



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y

MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

TRABAJO DE TITULACIÓN, PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL

TÍTULO DE INGENIERA 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: DR. PHD. RODRÍGUEZ MAECKER, ROMÁN NICOLAY

LATACUNGA

2019



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

CERTIFICACIÓN

Certifico que el trabajo de titulación, “**ESTUDIO PARA LA PRODUCCIÓN DE UN DETERGENTE BIODEGRADABLE PARA USO GENERAL A PARTIR DE ACEITE DE RICINO (Ricinus Communis)**” fue realizado por la señorita **Alvarez Bayas, Dayana Pamela** el mismo que ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Latacunga, 05 de noviembre de 2019



Rodríguez Maecker, Román Nicolás, Ph.D

CC: 1712082120



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD

Yo, **Alvarez Bayas, Dayana Pamela**, declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: **“ESTUDIO PARA LA PRODUCCIÓN DE UN DETERGENTE BIODEGRADABLE PARA USO GENERAL A PARTIR DE ACEITE DE RICINO (*Ricinus Communis*)”** es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas. Consecuentemente el contenido de la investigación mencionada es veraz.

Latacunga, 05 de noviembre de 2019

Una firma manuscrita en tinta azul que dice "Dayana Alvarez".

Alvarez Bayas, Dayana Pamela

C.C.: 0604855957



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

AUTORIZACIÓN

Yo, **Alvarez Bayas, Dayana Pamela** autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: **“ESTUDIO PARA LA PRODUCCIÓN DE UN DETERGENTE BIODEGRADABLE PARA USO GENERAL A PARTIR DE ACEITE DE RICINO (*Ricinus Communis*)”** en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad.

Latacunga, 05 de noviembre de 2019

Una firma manuscrita en tinta azul que dice "Dayana Alvarez".

Alvarez Bayas, Dayana Pamela

C.C.: 0604855957

DEDICATORIA

A mis Padres

A mí amada familia.

AGRADECIMIENTO

A mis padres por confiar y creer en mí, su amor y apoyo incondicional fueron un pilar fundamental en esta etapa de mi vida.

A mis hermanos por su complicidad, y alegrías.

A mis abuelitos por su amor y por cada palabra de aliento y apoyo.

Al Dr. Róman Rodríguez por compartir su tiempo, conocimiento y consejos, son muy importantes en esta etapa de mi vida.

Al Ing, David Luna por sus consejos, ayuda y amistad.

A mis amigos, han hecho de mi vida universitaria una de las mejores etapas.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

CARÁTULA

CERTIFICACIÓNi

AUTORÍA DE RESPONSABILIDADii

AUTORIZACIÓN..... iii

DEDICATORIAiv

AGRADECIMIENTO v

ÍNDICE DE CONTENIDOSvi

ÍNDICE DE FIGURASxii

ÍNDICE DE TABLASxiv

ÍNDICE DE ECUACIONESxv

ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....xv

RESUMENxvi

ABSTRACTxvii

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 Introducción 1

1.2 Planteamiento del problema.....3

1.3	Justificación e importancia.....	4
1.4	Objetivos	5
1.4.1	Objetivo General	5
1.4.2	Objetivos Específicos	5
1.5	Variables dependientes e independientes.....	5
1.5.1	Variables Dependientes	5
1.5.2	Variables Independientes	6
1.6	Hipótesis	6

CAPÍTULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1	Detergentes	7
2.1.1	Tensoactivos o surfactantes.....	8
2.1.2	Coadyuvantes	12
2.1.3	Aditivos	12
2.2	Ricino.....	13
2.2.1	Clasificación Taxonómica.....	13
2.2.2	Morfología de la Planta.....	14
2.2.3	Fruto de ricino	15

2.2.4	Semilla.....	15
2.2.5	Toxicidad.....	16
2.3	Aceite de ricino	16
2.4	Producción de aceite de ricino en Ecuador	17
2.5	Transesterificación	18
2.6	Sulfonación	19
2.6.1	Metilésteres sulfonados (MES)	19
2.7	Biodegradabilidad	20
2.8	Diseño de experimentos	21
2.8.1	Metodología de superficie de Respuesta	21
2.8.2	Diseño de Box-Behnken.....	22

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE DESARROLLO DEL PROYECTO

3.1	Equipos, materiales y reactivos.....	24
3.1.1	Equipos	24
3.1.2	Materia prima	24
3.1.3	Materiales	24
3.1.4	Reactivos	25

3.2	Caracterización del aceite de ricino.	26
3.2.1	Análisis químico.....	26
3.2.2	Índice de saponificación.....	27
3.3	Producción del detergente biodegradable a partir del aceite de ricino.	28
3.3.1	Obtención de éster metílico de aceite de ricino (RAME).	28
3.3.2	Diseño experimental para la síntesis tensoactivo de aceite de ricino.....	32
3.3.3	Síntesis del tensoactivo biodegradable.....	34
3.3.4	Formulación del detergente biodegradable para uso general.	37
3.4	Análisis químico.	39
3.4.1	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).	39
3.5	Pruebas físico-químico.....	40
3.5.1	Determinación de pH.....	40
3.5.2	Estabilidad en agua dura.....	41
3.5.3	Determinación de alcalinidad libre.....	44
3.5.4	Determinación de la materia insoluble en agua.....	46
3.5.5	Pruebas de espuma	48
3.5.6	Prueba de desempeño	49
3.5.7	Prueba de biodegradabilidad	50

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1	Materia prima.....	51
4.1.1	Caracterización del aceite de ricino mediante espectrofotometría de infrarrojo con transformada de Fourier	51
4.1.2	Índice de Saponificación	54
4.2	Éster metílico de aceite de ricino	55
4.2.1	Rendimiento	55
4.2.2	Caracterización del éster metílico de aceite de ricino (RAME) obtenido por análisis de espectrofotometría vibracional FT- IR.....	56
4.3	Producción del Tensioactivo a partir del éster metílico de aceite de ricino.....	58
4.3.1	Estudio preliminar	60
4.3.2	Análisis estadístico	60
4.3.3	Análisis de los efectos estandarizados.....	62
4.3.4	Análisis de la superficie de respuesta.....	64
4.3.5	Optimización de las condiciones para la producción del tensioactivo.	66
4.3.6	Caracterización del Tensioactivo obtenido por análisis de espectrofotometría vibracional FT- IR.....	67
4.4	Pruebas físico químicas.....	68

4.4.1	Tensoactivo de aceite de ricino	68
4.4.2	Detergente de uso doméstico biodegradable	72

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1	Conclusiones	78
5.2	Recomendaciones.....	79

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS81

ANEXOS88

ANEXO A. Espectros FTIR de la muestra de Aceite de ricino_Éster metílico_Tensoactivo

ANEXO B. Resultados de la prueba de biodegradabilidad de EcuChemLab Cia. Ltda.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Estructuras de tensoactivos aniónicos	9
Figura 2 Estructuras de tensoactivos catiónicos.....	10
Figura 3 Estructuras de tensoactivos no iónicos.	11
Figura 4 Estructuras de tensoactivos Zwitteriónicos.....	12
Figura 5 Morfología de la planta de ricino.....	15
Figura 6 Estructura de MES donde R es la cadena alifática C12-C18, (a)Neutralizada, (b)Ácida, (c)Disal	20
Figura 7 Gráfica de contorno de una superficie de respuesta.	21
Figura 8 (a) El cubo para BBD y tres diseños factoriales interconectados, (b) Una figura de tres diseños factoriales interconectados y un punto central.....	22
Figura 9 Espectrofotómetro infrarrojo de transformada de Fourier (PerkinElmer – SpectrumTwo).....	27
Figura 10 Sistema de calefacción.....	28
Figura 11 Separación de éster metílico y glicerina.	29
Figura 12 Lavado de éster metílico.....	30
Figura 13 Éster metílico de aceite de ricino.....	31
Figura 14 Elaboración de tensoactivo a partir de éster metílico de aceite de ricino.	35
Figura 15 Tensoactivos obtenidos en el diseño experimental.....	36
Figura 16 Tensoactivos secos.....	37
Figura 17 Elaboración de detergente líquido formulado.....	38
Figura 18 Detergente líquido formulado. (a) Carboximetilcelulosa. (b) Sal.	39

Figura 19 Determinación de pH del tensoactivo.....	40
Figura 20 Determinación del pH del detergente líquido a) A. b) B. c) C.	41
Figura 21 Preparación de las muestras de la solución de prueba más agua dura S1.....	42
Figura 22 Reposo de las muestras en baño María a 21 °C.	42
Figura 23 Preparación de la muestra con a) Detergente A, b) Detergente B, c) Detergente C.	45
Figura 24 Sistema de filtrado con succión.	47
Figura 25 Pruebas de espuma.....	48
Figura 26 Telas de algodón y poliéster 10x11cm manchadas.....	49
Figura 27 Espectro FTIR de la muestra de aceite de Ricino.	51
Figura 28 Espectros comparativos del aceite de ricino y la referencia del software Spectrum. ...	54
Figura 29 Espectro FTIR de la muestra de Éster metílico de aceite de Ricino.	58
Figura 30 Reacción para la producción de Tensoactivo	58
Figura 31 Diagrama de Pareto estandarizada para el rendimiento.....	63
Figura 32 Grafica de efectos principales para el rendimiento.....	64
Figura 33 Superficie de respuesta estimada Temperatura vs. NaOH.....	65
Figura 34 Superficie de respuesta estimada Temperatura vr.H2SO4.	65
Figura 35 Superficie de respuesta estimada NaOH vs. H2SO4.	66
Figura 36 Espectro FTIR de la muestra de tensoactivo del tratamiento 7.	68
Figura 37 Telas lavadas con los detergentes: Referencia, A, B, C.	76

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1	<i>Clasificación Taxonómica de la planta de ricino.</i>	13
Tabla 2	<i>Peso de aceite de ricino previo a la obtención de esteres etílicos</i>	31
Tabla 3	<i>Niveles de tratamiento para las variables independientes</i>	33
Tabla 4	<i>Diseño experimental Box-Behnken para la producción del detergente.</i>	33
Tabla 5	<i>Formulación de detergente biodegradable</i>	37
Tabla 6	<i>Rango numérico de acuerdo a la apariencia del líquido.</i>	43
Tabla 7	<i>Estabilidad media</i>	43
Tabla 8	<i>Estabilidad diferenciada</i>	44
Tabla 9	<i>Datos de ensayo.</i>	50
Tabla 10	<i>Picos característicos del aceite de ricino</i>	52
Tabla 11	<i>Valores de índice de saponificación</i>	55
Tabla 12	<i>Rendimiento del éster metílico de aceite de ricino</i>	56
Tabla 13	<i>Análisis estadístico para el rendimiento de RAME</i>	56
Tabla 14	<i>Picos característicos del éster metílico de aceite de ricino.</i>	57
Tabla 15	<i>Determinación del rendimiento de tensoactivo.</i>	59
Tabla 16	<i>Niveles de tratamiento para las variables independientes en el estudio preliminar.</i>	60
Tabla 17	<i>Análisis de varianza (ANOVA) para el rendimiento.</i>	61
Tabla 18	<i>Picos característicos del tensoactivo.</i>	67
Tabla 19	<i>Valores de pH para cada tensoactivo del diseño de experimentos.</i>	69
Tabla 20	<i>Valoración para cada solución de ensayo.</i>	70
Tabla 21	<i>Resultados de estabilidad media.</i>	71

Tabla 22 <i>Resultados de estabilidad parcial.</i>	71
Tabla 23 <i>Valores de pH para cada formulación del detergente líquido.</i>	72
Tabla 24 <i>Alcalinidad libre para cada formulación del detergente líquido.</i>	73
Tabla 25 <i>Materia insoluble en agua para cada formulación del detergente líquido.</i>	74
Tabla 26 <i>Nivel de espuma para detergentes de referencia y formulados.</i>	75
Tabla 27 <i>Evaluación de desempeño de los detergentes.</i>	76
Tabla 28 <i>Resultado de la prueba de biodegradabilidad.</i>	77

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1 <i>Rendimiento de éster metílico.</i>	32
Ecuación 2 <i>Alcalinidad libre</i>	45
Ecuación 3 <i>Materia insoluble en agua.</i>	47
Ecuación 4 <i>Modelo cuadrático para la producción de tensoactivo.</i>	62

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

RAME. Éster metílico de aceite de ricino.

AL. Alcalinidad libre, en porcentaje de masa.

IA. Materia insoluble en agua.

RESUMEN

Se preparó un detergente para uso general a partir de aceite de ricino mediante una reacción de transesterificación con metanol en presencia de hidróxido de potasio, para así obtener un éster metílico del aceite de ricino, y una posterior reacción con hidróxido de sodio a alta concentración, seguido de una sulfonación con ácido sulfúrico concentrado. Se determinaron las condiciones óptimas para el proceso por medio de un diseño experimental de superficie de respuesta de tipo Box-Behnken. Las variables independientes para la producción del tensoactivo fueron: temperatura, concentración de hidróxido de sodio y cantidad de ácido sulfúrico, siendo las mejores las de 38,96 °C, 10 M y 12,5 ml, respectivamente, llegándose a obtener un rendimiento del 77,54%. La caracterización del éster metílico de aceite de ricino y del tensoactivo se realizó mediante Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) donde se identificó los principales grupos funcionales. Finalmente, con el tensoactivo obtenido se prepararon tres formulaciones de detergente para uso general, variando la concentración del tensoactivo (A: 5%, B: 10%, C: 15%). Las pruebas físico químicas y de biodegradabilidad revelaron que se obtuvo un detergente de origen natural y biodegradable apto para su uso general, resultado que brinda una alternativa viable a detergentes convencionales de origen fósil.

PALABRAS CLAVE:

- **ACEITE DE RICINO**
- **TENSOACTIVOS ANIÓNICOS**
- **DETERGENTES BIODEGRADABLES**

ABSTRACT

A general purpose detergent was prepared from castor oil by transesterification reaction with methanol in presence of potassium hydroxide, in order to obtain methyl ester of castor oil and a subsequent reaction with high sodium hydroxide concentration followed by a sulfonation with concentrated sulfuric acid. The optimal conditions for the process were determined by means of an experimental response surface design of Box-Benken type. The independent variables for the surfactant production were: temperature, sodium hydroxide concentration and sulfuric acid amount, where the best were 38,96 °C, 10 M and 12,5 ml, respectively, obtaining a yield of 77,54%. The methyl ester castor oil characterization and surfactant characterization were performed using Infrared Spectrophotometry with Fourier Transformation (FTIR) where the main functional groups were identified. Finally, with the surfactant obtained, three general purpose detergent formulations were prepared changing the surfactant concentration (A: 5%, B: 10%, C: 15%). Physicochemical and biodegradability testes revealed that a detergent of natural and biodegradable origin suitable for general use was obtained, result that provides a viable alternative to fossil origin traditional detergents.

KEYWORDS:

- **CASTOR OIL**
- **ANIONIC SURFACTANT**
- **BIODEGRADABLE DETERGENT**

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 Introducción

El ricino (*Ricinus communis* L.) perteneciente a la familia Euphorbiaceae, es originaria del continente africano y se encuentra distribuida alrededor de todo el mundo en climas cálidos y templados. La planta de ricino crece en estado silvestre, y se estima que en sus lugares de origen supera la altura de 10m (Cabrales, Marrugo, & Castro, 2014). Debido a que es una planta silvestre, el ricino se encuentra en diversos lugares como quebradas y terrenos baldíos; sin embargo, en Ecuador su cultivo se centra en la zona de la costa ecuatoriana, específicamente en el cantón de Manabí, con un cultivo aproximado de 5000 hectáreas y con tendencia creciente (Lombeida, 2015).

El principal producto del ricino es el aceite de ricino extraído de la semilla. Se conoce que el porcentaje de aceite presente en la semilla es aproximadamente de 48.6% de aceite crudo (Cabrales et al., 2014). Las características principales del aceite de ricino se basan en su color, olor y viscosidad; y en comparación con otros tipos de aceites, este se diferencia por no ser comestible; esto focaliza al aceite de ricino como fuente principal de materia prima para su conversión en detergentes de uso general biodegradables.

Los tensoactivos presentes en detergentes biodegradables se caracterizan porque a condiciones naturales se descomponen en corto tiempo; es decir, son fácilmente eliminados por acción de microorganismos presentes en el ambiente, evitando de esta manera la contaminación de lagos, ríos y mares (CANIPEC, 2019).

El consumo de detergente tanto doméstico como a nivel industrial es de 16268,783 kg/año (Secretaría de Ambiente Municipio de Quito, 2014) y según la Secretaría Nacional (SENAMI) tan solo el 12% del agua recibe tratamiento previo en la descarga de quebradas y ríos (Quinga, 2017). El contenido de detergentes en el agua sin ningún tipo de tratamiento ocasiona problemas ambientales, ya que, en elevados porcentajes, favorecen a la proliferación de las algas marinas, las mismas que consumen un alto porcentaje de oxígeno y causan en ocasiones la extensión de la vida marina. Esto, evidencia el problema ambiental que puede desarrollar el uso de detergentes no biodegradables, e incluso en algunos países como Alemania, Noruega, Italia, Australia, etc.; se ha prohibido el uso y fabricación de detergentes con fosfatados que actúan como nutrientes para las algas (Bellver, 2016).

La alternativa sería el uso de detergentes ecológicos, lo que contribuirá con el medio ambiente prolongando la vida marina. La síntesis del aceite de ricino en detergentes biodegradables de uso doméstico es viable mediante la producción de éster metílico en una reacción de transesterificación catalítica, posteriormente se realiza la conversión de éster metílico de aceite de ricino a tensoactivo y por último se procede a la formulación de detergente líquido con componentes naturales.

En general, el uso de recursos naturales para la producción de derivados biodegradables es de vital importancia, ya que de esta forma se aprovecha los recursos existentes en el país y se le da un valor agregado. Este es el caso del aceite de ricino que ha sido tomado en cuenta para la producción de un detergente biodegradable que ayude en la conservación de la vida acuática disminuyendo la contaminación ambiental existen en el país.

1.2 Planteamiento del problema

El problema principal se centra en el desaprovechamiento de los recursos naturales existentes en el país. En el Ecuador, actualmente no se explota al 100% el potencial del aceite de ricino, ya que además de su uso en la industria cosmética, este puede tener un valor agregado en la industria de la limpieza, temática que puede generar una fuente de ingresos importantes en el sector económico del país y además contribuye ecológicamente con el ambiente.

El aceite de ricino puede ser aprovechado de forma diferente, y por medio de una serie de síntesis químicas es posible su transformación en un detergente biodegradable, el mismo que tiene un impacto positivo en el tema en auge de la contaminación ambiental. Esto, se debe al alarmante incremento del nivel de toxicidad en el ecosistema acuático debido a las descargas directas en lagos, ríos y mares de aguas residuales no tratadas. Se estima que un determinado porcentaje de estas aguas residuales corresponden a contaminantes asociados con los detergentes inorgánicos provenientes del sector urbano como industrial.

En el marco tanto nacional como internacional el origen de los detergentes disponibles en el mercado son derivados del petróleo y contienen aditivos sintéticos para mejorar su formulación. Su uso indiscriminado afecta a la fauna acuática, pues el impacto de los detergentes en el medio ambiente se presenta de varias formas, una de ellas es la eutrofización provocada por los altos niveles de fosforo procedente de tripolifosfato principal ingrediente sus formulaciones; otro tipo de impacto se lo atribuye al incremento en los niveles de cloro y compuestos organoclorados que tienen carácter toxico y carcinógeno, y finalmente la disminución del oxígeno disuelto que dificulta el proceso de floculación y disminuye la tensión superficial (Uc & Delgado, 2012).

La motivación principal para el desarrollo de esta investigación se encuentra en el uso de los recursos naturales que sustituyan a los derivados del petróleo y se pueda generar un aporte a la fabricación de productos tensoactivos de origen vegetal que ayuden a la sociedad a contribuir con el medio ambiente.

1.3 Justificación e importancia.

Mediante la preocupación por la contaminación ambiental actual y sus alarmantes cifras crecientes, es de mucha importancia realizar un estudio que contribuya con el ambiente para que de alguna manera ayude a disminuir los niveles de contaminación acuática y así no terminar con la vida marina. En la actualidad, el Ecuador no cuenta con un tratamiento previo de aguas residuales, por lo que las aguas contaminadas con detergentes derivados del petróleo desembocan directamente en lagos, ríos y mares.

La presente investigación tiene como objetivo el estudio de la transformación del aceite de ricino en un detergente líquido biodegradable. Su aplicación tiene directa influencia en la producción de un tensoactivo natural que se elimine por la acción de microorganismos.

El aprovechamiento de los recursos naturales existentes en el país juega un rol importante en la realización de esta investigación, ya que el aceite de ricino proveniente de la semilla de una planta silvestre de gran abundancia, y su uso como materia prima para la producción de detergentes amigables con el medio ambiente ayudaría a la manufactura rural y contribuiría también en el sector socio-económico. Además de lo mencionado anteriormente, el presente estudio aporta con información para la caracterización y transformación del aceite de ricino en un detergente natural, que a la vez satisface lo prescrito en el plan nacional del buen vivir, objetivo once que establece

que: “*Queremos avanzar hacia una economía diferente, en la que la ciencia, la tecnología, la innovación y el conocimiento, nos permitan transitar de una economía de los recursos finitos hacia la apropiación científica, económica e industrial de esos recursos, para alcanzar la economía de recursos infinitos, basados en el fortalecimiento de las capacidades y los conocimientos de la fuente más valiosa que tenemos: la población de nuestro país*” (PLAN NACIONAL BUEN VIVIR 2013)

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo General

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

1.4.2 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.

1.5 Variables dependientes e independientes

1.5.1 Variables Dependientes

Rendimiento de tensoactivo.

1.5.2 Variables Independientes

Temperatura de reacción, concentración de hidróxido de sodio, volumen de ácido sulfúrico.

1.6 Hipótesis

El aceite de ricino es un sustituto potencial a materias primas convencionales de origen petroquímico que se usan en el desarrollo de detergentes.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA.

2.1 Detergentes

Los detergentes son moléculas anfipáticas que pueden solubilizar compuestos hidrófobos presentes en el agua, están formadas por un grupo polar (cabeza) al final de una larga cadena de carbono hidrofóbico (cola). El grupo polar forma enlaces de hidrógeno con moléculas de agua, mientras que las cadenas de hidrocarburos se encargan de las interacciones hidrofóbicas, lo que permite que los detergentes atrapen moléculas hidrofóbicas en forma de micelas, las cuales son solubles en agua (Bhairi & Mohan, 2001).

Por lo tanto son materiales o productos que brindan la función de promover la eliminación o disminución de suciedad orgánica e inorgánica sobre una superficie. La capacidad para realizar dicha función depende de la formulación de un detergente, condiciones de uso, naturaleza de las superficies, naturaleza de la sustancia a eliminar o dispersar. Por consiguiente, la formulación del detergente es un proceso complejo que depende de las necesidades de uso específicas, aspectos económicos y consideraciones ambientales (Showell, 2006).

Los detergentes más comunes se agrupan en las siguientes categorías: detergentes y coadyuvantes de lavandería, detergentes para el lavado de vajilla a mano y a máquina, productos de limpieza para el hogar, productos de limpieza personal, y es necesario señalar que también existen detergentes para aplicaciones industriales. Dentro de estas categorías, los productos se formulan con componentes o compuestos específicos seleccionados de acuerdo a la función

deseada, para cumplir con las necesidades del consumidor, y al tiempo cumplir con las pautas de seguridad humana. Actualmente las materias primas para la formulación de detergentes pueden comprender 20 o más ingredientes, de los cuales los más importantes son las materias activas (surfactante o tensoactivo) y los auxiliares de formulación (Showell, 2006).

2.1.1 Tensoactivos o surfactantes

Son moléculas que poseen una fracción polar y una no polar. Tienen alta afinidad por las interfaces, y su característica principal es reducir la tensión superficial de fluidos como el agua. Son capaces de llevar a cabo funciones como solubilizar, emulsificar, aflojar, dispersar y suspender suciedad de naturaleza orgánica. De acuerdo con lo mencionado, los tensoactivos se clasifican en: aniónicos, catiónicos, no iónicos y zwitteriónicos (Pereira, 2012).

- **Aniónicos:** contienen una carga negativa en su extremo hidrofílico, motivo por el cual funcionan mejor para eliminar suciedad, arcilla y manchas aceitosas, además tienden a generar niveles mucho más elevados de espuma que otro tipo de tensoactivos. Los principales contraiones son sodio, potasio, litio, amonio y alquilamonio. En la Figura 1 se pueden observar algunas de las estructuras más comunes de tensoactivos aniónicos.

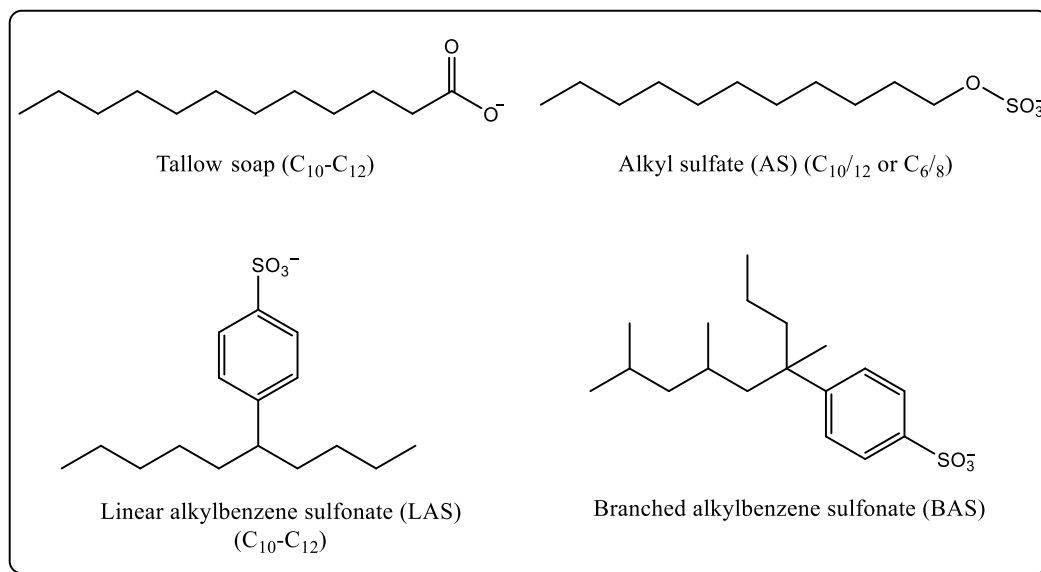


Figura 1. Estructuras de tensoactivos aniónicos

Fuente: (Yu, Zhao, & Bayly, 2008)

En la actualidad los alquilbencenosulfonatos lineales (LAS) son los más utilizados en el mercado, reemplazando a los alquilbencenosulfonatos (ABS) por su bajo costo y facilidad para degradarse (Yu et al., 2008).

- **Catiónico:** en su mayoría los tensoactivos catiónicos usados para la formulación de detergentes se basan en el átomo de nitrógeno que lleva carga positiva y por lo general el anión solubilizante de preferencia es un haluro o un ion metosulfato (Yu et al., 2008). Los principales tipos de estructuras de estos tensoactivos se indican en la *Figura 2*.

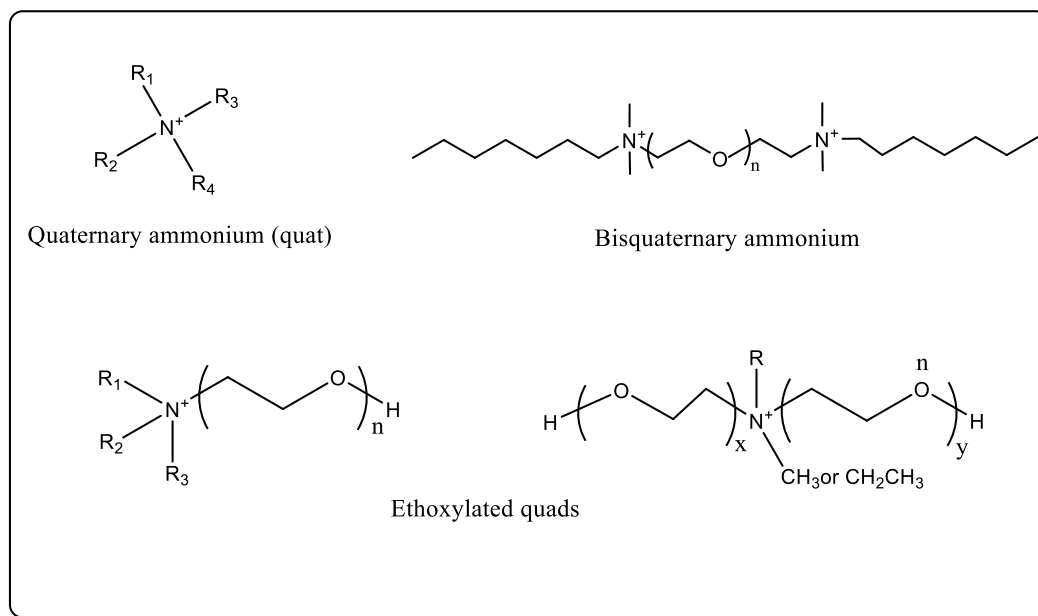


Figura 2. Estructuras de tensoactivos catiónicos.

Fuente: (Yu et al., 2008)

Los tensoactivos catiónicos son hidrolíticamente estables y muestran una mayor toxicidad acuática en comparación con otro tipo de tensoactivos. Actualmente los quats de éster se han usado para reemplazar los quats de dialquilo como agentes suavizantes de textiles, puesto que son más amigables con el ambiente (Yu et al., 2008).

- **No iónicos:** tienen grupos de cabeza polar sin carga y relativamente no son tóxicos. En general, su solubilidad no es tan buena como la solubilidad de los tensoactivos iónicos, pero no cambian el pH de la solución. Los tensoactivos no iónicos son importantes para la biología celular, debido a que son suaves y no interfieren en la interacción proteína / proteína, y a la vez pueden disolver compuestos no polares (Rapp, 2017). En la *Figura 3* se ilustran algunos tensoactivos no iónicos comúnmente encontrados.

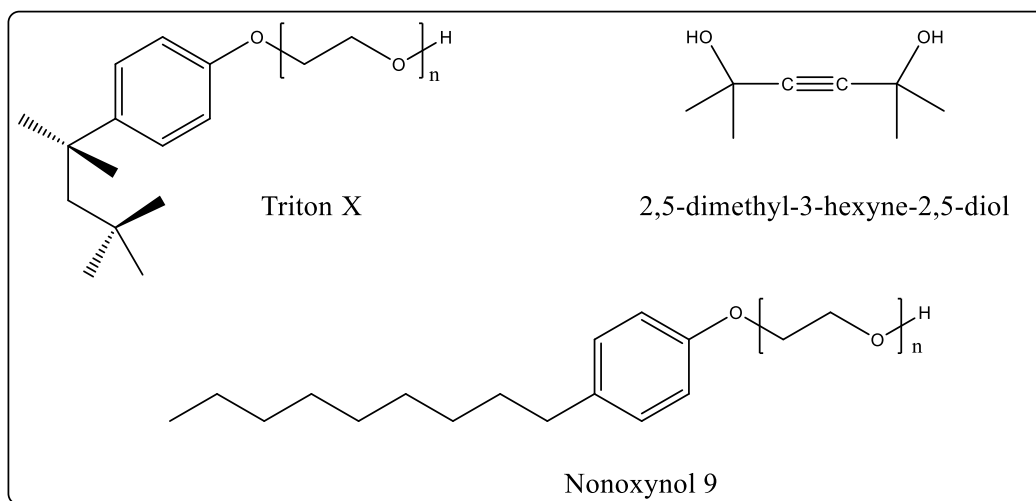


Figura 3. Estructuras de tensoactivos no iónicos.

Fuente: (Rapp, 2017)

- **Zwitteriónicos:** también llamados anfóteros, transportan tanto una carga positiva como una carga negativa, y estas pueden ser permanentes o dependientes del valor de pH. A menudo la parte catiónica pertenece a un catión de amina o de amonio cuaternario, mientras que la parte aniónica es un ácido carboxílico, sulfúrico o fosfórico (Rapp, 2017). En la *Figura 4* se ilustran algunos ejemplos de este tipo de tensoactivo.

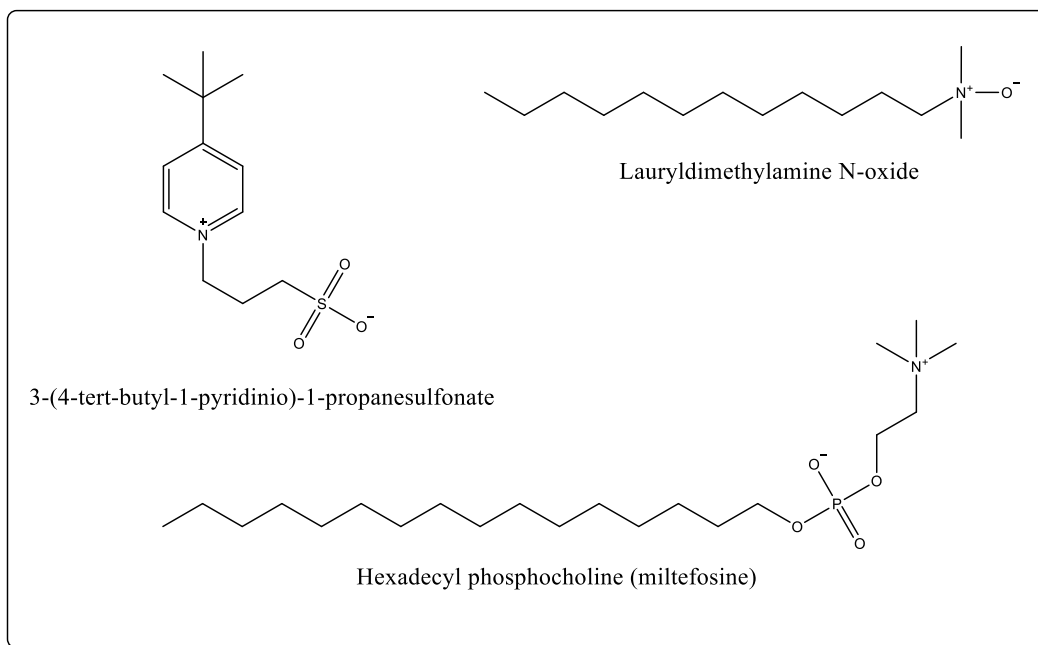


Figura 4. Estructuras de tensoactivos Zwitteriónicos.

Fuente: (Rapp, 2017)

2.1.2 Coadyuvantes

Son compuestos o sustancias que refuerzan y/o mantienen la acción detergente, añaden propiedades particulares a los componentes de una formulación, además ejercen diferentes funciones, como: polifosfatos, silicatos, citratos, zeolitas, carbonatos, EDTA, etc (Gil, 2011).

2.1.3 Aditivos

Son compuestos suplementarios que proporcionan propiedades ajenas a la acción detergente, suelen añadirse en pequeñas cantidades a las formulaciones de detergentes. Algunos de los aditivos más utilizados son: blanqueadores, perborato, inhibidores de corrosión, enzimas, suavizantes, perfumes, colorantes, etc (Gil, 2011).

2.2 Ricino

La planta de ricino (*Ricinus communis L.*) de la familia Euphorbiaceae es conocida por varios nombres como ricino, higuera, tártago, mamona, mamoneira, higuera del diablo, castor y castor oil plant. Grandes cantidades de esta planta crecen en estado silvestre en países tropicales y subtropicales, ya que tolera condiciones climáticas variables por este motivo su costo es bajo en el mercado (Cabrales et al., 2014).

2.2.1 Clasificación Taxonómica

Tabla 1

Clasificación Taxonómica de la planta de ricino.

Clasificación Taxonómica	
Reino	Plantae
Subreino	Traqueubionta (Plantas vasculares)
Superdivisión	Spermatophyta (Plantas con semilla)
División	Magnoliophyta (Plantas con flores)
Clase	Magnoliopsida (Dicotiledóneas)
Subclase	Rosidae
Super orden	Rosidas
Orden	Euphorbiales
Familia	Euphorbiaceae
Subfamilia	Acalyphoideae
Tribu	Acalypheae

CONTINÚA



Subtribu	Ricininae
Género	Ricinus
Especie	Ricinus Communis
Nombre científico	Ricinus communis L. Ricinus en latino significa garrapata haciendo referencia a la forma de la semilla.

2.2.2 Morfología de la Planta

El ricino es un arbusto perenne que se puede desarrollar a menudo en árboles de alrededor de 7 m, hasta plantas enanas de ciclo corto. La planta puede presentar variaciones de color del follaje y del tallo, sus hábitos de crecimiento, tamaño de la semilla y contenido de aceite. De acuerdo al tamaño estas plantas se clasifican en enanas menores a 1,8 m, medianas entre 1,8 y 2,5 m y altas mayores a 2,5 m pudiendo llegar hasta 10 m de altura y con ciclos de hasta 10 años en condiciones ambientales idóneas, especialmente de temperatura y disponibilidad de agua (Cabrales et al., 2014).



Figura 5. Morfología de la planta de ricino.

Fuente: (Cabrales et al., 2014).

2.2.3 Fruto de ricino

Cada fruto con capsula tricarpetal contiene una semilla por carpelo; su forma puede ser esférica o alargada, dehiscente o indehiscente, lisa o con espinas denominadas acúleos. Se encuentran distribuidas en racimos esféricos, cónicos o cilíndricos de longitud variable, en función de las condiciones ambientales y forma de cultivo (Cabrales et al., 2014).

2.2.4 Semilla

Su forma es oval, muy pocas veces esférica o alargada, presentan una longitud de 8 a 3 cm, ancho de 0,5 a 1,5 cm y espesor de 0,4 a 1,0 cm. Está cubierta por un tegumento duro y quebradizo, el cual contiene una capa fina que envuelve un albumen blanco, compacto y rico en aceite. Está

constituida por un 25% a 35% de epicarpio y un 65% a 75% de endospermo. En cuanto a su composición química contiene un 5.5% de agua, 48.6% aceite crudo, 17.9 proteína cruda, 12.5% fibra bruta, 2.5 cenizas y 13% carbohidratos. Su principal producto es el aceite extraído de sus semillas, conocido como aceite de ricino o castor oil, el cual tiene diversidad de aplicaciones en la industria química como pinturas, cosméticos, polímeros, y lubricantes (Cabral et al., 2014).

2.2.5 Toxicidad

La ricina purificada es un polvo blanco soluble en agua y estable en un rango de pH 4. Es una de las más potentes y mortales toxinas vegetales, se encuentra presente en todas las partes de la planta; sin embargo, las semillas son particularmente ricas, cuyo contenido varía en un rango de 1% a 5%. Cabe mencionar que las semillas son tóxicas si son ingeridas y solo si la ricina se libera a través de masticación (Cabral et al., 2014).

La toxicidad se debe a la inhibición de la síntesis de proteínas, a mecanismos que incluyen vías de apoptosis, daño directo de la membrana celular, alteración de la estructura y función de la membrana y liberación de mediadores inflamatorios de las citoquinas. Además de la ricina, la aglutinina se encuentra presente, pero a diferencia de la ricina, esta no es directamente citotóxica, pero tiene afinidad por los glóbulos rojos lo cual lleva a aglutinación y la hemólisis posterior (Altamimi & Hegazi, 2008).

2.3 Aceite de ricino

El aceite de ricino se caracteriza por ser viscoso, amarillo pálido, no volátil y no secante, con un sabor suave, un ligero olor característico y en ocasiones utilizado como purgante. Su vida útil es mucho mejor en relación con otros aceites, y únicamente cuando es sometido a valores altos de

temperatura se pone rancio. El mayor exportador mundial de este aceite es la India, siguiéndole otros productores importantes como son China y Brazil (Ogunniyi, 2006).

Aun cuando existe una amplia variedad de semillas de Ricino, está establecido que en promedio, contienen alrededor de 46 a 55% de aceite en peso. El contenido de triglicéridos en el aceite de ricino es de 80% a 90% de ácido ricinoleico (ácido 12-hidroxi-cis-octadec-9-enoico), 3 a 6% de ácido linoleico, 2 a 4% de ácido oleico y 1 a 5% de ácidos grasos saturados. En comparación con otros aceites vegetales comestibles el aceite de ricino evidencia indigestibilidad, alta higroscopicidad, alta solubilidad en alcohol y alta viscosidad debido al ácido ricinoleico y sus derivados presentes (Jeong & Park, 2009).

Es importante mencionar que, el aceite extraído de las semillas no contiene ricina, esto se debe a que en la extracción, esta se queda en la torta como un subproducto tan toxico como las semillas (Escobar & Leiva, 2010).

2.4 Producción de aceite de ricino en Ecuador

En el país el cultivo de la planta de ricino no es común, por lo general crece de forma silvestre adaptándose a terrenos baldíos o quebradas por las condiciones que presentan. Sin embargo, en la provincia de Manabí se cultivan alrededor de 5000 hectáreas de esta planta específicamente en los cantones de Jipijapa, Charapotó, Tosagua, San Vicente, Tosagua, y aún existe el potencial de alcanzar hasta las 20000 hectáreas. Anualmente se pueden obtener 1250 kg de semilla para posteriormente producir de 350 a 650 kg de aceite de ricino (Lombeida, 2015).

2.5 Transesterificación

Es una reacción en la cual los triglicéridos, componentes principales de los aceites vegetales, reaccionan con un alcohol produciendo mono-alquil ésteres de ácidos grasos y como subproducto glicerol. Teniendo en cuenta el costo, el metanol es el más utilizado en comparación con otros alcoholes, de manera que la reacción se denomina metanolisis, por lo general la reacción es promovida por catalizadores ácidos o básicos, siendo los alcalinos lo más utilizados debido a que aceleran el proceso y las condiciones de reacción son más moderadas. La estequiometría consiste en hacer reaccionar 3 mol de metanol y 1 mol de triglicérido para dar 3 mol de éster metílico de ácido graso (FAME) y 1 mol de glicerol (Kiliç, Uzun, Pütün, & Pütün, 2013).

Los principales factores que afectan la síntesis de éster metílico son la relación molar aceite: metanol, el tipo de catalizador ya sea ácido o base, la temperatura de reacción y el contenido de impurezas presentes en el aceites vegetales, generalmente ácidos grasos libres y agua (Lee, Park, & Lee, 2009).

Según estudios, en la reacción de alcoholisis del aceite de ricino la temperatura no afecta significativamente la reacción, porque el aceite de ricino es soluble en metanol a temperatura ambiente. A modo de contraste con otros aceites, los resultados de estos estudios pueden deberse a algunas de las características únicas del aceite de ricino, sobre todo su alta solubilidad en alcohol y su alta viscosidad. El aceite de ricino tiene una viscosidad de aproximadamente 238 cp a 40 °C, siendo diez veces mayor que el de los aceites y grasas vegetales convencionales (Jeong & Park, 2009).

2.6 Sulfonación

Es un proceso en el cual reaccionan, un sustrato orgánico el cual tiene un átomo de carbono capaz de donar electrones con un agente sulfonante como trióxido de azufre, ácido sulfúrico o sulfámico, dando como resultado un sulfonato (Díaz, Sánchez, & Torres, 2008).

Consiste en una reacción química electrofílica, en la cual el grupo sulfonato $-\text{SO}_3\text{H}$ se une a una molécula con capacidad de donar electrones, creando un centro electrofílico en el azufre. Esta reacción se caracteriza por la introducción del grupo $-\text{SO}_3\text{H}$ a una molécula orgánica formando el enlace C-S. Algunos de los compuestos que se pueden sulfonar son: olefinas, fenoles y amidas. Por otro lado, la sulfatación incorpora moléculas de $-\text{SO}_3\text{H}$ a un átomo de oxígeno en una molécula orgánica, formando enlaces C-O-S y el grupo sulfato. Los sulfatos ácidos son fácilmente hidrolizados por lo cual es necesaria una inmediata neutralización después de la formación del grupo sulfato. Los procesos de sulfonación y sulfatación son aplicados en la industria para obtener una amplia variedad de productos que van desde tintes hasta pesticidas; sin embargo, su mayor campo de aplicación está en la producción de tensoactivos aniónicos los cuales son la materia prima para la producción de detergentes (Torres, 2010).

2.6.1 Metilésteres sulfonados (MES)

Son surfactantes aniónicos, producidos a partir de la reacción de sulfonación de ésteres metílicos de ácidos grasos. Su composición química comprende carboxilatos grasos sulfonados en posición alfa con respecto a un grupo alquilo, un grupo carbonilo y a un catión orgánico o inorgánico unido al grupo sulfónico (Torres, Palacios, Rincón, & Castellanos, 2009). En general, este tipo de compuestos son representados por las estructuras que se muestran en la figura siguiente.

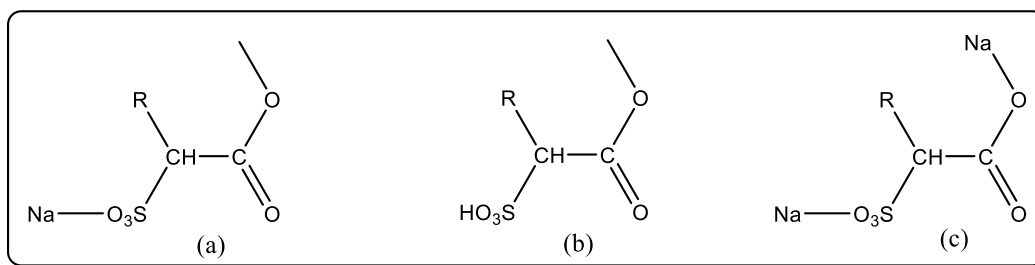


Figura 6. Estructura de MES donde R es la cadena alifática $C_{12} - C_{18}$, (a) Neutralizada, (b) Ácida, (c) Disal

Fuente:(Torres et al., 2009)

Generalmente la neutralización se realiza con sodio; sin embargo, pueden utilizarse otros iones metálicos monovalentes como el potasio confiriendo a la molécula propiedades de solubilidad.

2.7 Biodegradabilidad

En el comportamiento de sustancias o productos químicos la biodegradabilidad es un parámetro deseable principalmente en aquellos que se liberan en grandes cantidades al ambiente, algunos ejemplos de estos productos son pesticidas, detergentes, plásticos, etc. La biodegradación consiste en un proceso en la cual los microorganismos modifican las propiedades de compuestos orgánicos, a menudo convirtiéndolos en compuestos menos tóxicos, debido a que pierden sus propiedades originales y a nivel químico las moléculas toman formas más simples y estables. Cuando el compuesto sufre alteraciones estructurales simples se denomina biodegradación primaria, por otro lado si implica una conversión a productos inorgánicos de bajo peso molecular se denomina biodegradación última o mineralización (Vázquez & Beltrán, 2004).

2.8 Diseño de experimentos

2.8.1 Metodología de superficie de Respuesta

Es una recopilación de técnicas estadísticas y matemáticas útiles en el modelado y el análisis de problemas en los que una respuesta de interés está influenciada por diversas variables y cuyo objetivo es optimizar dicha respuesta. En caso de que la respuesta se encuentre bien modelada por una función lineal, la función de aproximación es un polinomio de primer orden. Para el caso en que exista una curvatura en el sistema es necesario aplicar un polinomio de orden superior (Montgomery, 2004).

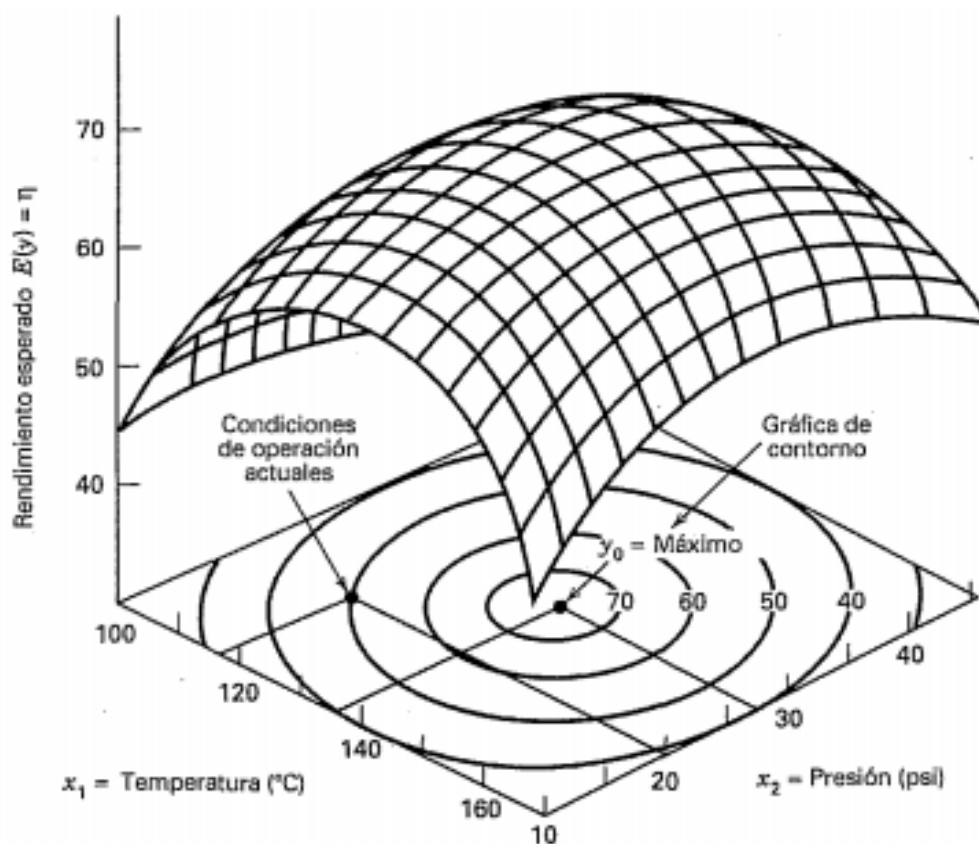


Figura 7. Gráfica de contorno de una superficie de respuesta.

Fuente: (Montgomery, (2004).

2.8.2 Diseño de Box-Behnken

Los diseños Box-Behnken consisten en un diseño cuadrático ya que no poseen un diseño fraccional incorporado, son diseños de segundo orden giratorios o casi giratorios basados en diseños factoriales incompletos de tres niveles por cada factor, en los puntos medios de los bordes se encuentran las combinaciones de los tratamientos y a diferencia de los diseños centrales compuestos tienen una capacidad limitada para el bloqueo ortogonal (Ferreira et al., 2007). Su representación gráfica para tres factores se puede ver de la siguiente forma:

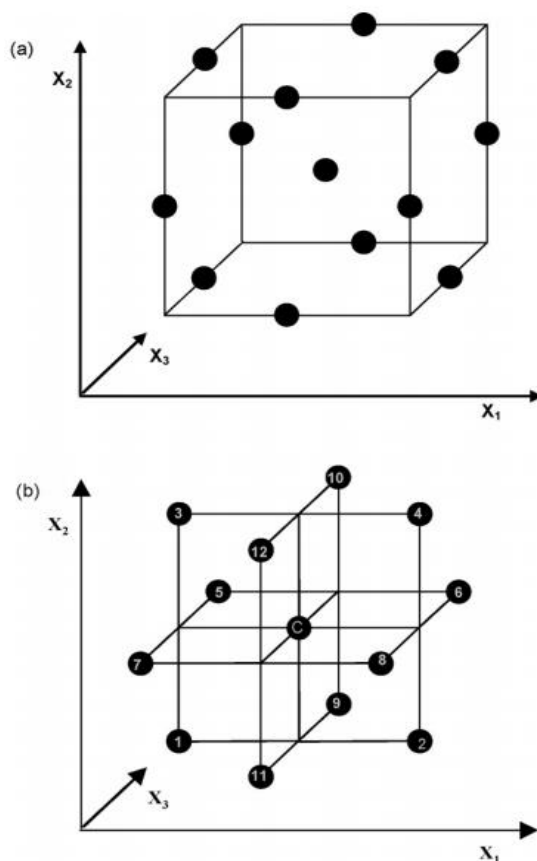


Figura 8. (a) El cubo para BBD y tres diseños factoriales interconectados (b). Una figura de tres diseños factoriales interconectados y un punto central.

Fuente:(Ferreira et al., 2007)

El diseño Box-Behnken permite: la estimación de los parámetros del modelo cuadrático, la construcción de diseños secuenciales, la detección de falta de ajuste del modelo y uso de bloques (Ferreira et al., 2007).

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE DESARROLLO DEL PROYECTO.

3.1 Equipos, materiales y reactivos.

El presente trabajo de investigación se realizó en el laboratorio de Petroquímica de la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE- Latacunga, la lista a continuación detalla los equipos, materiales y reactivos que fueron necesarios para la elaboración de este trabajo de titulación:

3.1.1 Equipos

- Balanza de Analítica - Boeco - Modelo BPS 51 plus, Máx. 4500 g.
- Balanza de Precisión - Satorius - Modelo ENTRIS124-1S.
- Baño María Boeco - Modelo PWB-8
- Calentador con agitador magnético – Boeco – Modelo MSH-420.
- Estufa – ESCO – Modelo Isotherm OFA.
- Espectrómetro infrarrojo FT-IR – PerkinElmer – Spectrum Two.
- pHmetro de mesa Boeco modelo BT-675
- Sorbona

3.1.2 Materia prima

- Aceite de ricino

3.1.3 Materiales

- Pipetas graduadas 5 ml, 10 ml.
- Pipetas volumétricas de 15, 25 ml.

- Probetas de 10 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml.
- Bureta de 25 ml.
- Matraz Erlenmeyer 250 ml, 500 ml.
- Agitador magnético de 6x25, 8x40, 10x60 mm.
- Balón aforado de 100 ml, 250 ml.
- Varilla de agitación.
- Vasos de precipitación de 25 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml.
- Refrigerante serpentín.
- Termómetro de mercurio desde -10°C hasta 110°C .
- Pinzas, espátula y soporte universal.
- Pera de succión.
- Embudo de separación graduado 250 ml y 500 ml.
- Espátula pequeña mango de madera.
- Anillos para sujeción pequeños y medianos.
- Papel pH.
- Papel parafilm.
- Picetas plásticas 500 ml.
- Matraz de vidrio de fondo redondo 3 bocas 500 ml
- Micropipeta de 0,5 – 5 ml

3.1.4 Reactivos

Merck®

- Ácido clorhídrico 37%
- Hidróxido de potasio 85% - CAS-No: 1310-58-3
- Hidróxido de sodio 99% - CAS-No: 1310-73-2
- Etanol absoluto - CAS-No: 64-17-5
- Metanol absoluto - CAS-No: 67-56-1
- Ácido sulfúrico - CAS-No: 7664-93-9
- Fenolftaleína.
- Naranja de metilo
- Alcohol etílico
- Ácido cítrico
- Cloruro de calcio (II)
- Agua destilada.

3.2 Caracterización del aceite de ricino.

3.2.1 Análisis químico.

Para realizar un análisis cualitativo de los grupos funcionales presentes en el aceite de ricino, se utilizó un espectrofotómetro infrarrojo de transformada de Fourier (PerkinElmer – Spectrum Two) como se indica en la *Figura 9*. Los espectros FT-IR fueron registrados en la región infrarrojo con longitud de onda de 4000-600 cm^{-1} a condiciones ambientales, con reflexión total atenuada (ATR), línea base y normalización 10%. En el procesamiento de los espectros se utilizó el software Spectrum.



Figura 9. Espectrofotómetro infrarrojo de transformada de Fourier (PerkinElmer – Spectrum Two)

3.2.2 Índice de saponificación.

El índice de saponificación se obtuvo en base a la norma NTE INEN-ISO 3657, (2013) “Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de saponificación (IDT)”, mediante el proceso que se describe a continuación:

- Se pesó 2 gramos de aceite de ricino en un balón de 100 ml y se agregó 25 ml de solución etanólica de hidróxido de potasio 0,5M con un agitador magnético. Se conectó al matraz al refrigerante de reflujo, y se hizo hervir la mezcla a baño María con agitación constante durante 60 min. Se añadió a la solución caliente 1 ml de fenolftaleína y se valoró con ácido clorhídrico 0,5M justo hasta que desaparezca el color rosado del indicador. El procedimiento se realizó por duplicado
- El análisis se realizó con un blanco siguiendo el mismo procedimiento descrito.

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

3.3.1 Obtención de éster metílico de aceite de ricino (RAME).

La producción de éster metílico de aceite de ricino se llevó a cabo mediante una reacción de transesterificación catalítica según el procedimiento descrito por Jeong & Park,(2009), el proceso se detalla a continuación:

- Se preparó el sistema de calefacción como se indica en la *Figura 10*.
- En el matraz de vidrio de fondo redondo 3 bocas de 500 ml se agregó aceite de ricino.
- Se disolvió el 1 % (en peso de aceite) de hidróxido de potasio en metanol con una relación molar metanol: aceite 8,24:1.



Figura 10. Sistema de calefacción.

- Se calentó el aceite a 35°C con agitación constante, una vez alcanzada la temperatura indicada se agregó la solución de metóxido de potasio y se dejó reaccionar durante 40 min.
- Una vez terminada la reacción se apagó el sistema y se colocó el producto en un embudo de separación durante 24 horas, donde se separó en dos fases, éster metílico de aceite de ricino en la parte superior y glicerina en la parte inferior. Se extrajo la glicerina cuidadosamente y se almaceno.



Figura 11. Separación de éster metílico y glicerina.

- Se lavó el éster metílico colocando la mitad de agua destilada a 50°C con agitación constante durante 5 minutos y se dejó reposar durante 24 horas, se repitió este proceso hasta obtener un producto con pH neutro. Por último se secó el éster metílico con sulfato de sodio previamente secado a 105 °C.



Figura 12. Lavado de éster metílico

- Finalmente se almaceno el éster etílico de aceite de ricino en una botella de vidrio ámbar.



Figura 13. Éster metílico de aceite de ricino.

El proceso anteriormente descrito tuvo cinco réplicas idénticas, sin variación en ningún parámetro del proceso.

Para evaluar el porcentaje real de éster metílico formado a partir de aceite de ricino, la Tabla 2 indica la cantidad inicial de aceite de ricino utilizado para cada una de las cinco réplicas.

Tabla 2

Peso de aceite de ricino utilizado en la síntesis de éster metílico.

Aceite de ricino (g)	
1	100,40

CONTINÚA



2	100,06
3	100,18
4	100,20
5	100,27

El rendimiento de los metil ésteres obtenidos se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Rendimiento \%} = \frac{m_{\text{éster metílico}}}{m_{\text{aceite}}} \times 100$$

Ecuación 1. Rendimiento de éster metílico.

Fuente: (Vera et al., 2018)

3.3.2 Diseño experimental para la síntesis tensoactivo de aceite de ricino.

Para la conversión de éster metílico de aceite de ricino a tensoactivo se estableció un diseño experimental de metodología de respuesta del tipo de Box- Behnken, de esta forma se puede determinar la influencia de factores como la temperatura, concentración de hidróxido de sodio y cantidad de ácido sulfúrico con la variable de respuesta que para el presente estudio es el rendimiento de tensoactivo.

Como se indica en la Tabla 3 los valores de las variables independientes correspondientes a cada factor se expresan en nivel superior (1), central (0) e inferior (-1). Los factores de influencia que optimizan el rendimiento en la producción del tensoactivo son: temperatura (A), Concentración de hidróxido de sodio (B) y cantidad de ácido sulfúrico (C). En el diseño Box- Behnken se establecieron como punto centrales: temperatura 40°C, concentración de hidróxido 7.5 M y

cantidad de ácido sulfúrico 8,75 ml, estos valores fueron establecidos en base a investigaciones previas.

Tabla 3

Niveles de tratamiento de las variables independientes.

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

La matriz de diseño experimental que se indica en la Tabla 4 consta de un boque con 3 corridas centrales y 12 combinaciones diferentes, con un total de 15 corridas, de las cuales se realizaron dos replicas. La matriz fue generada por el software Statgraphics mediante el diseño experimental Box-Behnken.

Tabla 4

Diseño experimental Box-Behnken para la síntesis del tensoactivo.

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

CONTINÚA



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

3.3.3 Síntesis del tensoactivo biodegradable.

La metodología experimental que se llevó a cabo para la producción del tensoactivo siguiendo el diseño experimental presentando en la Tabla 4 se detalla a continuación:

- Se pesó la masa de éster metílico de aceite de ricino y se calentó a la temperatura especificada en cada bloque del diseño de experimentos.
- Se preparó las soluciones de hidróxido de potasio y de ácido sulfúrico dependiendo de los valores del diseño experimental.

- Se añadió 50 ml de hidróxido de sodio a la concentración especificada en el diseño y se agito con una varilla de agitación durante unos minutos.
- A la solución anterior se le adicionó ácido sulfúrico de acuerdo a las cantidades especificadas para cada bloque de experimentación, agitanando contantemente con la varilla de agitación durante unos minutos hasta que finalice la reacción.



Figura 14. Elaboración de tensoactivo a partir de éster metílico de aceite de ricino.

- Una vez concluida la reacción se dejó secar por unos 3 días.

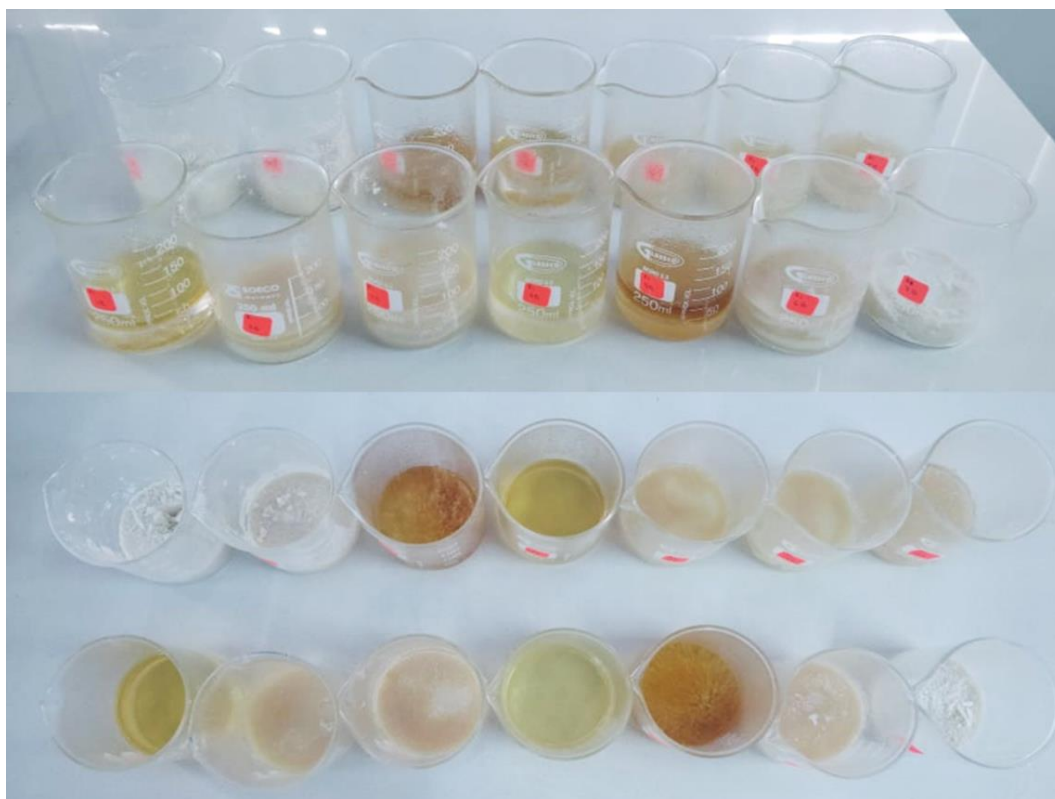


Figura 15. Tensoactivos obtenidos en el diseño experimental.

- Una vez seco, se pesó la cantidad de tensoactivo obtenido y se almaceno.



Figura 16. Tensoactivos secos.

3.3.4 Formulación del detergente biodegradable para uso general.

Una vez obtenido el tensoactivo de aceite de ricino como materia prima para la elaboración de un producto de limpieza para uso final, se procedió a preparar una formulación de un detergente líquido biodegradable con componentes naturales, tomando como referencia formulaciones comerciales. Se realizaron pruebas a diferentes concentraciones de tensoactivo natural más aditivos tales como espesantes, protectores de piel, reguladores de pH y perfume como se muestra en la siguiente tabla siguiente.

Tabla 5

Formulación de detergente biodegradable

Componentes	Detergente A	Detergente B	Detergente C
Tensoactivo natural	5%	10%	15%

CONTINÚA



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%

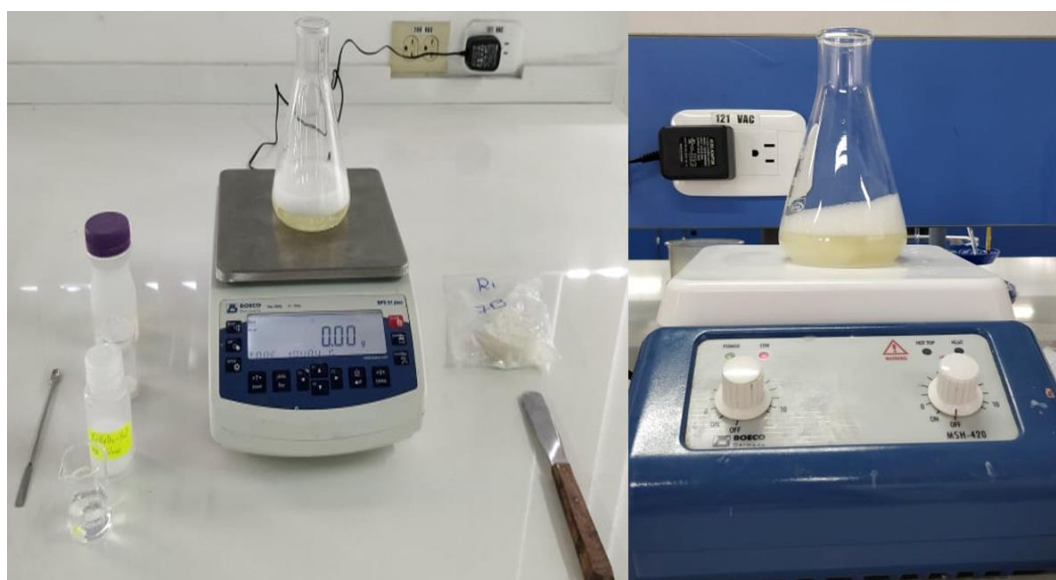


Figura 17. Elaboración de detergente líquido formulado.

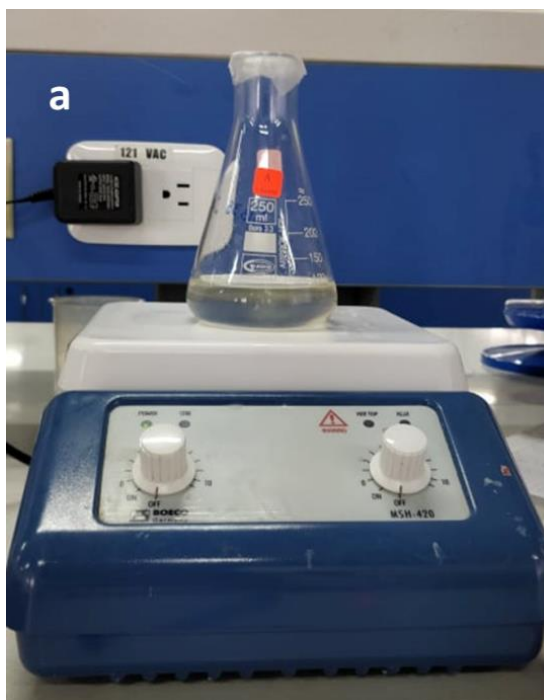


Figura 18. Detergente líquido formulado.

3.4 Análisis químico.

Una vez finalizada la etapa de experimentación en la cual se obtuvo el éster metílico del aceite de ricino y el tensoactivo es necesario realizar una caracterización de los mismos para conocer los resultados.

3.4.1 Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).

El análisis tanto del éster metílico obtenido a partir del aceite de ricino y del tensoactivo de mayor rendimiento, se realizó de la misma manera que en el apartado 3.2.1.

3.5 Pruebas físico-químico.

3.5.1 Determinación de pH.

La determinación del pH del tensoactivo y del detergente formulado se realizó mediante la norma NTE INEN-ISO 4316, (2014), “Determinación del ph de soluciones acuosas, método potenciométrico” con el método descrito a continuación:

- Se preparó una solución de ensayo al 1% y se calibro el pHmetro de mesa Boeco modelo BT-675.
- Se colocó la solución de ensayo en un recipiente de medición, a continuación se introdujeron los electrodos y se comprobó que la lectura del medidor de pH permaneciera estable por más de un minuto, luego se registró su valor. La prueba se realizó por duplicado.



Figura 19. Determinación de pH del tensoactivo.

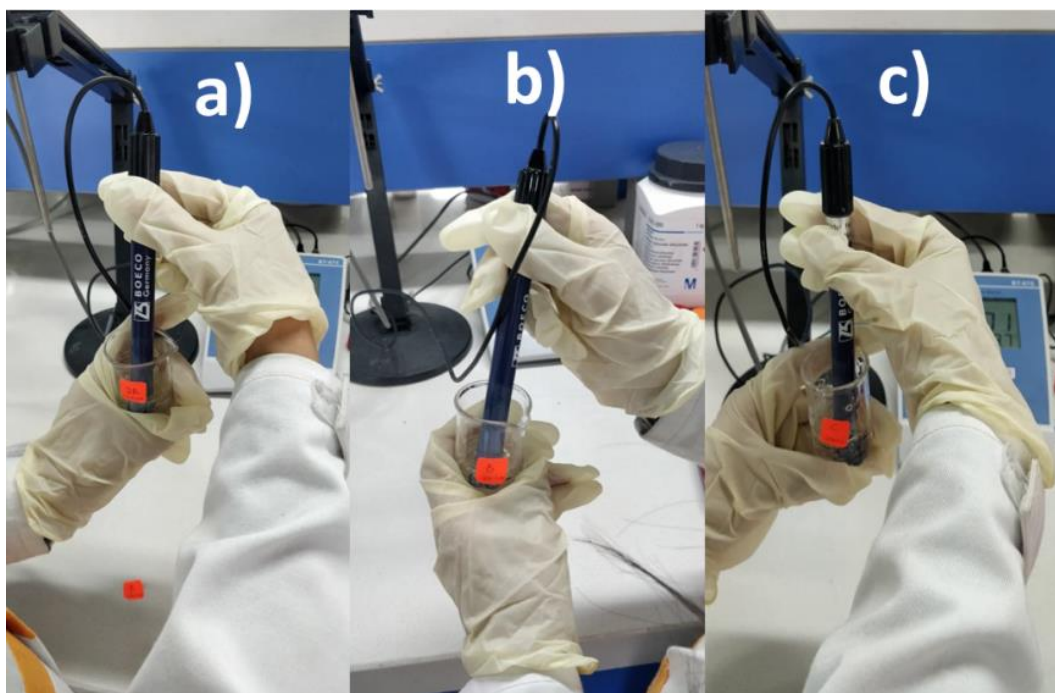


Figura 20. Determinación del pH del detergente líquido a) A. b) B. c) C.

3.5.2 Estabilidad en agua dura.

La estabilidad en agua dura del tensoactivo se realizó de acuerdo al método establecido en la norma NTE INEN-ISO 1063,(2013), “Determinación de la estabilidad en agua dura” según se describe a continuación:

- Se preparó soluciones con dureza del calcio (II) de 6 meq/L (S_1), 9 meq/L (S_2), 12 meq/L (S_3) y una solución de prueba con 50 g del tensoactivo en 1000 ml de agua destilada a temperatura ambiente.
- Se transfirió cantidades de 5 ml; 2,5 ml; 1,2 ml; 0,6 ml; y 0,3 ml de la solución de prueba a sus respectivos tubos falcon y se añadió la solución de agua dura S_1 hasta completar un volúmen de 50 ml en cada uno. Para evitar la formación de espuma se cerró el tubo falcon

y con la mano se giró lentamente al revés y de vuelta a la posición original, esta operación de repitió 10 veces.

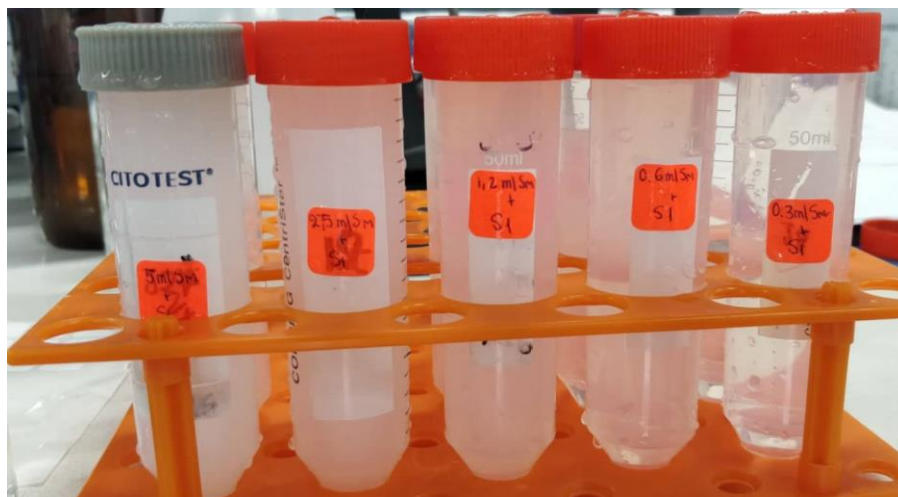


Figura 21. Preparación de las muestras de la solución de prueba más agua dura S_1 .

- Se dejó reposar el tubo falcon durante 1 hora y media a 21 °C y se examinó precipitaciones, turbidez y opalescencia.

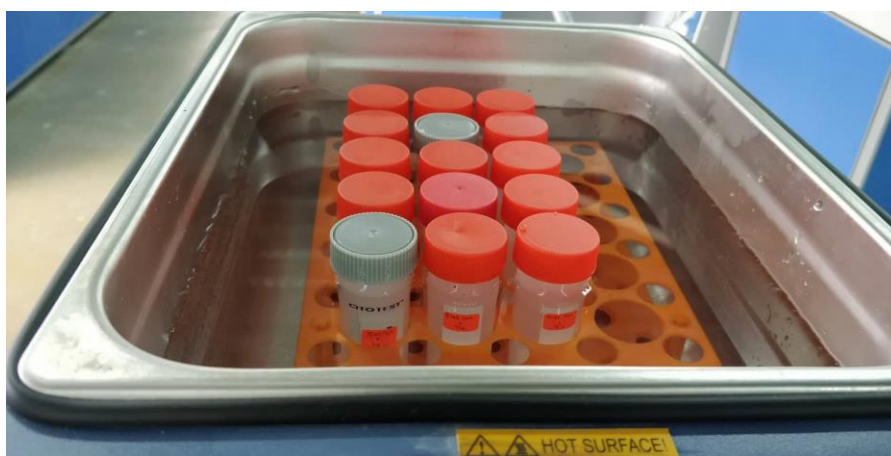


Figura 22. Reposo de las muestras en baño María a 21 °C.

- Se repitió el mismo procedimiento con las soluciones de agua dura S_2 y S_3 . La prueba se realizó por duplicado.

- Para la valoración y expresión de resultados se siguieron los siguientes estándares:

Tabla 6

Rango numérico de acuerdo a la apariencia del líquido.

Apariencias del líquido	Rango numérico
Claro	5
Opalescente	4
Turbio	3
Precipitado leve	2
Precipitado denso	1

Fuente: (NTE INEN-ISO 1063, 2013)

Tabla 7

Estabilidad media

Suma de los 15 valores unitarios	Estabilidad media
15 a 18	“uno”
19 a 37	“dos”
38 a 56	“tres”
57 a 74	“cuatro”
75	“cinco”

Fuente: (NTE INEN-ISO 1063, 2013)

Tabla 8*Estabilidad diferenciada*

Suma de los cinco valores parciales de cada muestra de agua dura	Estabilidad media
5 a 6	“uno” = $\bar{1}$
7 a 12	“dos” = $\bar{2}$
13 a 18	“tres” = $\bar{3}$
19 a 24	“cuatro” = $\bar{4}$
25	“cinco” = $\bar{5}$

Fuente: (NTE INEN-ISO 1063, 2013)

3.5.3 Determinación de alcalinidad libre.

La determinación de la alcalinidad libre del detergente líquido se llevó a cabo por medio de la metodología establecida por la norma NTE INEN 821, (2012) “Determinación de alcalinidades libre y total.”

- Se pesó 10 g de la muestra y se disolvió mediante agitación con 100 ml de alcohol etílico neutro, manteniendo caliente hasta que la disolución se completa. Se adicionó cinco gotas de indicador de fenoftaleína para determinar el carácter ácido o básico; se continuó con la prueba dependiendo de la determinación.

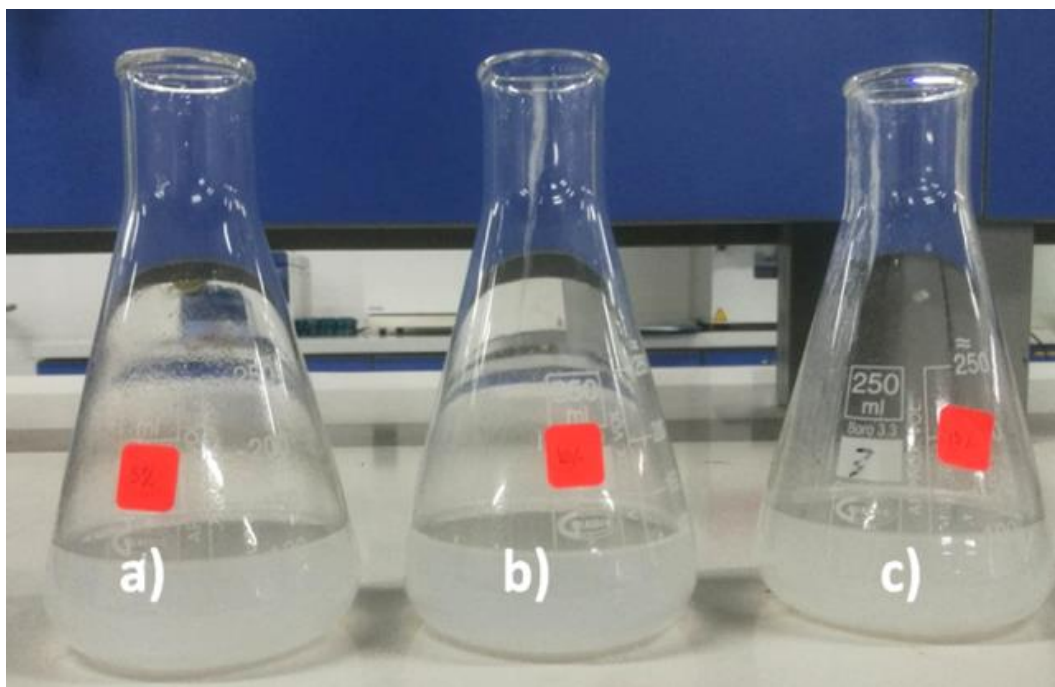


Figura 23. Preparación de la muestra con a) Detergente A, b) Detergente B, c) Detergente C.

- Para el caso de la solución alcalina se tituló con una solución 0,1 N de ácido clorhídrico.
- Finalmente la alcalinidad libre se determinó mediante la Ecuación 2. El procedimiento se realizó por duplicado.

$$AL = 4 \frac{V \cdot N}{m}$$

Ecuación 2. Alcalinidad libre

Fuente: (NTE INEN 821, 2012)

Dónde:

AL = alcalinidad libre, en porcentaje de masa.

V = volúmen de HCl utilizado en la titulación (ml)

N = normalidad de la solución de HCl.

m = masa de la muestra analizada (g).

3.5.4 Determinación de la materia insoluble en agua.

Para determinar la materia insoluble en agua se siguió la metodología establecida en la norma NTE INEN 816, (2012) “Determinación de la materia insoluble en agua”, siguiendo los siguientes pasos:

- Se pesó de 2 a 5 gramos de muestra y se añadió 100 ml de alcohol etílico, se disolvió la muestra con ayuda de calentamiento en baño María.
- Se filtró a través de un embudo buchner con papel filtro y succión; después se lavó el residuo con tres porciones de 25 ml de alcohol etílico a 60°C y cinco porciones de 25 ml de agua destilada a 60° C.



Figura 24. Sistema de filtrado con succión.

- Se colocó el papel filtro con el residuo en la estufa a 105°C por tres horas, por último, se enfrió y peso.
- El contenido de materia insoluble en agua se calculó según la siguiente Ecuación 3.

$$IA = 100 \frac{m_1 - m_2}{m}$$

Ecuación 3. Materia insoluble en agua.

Fuente: (NTE INEN 816, 2012).

3.5.5 Pruebas de espuma

La prueba de espuma se realizó según el método descrito en Isah, (2006), con algunas modificaciones. Consiste en una comparación entre la espuma formada por el detergente de referencia “Ciclón” y el detergente líquido A, B, C.

- Se agregó 1 gramo de detergente líquido a un recipiente de 250 ml con 50 ml de agua destilada. La mezcla se agitó vigorosamente hasta la formación de espuma.
- Se dejó reposar y la espuma se midió en cm a los 2, 5, 10, 30 y 60 min.

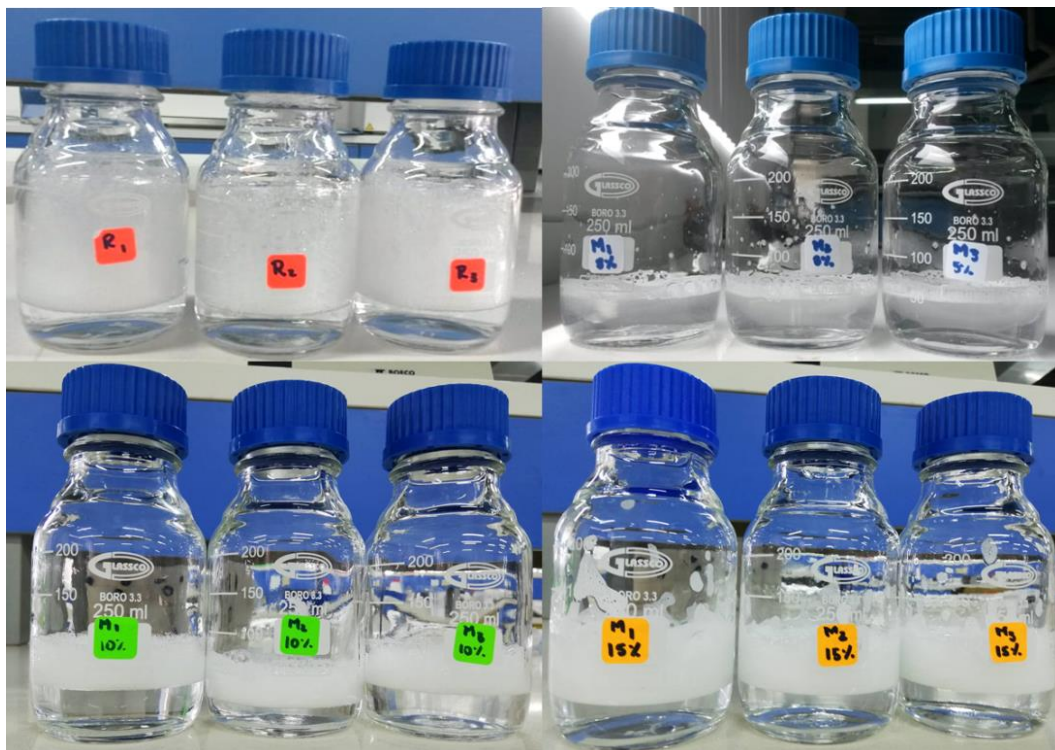


Figura 25. Pruebas de espuma.

3.5.6 Prueba de desempeño

La prueba de desempeño se realizó de acuerdo a los procesos establecidos en A.I.S.E.,(2013) con algunas modificaciones tomadas de NMX-Q-002-SCIFI, (2007), esta prueba establece el mínimo de desempeño que debe cumplir un detergente de uso doméstico, medido en base al índice de remoción de manchas, para lo cual se realizó una prueba comparativa entre un detergente comercial y los detergentes A, B, C. El procedimiento se describe a continuación:

- Se cortaron cuadros de tela blanca de algodón y poliéster de 10 x 11,5 cm.
- Se ensució la tela con las siguientes manchas: té, café, jugo de fruta, salsa de tomate, mostaza amarilla, chocolate, hierba, tierra, aceite alimenticio usado y cosméticos, como se muestra en la *Figura 26*.



Figura 26. Telas de algodón y poliéster 10x11cm manchadas.

- Finalmente se procedió a lavar las telas con agua a 40 °C y con 10 ml de cada uno de los detergentes.

3.5.7 Prueba de biodegradabilidad

La prueba de biodegradabilidad para el detergente líquido C se realizó en los laboratorios EcuChemLab Cia. Ltda. , esta prueba se realizó siguiendo los procedimientos establecidos en la normas ASTM D2667, (1995) y ASTM D2330, (2002). Esta prueba tuvo un tiempo de incubación de 8 días.

Tabla 9

Datos de ensayo.

T_i (días)	Muestra	V_m (ml)	Dilución	$C_{ensayyo}$ (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

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Materia prima

4.1.1 Caracterización del aceite de ricino mediante espectrofotometría de infrarrojo con transformada de Fourier

Con el objeto de caracterizar el aceite de ricino se utilizó espectrofotometría FT-IR, los espectros obtenidos mediante esta técnica se analizaron en base a los picos representativos dentro del rango longitudes de onda de 4000 cm^{-1} a 600 cm^{-1} como se observan en la *Figura 27*.

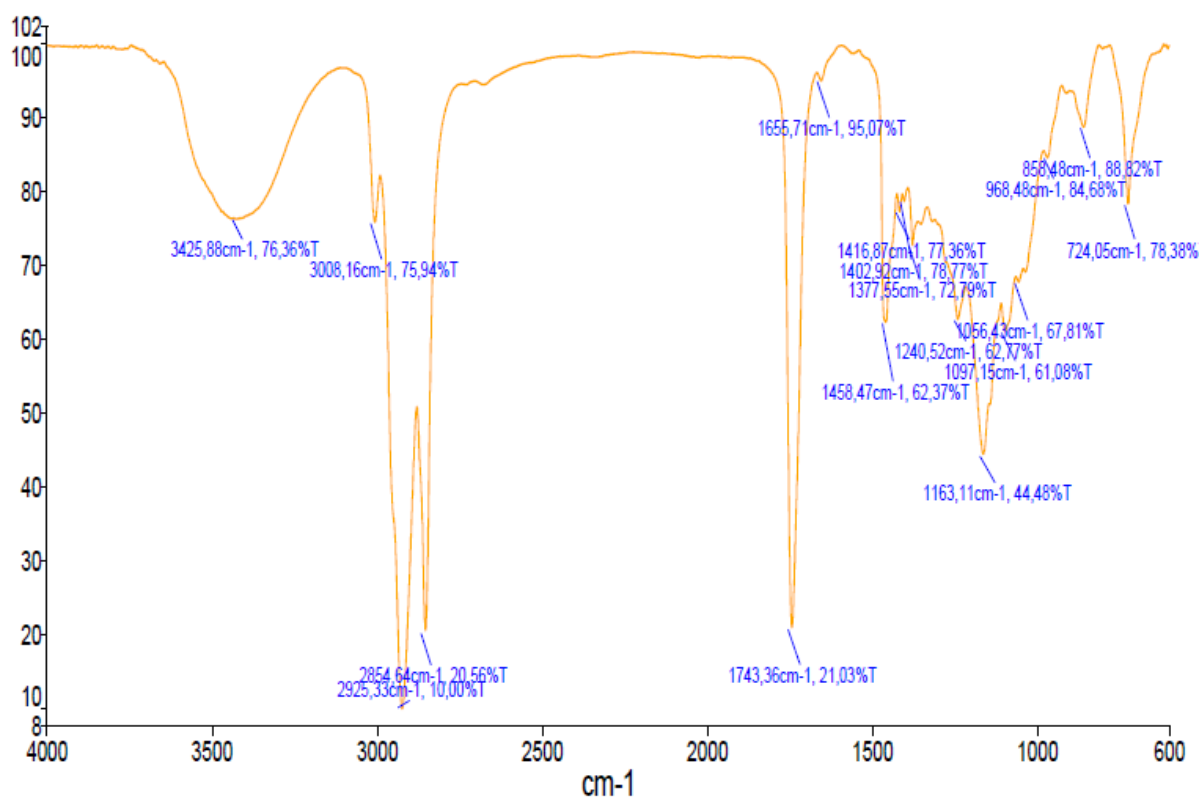


Figura 27. Espectro FTIR de la muestra de aceite de Ricino.

Como se detalla en la Tabla 10, el espectro mostró la presencia de bandas de absorción típicas de los grupos funcionales presentes en el aceite de ricino: éster del grupo carbonilo ($1743,36\text{ cm}^{-1}$), ésteres de ácido carbónico ($1163,11\text{ cm}^{-1}$), alcanos saturados e insaturados ($2925,33$; $2854,64$; $1458,47$; $1377,55\text{ cm}^{-1}$) los cuales son parte de la estructura hidrocarbonada de ácidos o ésteres, la vibración del estiramiento C=C ($1655,71\text{ cm}^{-1}$) típica en aceites que contienen ácidos grasos insaturados, el grupo epoxi ($858,48\text{ cm}^{-1}$), olefinas disustituidas cis ($724,05\text{ cm}^{-1}$), la banda típica del grupo hidroxilo de ácidos carboxílicos ($3425,88\text{ cm}^{-1}$) unidos por hidrogeno puede atribuirse al ácido ricinoleico, el área de banda sugiere una alta concentración de grupos O-H en la molécula de aceite (Pinto et al., 2013; Yusuf, Mamza, Ahmed, & Agunwa, 2015). También es posible determinar la ausencia de agua en el aceite debido a que no existe un pico en el número de onda 3710 cm^{-1} , algo que fue de importancia en la producción de éster metílico de aceite de ricino (Brito & Rodríguez, 2015).

Tabla 10

Picos característicos del aceite de ricino.

Nº Pico	Región (cm^{-1})	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 ₂ (st, as)	2935–2915

4	2854,64	F	CH ₂ (st,sy)	2865–2845
5	1743,36	F	-C=O (st)	1750–1725
6	1655,71	D	C=C (s)	1680–1620
7	1458,47	M	CH ₃ (δ,as)	1470-1430
8	1377,55	D	CH ₃ (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 ₂) _n -, (γ)	770-720

Nota: F(Fuerte), M(Medio), D(Débil), as (asymmetric), st (Stretching vibration), sy(symmetric), δ(deformation vibration), γ(skeletal vibration). Fuente (Coates, 2006; Pretsch et al., 2009).

Al realizar una búsqueda en la base de datos del software Spectrum, se pudo comprobar el análisis antes mencionado. Como se puede observar en la Figura 28 el espectro del aceite de ricino es muy similar al de referencia, por lo tanto se concluyó que la muestra es aceite de ricino puro.

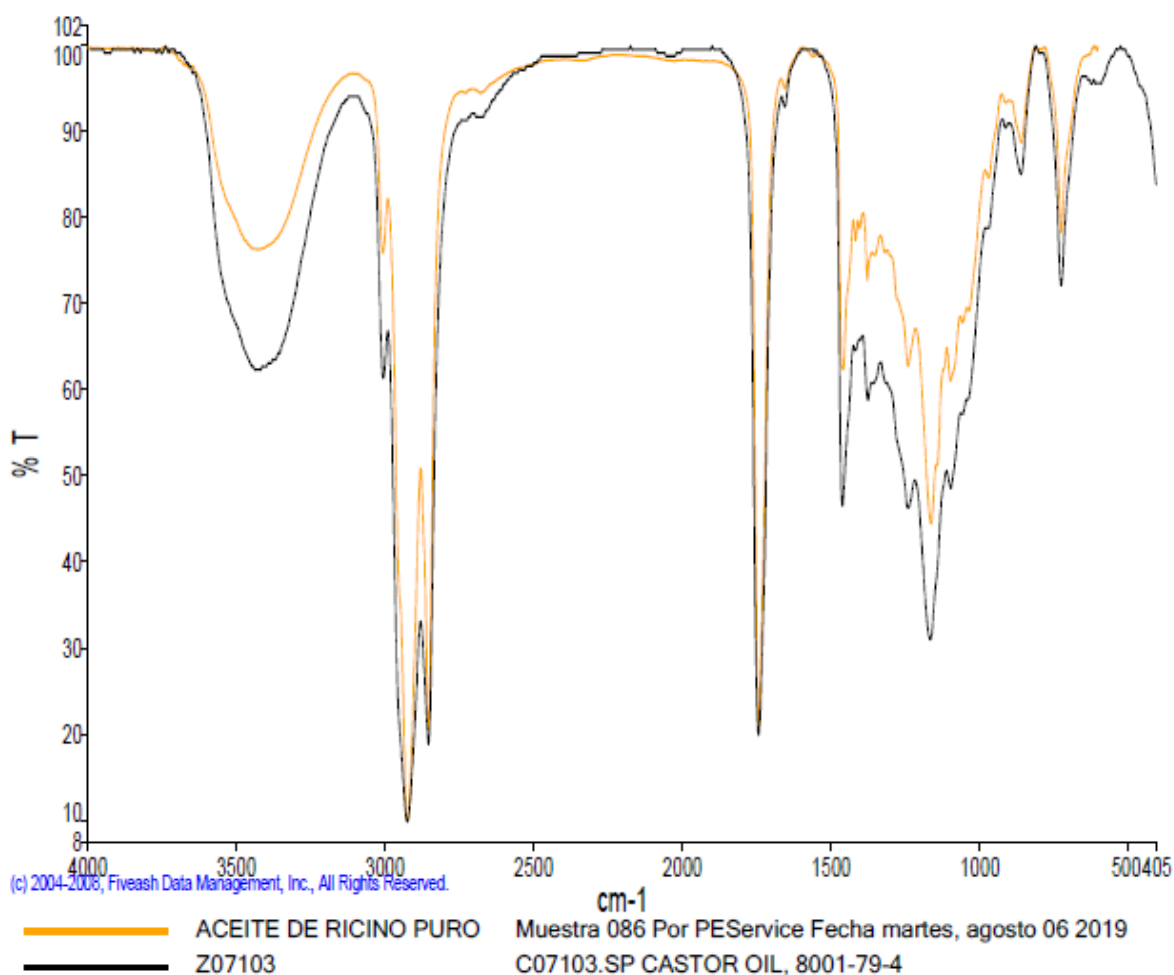


Figura 28. Espectros comparativos del aceite de ricino y la referencia del software Spectrum.

4.1.2 Índice de Saponificación

En la Tabla 11 se detalla los valores obtenidos del índice de saponificación para el aceite de ricino, el valor promedio reportado es de 187,879 mg KOH / g de aceite, el cual entra en el rango de 176 - 188 mg KOH / g de aceite reportado por Ogunniyi, (2006), Ajayi & Momoh, (2018) y Onukwli & Igbokwe, (2008), lo que corrobora el valor obtenido para el presente trabajo.

Tabla 11*Valores de índice de saponificación*

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

4.2 Éster metílico de aceite de ricino

4.2.1 Rendimiento

En la Tabla 12 se indica la cantidad de metil éster obtenido para las cinco replicas efectuadas. Y en la Tabla 13 detallan los valores correspondientes a la media y varianza dentro de un intervalo de confianza del 95%, por lo tanto, se puede afirmar que el porcentaje de rendimiento experimental obtenido fue del 90,15%. Este valor difiere con lo reportado por Jeong & Park, (2009) en aproximadamente un 2%, esto puede deberse a sea a la materia prima o variables de experimentación; sin embargo, 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).

Tabla 12*Rendimiento del éster metílico de aceite de ricino*

Réplica	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

Tabla 13*Análisis estadístico para el rendimiento de RAME*

Estadística	
Media (\bar{x})	90,15
Desviación estándar (s)	0,206
Intervalo de confianza (μ)	95%

4.2.2 Caracterización del éster metílico de aceite de ricino (RAME) obtenido por análisis de espectrofotometría vibracional FT- IR.

El contenido de ésteres metílicos se determinó por medio de espectrofotometría FT- IR, en la *Figura 29* se ilustra el espectro obtenido del análisis. En donde se observa la existencia de picos comunes entre el aceite de ricino y el éster metílico obtenido; sin embargo, la principal región del

espectro que permite su diferenciación está comprendida entre $1500-900\text{ cm}^{-1}$, conocida como región de huella digital. El pico $1436,4\text{ cm}^{-1}$ que corresponde al estiramiento asimétrico CH_3 se encuentra presente en el espectro del RAME pero ausente en el aceite de ricino. El pico $1197,3\text{ cm}^{-1}$ que corresponde al estiramiento $\text{O}-\text{CH}_3$ es característico de ésteres metílicos. El pico $1377,55\text{ cm}^{-1}$ se atribuye al grupo de glicerol $\text{O}-\text{CH}_2$ y el pico $1056,43\text{ cm}^{-1}$ que corresponde al estiramiento asimétrico axial $\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}$ se encuentran presentes solo en el espectro del aceite de ricino (Mahamuni & Adewuyi, 2009); et al., 2015).

Tabla 14

Picos característicos del éster metílico de aceite de ricino.

Región	Grupo funcional	Aceite de ricino	RAME
1425-1447	CH_3 (as)	-	1436,40
1188-1200	$\text{O}-\text{CH}_3$ (st)	-	1197,3
1370-1400	$\text{O}-\text{CH}_2$	1377,55	-
1075-1111	$\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}$ (st,as)	1056,43	-

Nota: as (asymmetric), st (Stretching vibration). Fuente (Mahamuni & Adewuyi, 2009)

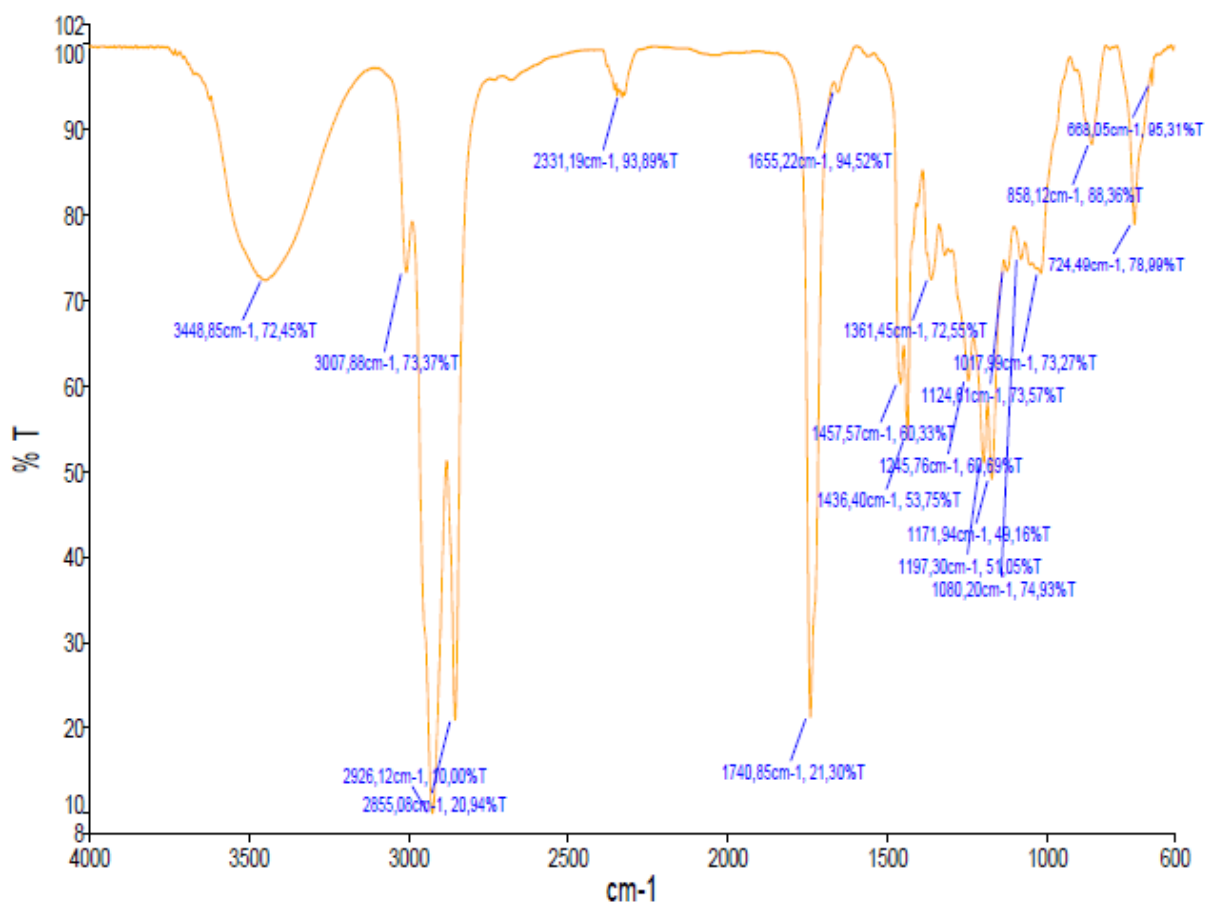


Figura 29. Espectro FTIR de la muestra de Éster metílico de aceite de Ricino.

4.3 Producción del Tensioactivo a partir del éster metílico de aceite de ricino

La elaboración del tensioactivo consistió en una reacción entre el éster metílico del aceite de ricino con hidróxido de sodio, seguido de una reacción con ácido sulfúrico para obtener como producto un tensioactivo biodegradable como se indica en la *Figura 30*.

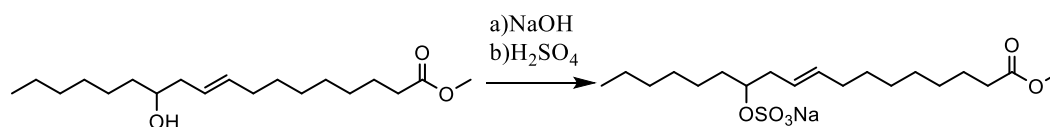


Figura 30. Reacción para la producción de Tensioactivo


Con la finalidad de determinar las condiciones más favorables en la producción del tensoactivo se estableció un diseño experimental de metodología de respuesta del tipo de Box- Behnken, como se detalla en la Tabla 15, con el rendimiento de cada uno de los tratamientos.

Tabla 15

Determinación del rendimiento de tensoactivo.

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±0,0084
15	32,35±0,0074



4.3.1 Estudio preliminar

Es importante mencionar que se realizaron pruebas preliminares con los niveles de tratamiento en el diseño experimental, como se puede observar en la Tabla 16. Sin embargo, los resultados obtenidos no fueron satisfactorios esto se debe a que el rendimiento que mostraron fue casi nulo, el exceso de ácido y la baja concentración de NaOH no permitían que se dé la reacción, pero establecieron un punto de referencia en los niveles de tratamiento que permitieron la obtención del tensoactivo.

Tabla 16

Niveles de tratamiento para las variables independientes en el estudio preliminar.

VARIABLES INDEPENDIENTES			
	Temperatura(A)	Hidróxido de Sodio(B)	Ácido Sulfúrico(C)
Baja (-1)	30	1	12,5
Media (0)	40	5.5	21,25
Alta (1)	50	10	30

4.3.2 Análisis estadístico

A partir de los datos obtenidos en el diseño experimental de la Tabla 4, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza del 95% utilizando el software estadístico

Statgraphics. La Tabla 17 particiona la variabilidad del rendimiento en segmentos separados para cada efecto, para este caso los efectos estadísticamente significativos sobre el rendimiento son aquellos con un valor P menor a 0,05: efecto lineal del NaOH, efecto lineal del H₂SO₄, efecto cuadrático del NaOH y el efecto del NaOH con el H₂SO₄.

Tabla 17

Análisis de varianza (ANOVA) para el rendimiento.

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

Para los datos experimentales la ecuación de regresión ajustada es la siguiente:

$$R_{\text{tensoactivo}} \% = 92,674 + 2,4469 * A - 53,7998 * B - 12,6584 * C - 0,0319917 * A^2 \\ - 0,0320667 * A * B + 0,0294444 * A * C + 3,37027B^2 + 1,84293 * B * C \\ - 0,223289 * C^2$$

Ecuación 4. Modelo cuadrático para la producción de tensoactivo.

La Ecuación 4, obtenida del análisis del diseño experimental presenta un coeficiente de determinación de 91,65%, con un R² ajustado del 88,87% que representa la variabilidad sobre el rendimiento por efecto de los factores ya mencionados. El error estándar indica que la variación estándar de los residuos es de 9,10148. El error medio absoluto (MAE) es el valor promedio de los residuos de 6,24181.

4.3.3 Análisis de los efectos estandarizados

Analizando el diagrama de Pareto, *Figura 31*, los factores B, C y las interacciones BB, BC son los más significativos. El factor B que corresponde a la concentración de hidróxido de sodio es la

variable de más importancia en la producción del tensoactivo a partir del éster metílico del aceite de ricino, el valor positivo de este factor indica que el rendimiento de tensoactivo es favorecido a medida que se incrementa la concentración de hidróxido de sodio. Del mismo modo el factor C, que corresponde a la cantidad de ácido sulfúrico, tiene un valor negativo el cual indica que a menores cantidades de ácido sulfúrico, el rendimiento del tensoactivo será mejor. El factor A y las interacciones AA, CC, AC, AB no tienen efectos significativos sobre el rendimiento del tensoactivo.

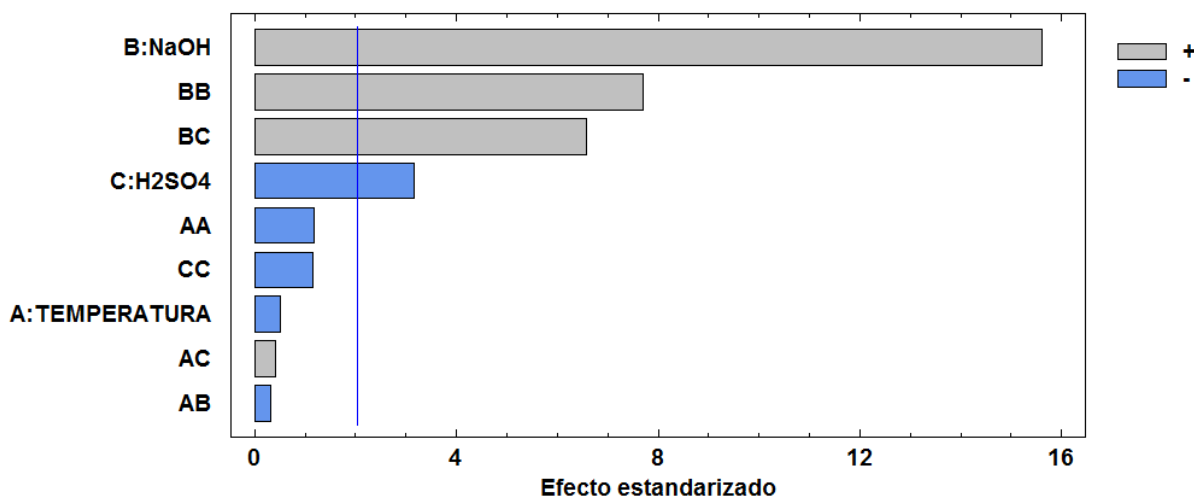


Figura 31. Diagrama de Pareto estandarizada para el rendimiento para el tensoactivo.

Al analizar la *Figura 32* se puede observar que la concentración de hidróxido de sodio es directamente proporcional al rendimiento, mientras que para la cantidad de ácido sulfúrico ocurre el resultado contrario, a medida que este aumenta el rendimiento de tensoactivo disminuye. Para el caso de la temperatura no se puede observar una correlación lineal muy marcada.

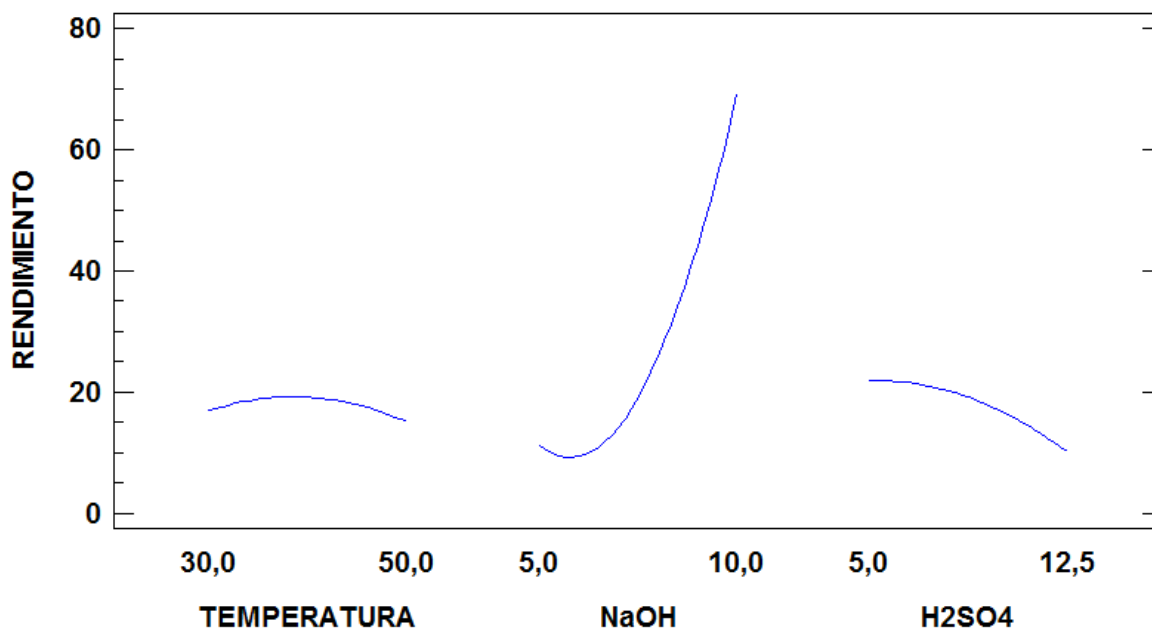


Figura 32. Efectos principales para el rendimiento de tensoactivo.

4.3.4 Análisis de la superficie de respuesta

Las gráficas de superficie de respuesta se indican en las *Figura 33,34* y *Figura 35* donde se relacionan los factores del diseño con el rendimiento del tensoactivo. Las curvas se construyen seleccionando dos de los factores que varían desde el nivel superior al inferior y manteniendo uno constante en el nivel intermedio.

En la *Figura 33* se indica el efecto de la temperatura VS. la concentración de NaOH sobre el rendimiento de tensoactivo, en esta curva se observa un rendimiento superior al 70% en la región de 30 a 46 °C y a una concentración de NaOH de 10 M. Lo que indica que a mayor concentración de hidróxido de sodio mayor será el rendimiento.

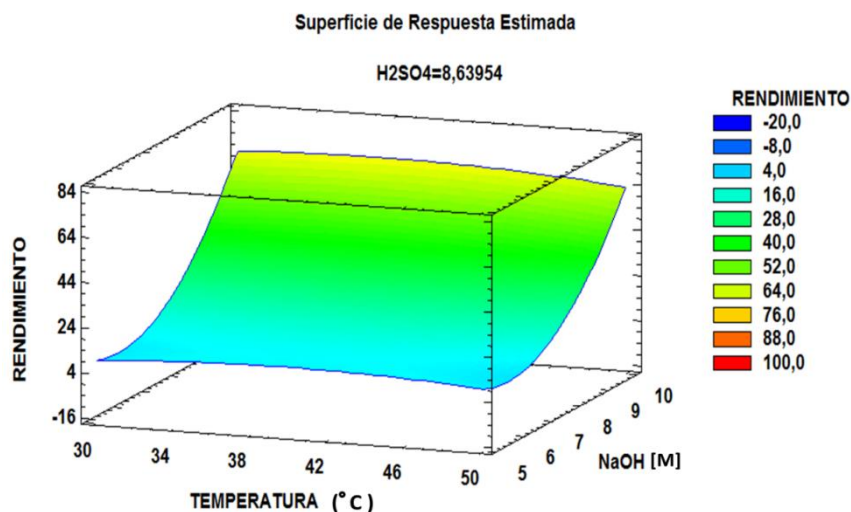


Figura 33. Superficie de respuesta estimada Temperatura vs. NaOH.

En el caso de la *Figura 34* se observa el efecto de la temperatura vs. la cantidad de H₂SO₄ sobre el rendimiento de tensoactivo, la gráfica muestra un efecto cuadrático poco relevante; sin embargo, esto resalta la poca influencia de la temperatura y a su vez deja notar que el efecto concentración de NaOH es el más importante sobre el rendimiento del tensoactivo.

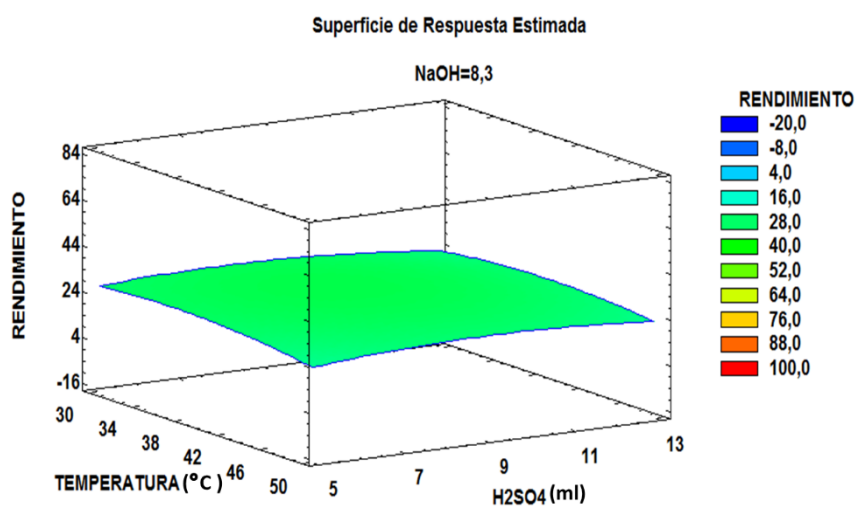


Figura 34. Superficie de respuesta estimada Temperatura vs. H₂SO₄.

En la *Figura 35* se indica el efecto de la concentración de NaOH VS. la cantidad de H_2SO_4 sobre el rendimiento de tensoactivo, en esta curva se observa un rendimiento superior al 60% en la región de concentración 10 M para el hidróxido de sodio y 9 a 13 ml de H_2SO_4 . Lo cual indica que la concentración de NaOH y la cantidad de H_2SO_4 son proporcionales al rendimiento. La gráfica también evidencia que el NaOH tiene el mayor efecto sobre la reacción química, ya que a su menor concentración, el rendimiento es mínimo, independientemente de que se haya empleado ácido sulfúrico a su máxima concentración.

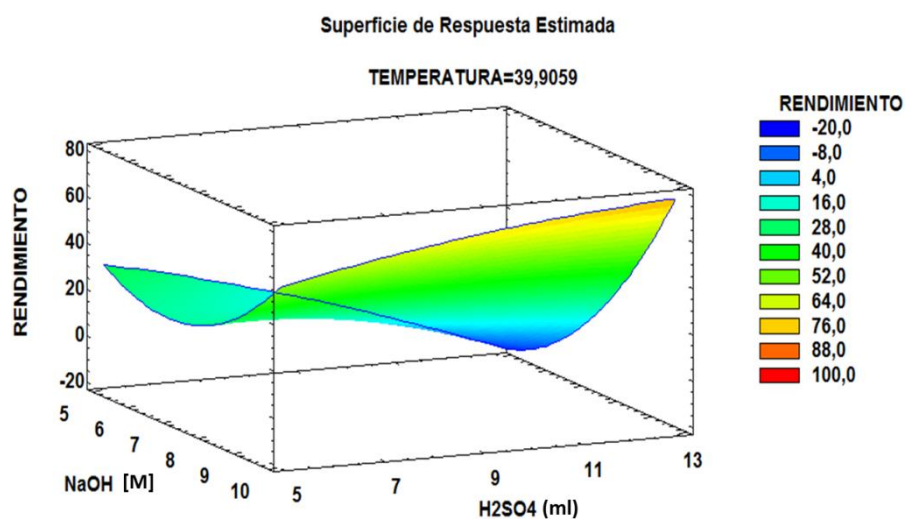


Figura 35. Superficie de respuesta estimada NaOH vs. H_2SO_4 .

4.3.5 Optimización de las condiciones para la producción del tensoactivo.

El análisis que se realizó en el software estadístico Statgraphics sugiere como punto óptimo para la maximización del rendimiento del tensoactivo, la combinación de los factores temperatura a

38,96 °C, concentración de NaOH de 10M y cantidad de H₂SO₄ de 12,4999 ml para obtener un rendimiento óptimo de 77,5409.

4.3.6 Caracterización del Tensoactivo obtenido por análisis de espectrofotometría vibracional FT- IR.

Para identificar los grupos funcionales principales del tensoactivo de aceite de ricino óptimo, que corresponde al tratamiento 7, se llevó a cabo un análisis mediante la técnica de FTIR. En la *Figura 36* se observan picos comunes entre el éster metílico de aceite de ricino y el tensoactivo; sin embargo, aparecen bandas características del estiramiento S=O en el pico 1082,59 cm^{-1} y del estiramiento S-O en el pico 857,58 cm^{-1} que indican la presencia del grupo sulfonato.

Tabla 18

Picos característicos del tensoactivo.

Nº Pico	Región (cm ⁻¹)	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

Nota: F(Fuerte), M(Medio), D(Débil), as (asymmetric), Fuente (Pretsch et al., 2009).

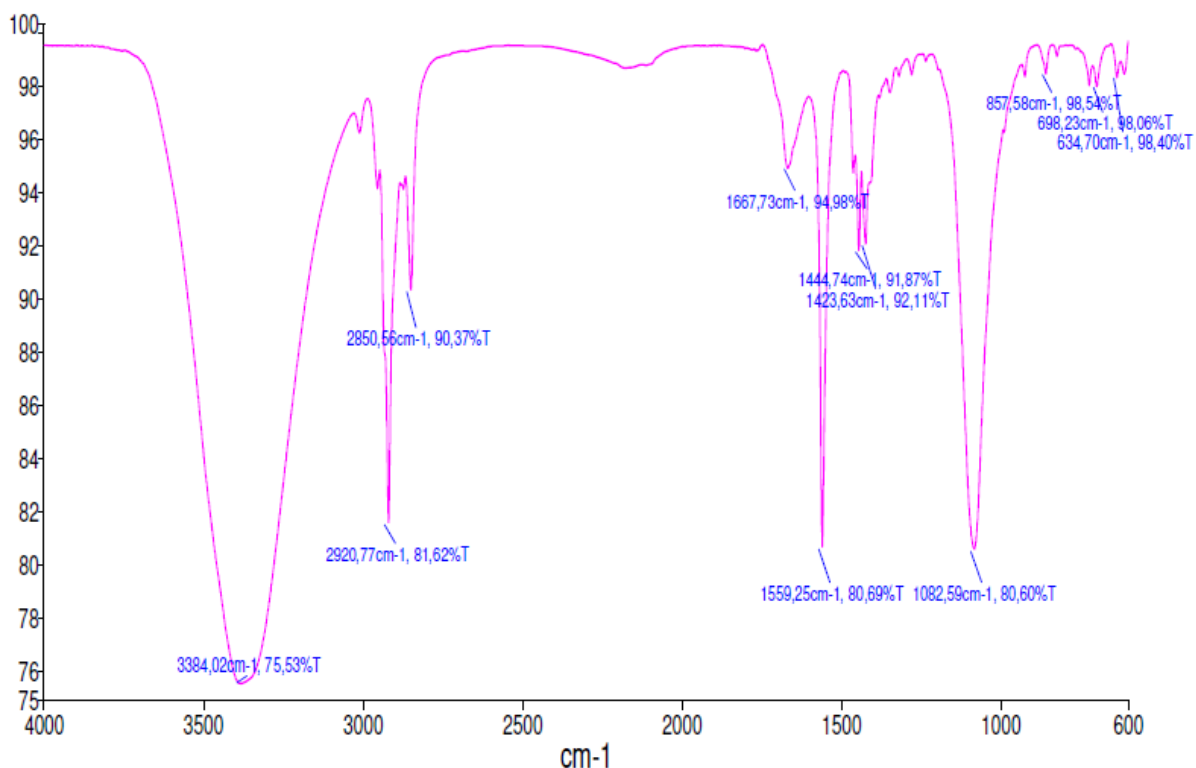


Figura 36. Espectro FTIR de la muestra de tensoactivo del tratamiento 7.

4.4 Pruebas físico químicas

4.4.1 Tensoactivo de aceite de ricino

4.4.1.1 pH del tensoactivo

La Tabla 19 detalla los valores de pH para cada uno de los tensoactivos obtenidos en los tratamientos del diseño experimental. Aquellos tensoactivos con pH ácido se presentan en forma líquida, en la parte superior se encuentra una fase aceite y en la inferior una fase ácida lo cual podría deberse a que no tuvo lugar la reacción deseada por exceso de ácido. A medida que el pH de los tensoactivos aumenta es decir son más básicos pasan a ser sólidos y se reduce la sensación aceitosa de los mismos.

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).

Tabla 19

Valores de pH para cada tensoactivo del diseño de experimentos.

Tensoactivo	Ph (\bar{x}) \pm s
1	2,51 \pm 0,0361
2	10,78 \pm 0,0208
3	11,53 \pm 0,0252
4	2,67 \pm 0,0265
5	3,75 \pm 0,0361
6	11,54 \pm 0,0153
7	11,84 \pm 0,0404
8	12,70 \pm 0,0100
9	12,67 \pm 0,0153
10	12,84 \pm 0,0529
11	3,71 \pm 0,0252
12	1,10 \pm 0,0500
13	11,88 \pm 0,0153
14	12,28 \pm 0,0200

CONTINÚA



15	$10,46 \pm 0,0404$
----	--------------------

4.4.1.2 Estabilidad en agua dura

En la Tabla 20 se detalla la valoración para cada solución de ensayo a partir del tensoactivo óptimo, en base a esta valoración se pudieron obtener los resultados expresados en las tablas Tabla 21 y Tabla 22. La estabilidad en agua dura para este tipo de tensoactivos es una de las principales características, puesto que presentan un elevado poder de detergencia, por lo cual son aptos para su uso en las formulaciones de detergentes debido a que permiten eliminar el uso de fosfatos, esto es beneficio desde un punto de vista ambiental para evitar el efecto de eutrofización provocado por los fosfatos (Baque & Yépez, 2015). Como se puede observar en la Tabla 21 la estabilidad media para el agente tensoactivo es de “tres”, para el caso de la estabilidad diferenciada la Tabla 22 muestra tres cifras que expresan la estabilidad en cada una de las tres durezas la cual es de $\overline{433}$, por lo tanto se puede concluir que tiene un muy buena estabilidad en el agua dura, ratificando así las ventajas de usar este producto.

Tabla 20

Valoración para cada solución de ensayo.

