

Transesterification of castor oil (*Ricinus Comunnis*) from the province of Manabí-Ecuador.

Transesterificación de aceite de higuierilla (*Ricinus Comunnis*) de la provincia de Manabí-Ecuador.

Autores:

Garzón Villa, Valeria Stefania
UNIVERSIDAD TÉCNICA DE MANABÍ
Egresada de la Carrera de Ingeniería Química
Manabí – Ecuador

 vgarzon4230@utm.edu.ec

 <https://orcid.org/0000-0001-6244-7519>

Flores Mera, Carla Dayanara
UNIVERSIDAD TÉCNICA DE MANABÍ
Egresada de la Carrera de Ingeniería Química
Manabí – Ecuador

 cflores9027@utm.edu.ec

 <https://orcid.org/0000-0002-0009-6407>

Dr. García Muentes, Segundo Alcides PHD.
UNIVERSIDAD TÉCNICA DE MANABÍ
Doctor en Química y Farmacia, Docente Titular de la Carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Ciencias Matemáticas, Físicas y Químicas
Docente Titular de la Facultad de medicina de la Universidad Laica Eloