido sulfúrico es inversamente proporcional al rendimiento y que la temperatura no tiene un efecto relevante en la producción del tensoactivo.
- Mediante el análisis FTIR del tensoactivo obtenido a partir del éster metílico del aceite de ricino se identificó la banda principal correspondiente al grupo funcional  $\text{SO}_3\text{H}$  el cual es propio de los ésteres metílicos sulfonados. La molécula del producto sulfonado es de carácter polar mientras que la cadena de la materia prima mantiene su carácter apolar, haciendo que el tensoactivo resultante sea compatible con compuestos polares y apolares, es decir es una molécula hidrofílica - hidrofóbica. Esta característica lo hace un tensoactivo aniónico perfecto para la formulación de detergentes de uso doméstico.

- Las pruebas establecidas por el Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, permitieron concluir que, de los detergentes biodegradables formulados, el detergente C es el que cumple con todas las condiciones para ser un detergente líquido de uso doméstico. Los valores de pH (8,03), alcalinidad libre (0%), materia insoluble en agua (0%) y biodegradabilidad (99,30%) se encontraron dentro de los límites establecidos por la norma NTE INEN 847, (2015).
- Las pruebas de espuma y desempeño que fueron realizadas en comparación con un detergente comercial denotaron que el detergente formulado C, era mucho mejor que los comerciales en cuanto a la espuma ya que estos la producen excesivamente provocando problemas al medio ambiente mientras que el detergente C produce la mitad de espuma. En cuanto a las pruebas de desempeño quedo comprobado que el detergente C es tan eficaz en cuanto a su capacidad de limpieza como el de referencia ya que elimino las manchas de las telas satisfactoriamente.

# RECOMENDACIONES

- El aceite de ricino es una materia prima potencial en la industria petroquímica, debido a su estructura lineal la cual proporciona a los microorganismos la facilidad para degradarlo o digerirlo, por lo tanto se recomienda realizar más estudios que permitan determinar nuevas rutas de reacción para la obtención de nuevos productos.
- Se propone evaluar la toxicidad de los distintos aditivos utilizados en la formulación de detergentes y la influencia que tienen en el proceso de biodegradación.
- Realizar un estudio de factibilidad económica en la obtención de productos petroquímicos como tensoactivos a partir de aceite de ricino a nivel industrial en Ecuador.
- Se recomienda la implementación de políticas de estado que tengan como objetivo el control y regulación de tensoactivos como contaminantes de medios acuosos, y que impulsen a la industria mediante el desarrollo de nuevas tecnologías para la producción de los mismos, aprovechando recursos propios del país como lo es el ricino, que no se utilizan adecuadamente, para de esta manera impulsar la economía de los sectores más vulnerables.





**GRACIAS**