Ensayo	Rango numérico (\bar{x})
S1(5ml)	3
S1(2,5 ml)	3
S1(1,2ml)	4
S1(0,6ml)	5

CONTINÚA



S1(0,3ml)	5
S2(5ml)	1
S2(2,5 ml)	2
S2(1,2ml)	2
S2(0,6ml)	3
S2(0,3ml)	5
S3(5ml)	1
S3(2,5 ml)	2
S3(1,2ml)	2
S3(0,6ml)	3
S3(0,3ml)	5

Tabla 21*Resultados de estabilidad media.*

Suma de valores unitarios	Estabilidad media
46	“tres”

Tabla 22*Resultados de estabilidad parcial.*

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



13	
13	CONTINÚA

4.4.2 Detergente de uso doméstico biodegradable

Se realizaron tres formulaciones diferentes para el detergente como producto final para lo cual se tomó como referencia formulaciones comerciales, a todas ellas se les realizaron pruebas para determinar la más óptima para su uso final.

4.4.2.1 pH

En la Tabla 23 se detallan los valores de pH obtenidos para cada formulación de detergente líquido, la Norma NTE INEN 847, (2015) establece que el límite máximo de pH para que los detergentes sean adecuados para su uso es de 11, por lo tanto las formulaciones A,B y C se encuentran dentro del rango establecido.

Tabla 23

Valores de pH para cada formulación del detergente líquido.

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

4.4.2.2 Alcalinidad libre

Los valores obtenidos de alcalinidad libre para cada formulación de detergente se detallan en la Tabla 24 a continuación, la norma 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.

Tabla 24

Alcalinidad libre para cada formulación del detergente líquido.

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

4.4.2.3 Materia insoluble en agua

En la Tabla 25 se detallan 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%.

Tabla 25

Materia insoluble en agua para cada formulación del detergente líquido.

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

4.4.2.4 Espuma

La prueba que se realizó a los detergentes formulados se basó en la comparación de la altura de espuma formada a partir de los detergentes A, B y C con el detergente de referencia “Ciclón”, los resultados se detallan en la Tabla 26. Para los detergentes líquidos A, B, y C se pudo observar un nivel máximo de 1,87 cm; 2,77 cm y 5 cm respectivamente, mientras que el detergente de referencia mostró un nivel máximo de 10 cm lo que indica una mayor formación de espuma por parte de este detergente en comparación con los detergentes de origen natural. Cabe mencionar que todos estos detergentes muestran una tendencia decreciente en función del tiempo, como se puede observar en la Tabla 26 a los 60 min de realizada la prueba, la espuma ha desaparecido casi en su totalidad. E.Ndubuisi, J. Ugbeh, C. Iwuorah, (2015) establecen que un buen detergente exhibe tiempos prolongados antes del colapso de la altura de la espuma, de modo que el detergente C cumple con esta condición puesto que colapso al mismo tiempo que el de referencia, además la formación de espuma al momento de iniciar la prueba mostro un máximo de 5 cm, la mitad si es comparado con

el nivel del detergente de referencia, lo cual se puede tomar como beneficioso para el medio ambiente ya que formara un exceso de espuma, como es el caso de los detergentes sintéticos.

Tabla 26

Nivel de espuma para detergentes de referencia y formulados.

Detergente	$h(cm)_{2\ min}$ $(\bar{x}) \pm s$	$h(cm)_{5\ min}$ $(\bar{x}) \pm s$	$h(cm)_{10\ min}$ $(\bar{x}) \pm s$	$h(cm)_{30\ min}$ $(\bar{x}) \pm s$	$h(cm)_{60\ min}$ $(\bar{x}) \pm s$
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	$5,00 \pm 0$	$4,17 \pm 0,2887$	$4,07 \pm 0,1155$	$2,37 \pm 0,1155$	$1,93 \pm 0,0577$

4.4.2.5 Desempeño.

La prueba que se fundamentó en la comparación de la capacidad de limpieza de cada uno de los detergentes A, B y C con respecto al de referencia. Como se puede observar en la Tabla 27, se evaluó su desempeño con cada una de las manchas estableciendo un rango que va desde excelente hasta regular. Aunque los detergentes mostraron resultados muy diversos, su desempeño en general fue bueno. Estos detergentes son eficientes para el lavado de prendas de algodón y poliéster, la mayoría tuvieron desempeños excelentes con las manchas de té, jugo de fruta, tierra, aunque fueron menos eficaces para remover mostaza y cosméticos.

De acuerdo con el análisis realizado se puede concluir que el detergente C es el que mostro mejor capacidad de limpieza y es semejante al detergente de referencia “Ciclón” cuya marca comercial es ampliamente utilizada.

Tabla 27

Evaluación de desempeño de los detergentes.

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

Nota: E=excelente, MB=muy bien, B=bien, R=regular, 1=te, 2=café, 3=jugo de fruta, 4=salsa de tomate,

5=mostaza, 6=chocolate, 7=hierba, 8=tierra, 9=aceite alimenticio usado, 10= cosméticos.

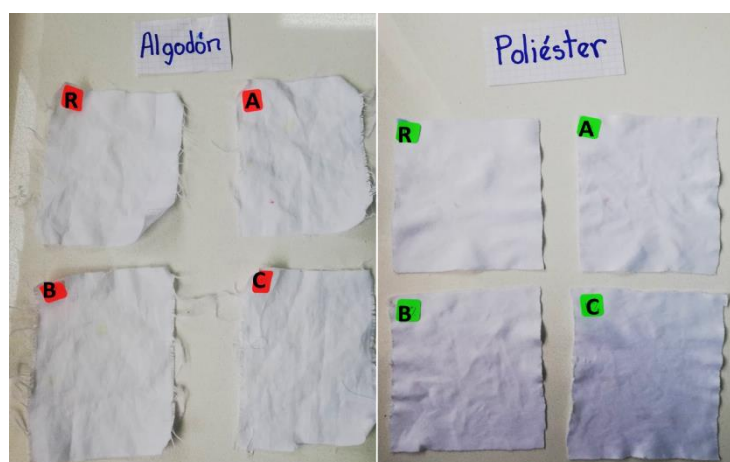


Figura 37. Telas lavadas con los detergentes: Referencia, A, B, C.

4.4.2.6 Biodegradabilidad

Los resultados descritos en la Tabla 28 fueron obtenidos en los laboratorios EcuChemLab Cia. Ltda. El porcentaje de biodegradación para el detergente líquido C es de 99,30 siguiendo los parámetros establecidos por la norma ASTM D2667, (1995). 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.

Tabla 28

Resultado de la prueba de biodegradabilidad.

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

Fuente: EcuChemLab Cia. Ltda.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 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 SO_3H 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.

5.2 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.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- A.I.S.E. (2013). *Protocolo mínimo para las pruebas comparativas de detergentes*.
- Ajayi, P., & Momoh, S. (2018). Production of Biodegradable Detergent from Castor Oil. *Global Journals Inc.*, 18(9), 153–160.
- Al-tamimi, F. A., & Hegazi, A. E. M. (2008). A Case of Castor Bean Poisoning. *Sultan Qaboos University Medical Journal*, 8(1), 83–87.
- ASTM D2330. (2002). *Standard Test Method for Methylene Blue Active Substances (Withdrawn 2011)*. <https://doi.org/10.1520/D2294-96R08.2>
- ASTM D2667. (1995). *Standard Test Method for Biodegradability of Alkylbenzene Sulfonates*. <https://doi.org/10.1520/D2658-04R13.2>
- Baque, D., & Yépez, K. (2015). *Obtención de un tensoactivo base a partir de la oleína de palma refinada*. Universidad de Guayaquil.
- Bellver, E. (2016). Contaminación del agua por detergentes. Retrieved October 27, 2019, from <https://tendencias.com/eco/contaminacion-del-agua-por-detergentes/>
- Bhairi, S. M., & Mohan, C. (2001). Detergents. A Guide to the properties and uses of Detergents in biology and biochemistry. In EMD Biosciences (Ed.), *Calbiochem* (Primera). San Diego.
- Brito, A., & Rodríguez, K. (2015). *Posible utilización de aceite de tártago en la producción de biocombustible*. Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología.
- Cabrales, R., Marrugo, J., & Castro, J. (2014). *Rendimiento en la semilla y calidad de los aceites*

del cultivo de Higuierilla (Ricinus Communis L.) en el valle del Sinú, departamento de Córdoba (Primera ed). Colombia: Fondo Editorial.

CANIPEC. (2019). ¿Qué es un detergente con ingredientes biodegradables? Retrieved October 27, 2019, from <http://canipec.org.mx/cuidando-tu-hogar/ingredientes-biodegradables-detergente/>

Dias, J. M., Araújo, J. M., Costa, J. F., Alvim-Ferraz, M. C. M., & Almeida, M. F. (2013). Biodiesel production from raw castor oil. *Energy*, 53, 58–66. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2013.02.018>

Díaz, L., Sánchez, F., & Torres, J. (2008). Estudio cinético de la sulfonación de ésteres metílicos derivados de la estearina de palma. *Corpoica – Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 9(2), 88–95.

E.Ndubuisi, J. Ugbeh, C. Iwuorah, O. A. (2015). *Synthesis of a green detergent from castor seed [Ricinnus Comminus] Oil*. 40(1), 76–82.

Escobar, R., & Leiva, L. (2010). Toxicidad de las principales plantas ornamentales de Cuba. *Medicentro*, 14(2), 68–74.

Ferreira, S. L. C., Bruns, R. E., Ferreira, H. S., Matos, G. D., David, J. M., Brandão, G. C., ... dos Santos, W. N. L. (2007). Box-Behnken design: an alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica Chimica Acta*, 597(2), 179–186. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.07.011>

Gil, G. (2011). *Planta industrial para la fabricación de detergente en polvo*. Universidad Politécnica de Catalunya.

- Isah, A. G. (2006). Production of Detergent from Castor Oil. *Leonardo Electronic Journal of Practices and Technologies*, (9), 153–160.
- Jeong, G. T., & Park, D. H. (2009). Optimization of biodiesel production from castor oil using response surface methodology. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 156(1–3), 1–11. <https://doi.org/10.1007/s12010-008-8468-9>
- Kiliç, M., Uzun, B. B., Pütün, E., & Pütün, A. E. (2013). Optimization of biodiesel production from castor oil using factorial design. *Fuel Processing Technology*, 111, 105–110. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.05.032>
- Lee, D. W., Park, Y. M., & Lee, K. Y. (2009). Heterogeneous base catalysts for transesterification in biodiesel synthesis. *Catalysis Surveys from Asia*, 13(2), 63–77. <https://doi.org/10.1007/s10563-009-9068-6>
- Lombeida, N. (2015). *Diseño de un reactor tipo Batch para la obtención de Biodiesel a partir de aceite de Ricino (Ricinus Communis)*. Escuela Politécnica Nacional.
- Mahamuni, N. N., & Adewuyi, Y. G. (2009). Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) method to monitor soy biodiesel and soybean oil in transesterification reactions, petrodiesel-biodiesel blends, and blend adulteration with soy oil. *Energy and Fuels*, 23(7), 3773–3782. <https://doi.org/10.1021/ef900130m>
- Meneghetti, S. M. P., Meneghetti, M. R., Wolf, C. R., Silva, E. C., Lima, G. E. S., Silva, L. de L., ... de Oliveira, L. G. (2006). Biodiesel from castor oil: A comparison of ethanolysis versus methanolysis. *Energy and Fuels*, 20(5), 2262–2265. <https://doi.org/10.1021/ef060118m>

Montgomery, D. C. (2004). *Diseño y Análisis de Experimentos*. In *Limusa Wiley*.
<https://doi.org/10.1109/RE.2014.6912298>

NMX-Q-002-SCIFI. (2007). *Productos De Aseo – Detergentes Domésticos En Polvo Para Uso General – Especificaciones Y Métodos De Prueba (Cancela a La Nmx-Q-002-1982)*. Retrieved October 27, 2019, from http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/MEC_norma_NMX_q_002_SCFI_2007_34924.pdf

NTE INEN-ISO 1063. (2013). *Agentes Surfactantes. Determinación de la estabilidad en agua dura*. 1–5.

NTE INEN-ISO 3657. (2013). *Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de saponificación (IDT)*.

NTE INEN-ISO 4316. (2014). *Agentes tensioactivos. Determinación del pH de soluciones acuosas. Método potenciométrico*.

NTE INEN 816. (2012). *Agentes tensioactivos. Determinación de la materia insoluble en agua*. 1–6.

NTE INEN 821. (2012). *Agentes tensioactivos. Determinación de alcalinidades libre y total*. 1–6.

NTE INEN 847. (2015). *Agentes tensoactivos. Detergente líquido de uso doméstico. Requisitos*.

Ogunniyi, D. S. (2006). Castor oil: A vital industrial raw material. *Bioresource Technology*, 97(9), 1086–1091. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.03.028>

- Onukwli, O. D., & Igbokwe, P. K. (2008). Production and Characterization of Castor Oil-Modified Alkyd Resins. *Journal of Engineering and Applied Sciences*, 161–165.
- Pereira, J. (2012). Estado del arte sobre efecto de los alcoholes en las propiedades interfaciales de los surfactantes. *Revista Ingeniería UC*, 19(2), 76–85.
- Pinto, F., Martins, S., Gonçalves, M., Costa, P., Gulyurtlu, I., Alves, A., & Mendes, B. (2013). Hydrogenation of rapeseed oil for production of liquid bio-chemicals. *Applied Energy*, 102, 272–282. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.04.008>
- Pretsch, E., Buhlmann, P., & Badertscher, M. (2009). Structure Determination of Organic Compounds. In Springer (Ed.), *Organic Chemistry* (Fourth). <https://doi.org/10.1002/0471648736.ch11>
- Quinga, M. (2017). *Contaminación del Río Machángara y el Derecho al Buen Vivir de los habitantes del Barrio de Guápulo del DMQ en el 2015* (Universidad Central del Ecuador). Retrieved from <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/8341/1/T-UCE-0013-Ab-13.pdf>
- Rabelo, S. N., Ferraz, V. P., Oliveira, L. S., & Franca, A. S. (2015). FTIR Analysis for Quantification of Fatty Acid Methyl Esters in Biodiesel Produced by Microwave-Assisted Transesterification. *International Journal of Environmental Science and Development*, 6(12), 964–969. <https://doi.org/10.7763/ijesd.2015.v6.730>
- Rapp, B. (2017). Microfluidics: Modelling, Mechanics and Mathematics. In *Architectural Record* (Vol. 203, pp. 421–444). <https://doi.org/10.1016/B978-1-4557-3141-1.50020-4>

- Secretaría de Ambiente Municipio de Quito. (2014). “*Estudio de la línea base sobre el uso y soncumo de los detergentes biodegradables y aceites comestibles de uso comercial y doméstico con la finalidad de plantear posibles políticas de regulación e incentivos.*” Quito.
- Showell, M. (2006). *Handbook of Detergent* (1st ed.). Ohio: Taylor & Francis Group.
- Torres, J. (2010). Maquinaria usada para la elaboración de surfactantes aniónicos derrivados del aceite de palma. *Revista Especializada En Ingeniería de Procesos En Alimentos y Biomateriales.*, 4, 147–184.
- Torres, J., Palacios, O., Rincón, P., & Castellanos, F. (2009). Sulfonación de ésteres metílicos derivados del aceite de palma. *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 9(2), 77–87.
https://doi.org/10.21930/rcta.vol9_num2_art:121
- Uc, R., & Delgado, V. (2012). Determinación de la concentración letal media (CL50) de cuatro detergentes domésticos biodegradables en *Laeonereis culveri* (webster 1879) (polychaeta: Annelida). *Revista Internacional de Contaminacion Ambiental*, 28(2), 137–144.
- Vázquez, G., & Beltrán, R. (2004). Pruebas normalizadas para la evaluación de la biodegradabilidad de sustancias químicas. *Interciencia*, 29(10), 568–573.
- Vera, J., Rodríguez, B., Riescco, J., Cano, S., Elizalde, F., & Martínez, S. (2018). “*Modelo para determinar el contenido de ésteres metílicos en el biodiesel obtenido de aceites vegetales usados.*”
- Yu, Y., Zhao, J., & Bayly, A. E. (2008). Development of Surfactants and Builders in Detergent Formulations. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 16(4), 517–527.

[https://doi.org/10.1016/S1004-9541\(08\)60115-9](https://doi.org/10.1016/S1004-9541(08)60115-9)

Yusuf, A., Mamza, P., Ahmed, A., & Agunwa, U. (2015). Extraction and characterization of castor seed oil from wild ricinus communis linn. *International Journal of Science, Environment, 4*(5), 1392–1404. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.07.022>

ANEXOS



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA


CERTIFICACIÓN

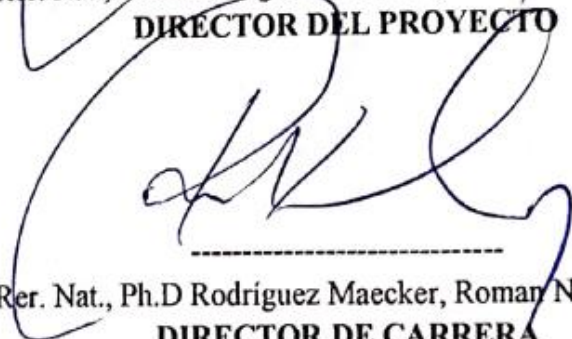
Se certifica que el presente trabajo fue desarrollado por la señorita: Dayana Pamela Alvarez Bayas.

En la ciudad de Latacunga a los 05 días del mes de noviembre de 2019.

Aprobado por





Dr. Rer. Nat., Ph.D Rodriguez Maecker, Roman Nicolay
DIRECTOR DEL PROYECTO


Dr. Rer. Nat., Ph.D Rodriguez Maecker, Roman Nicolay
DIRECTOR DE CARRERA

Certificado por




Abg. Darwin Albán
SECRETARIO ACADÉMICO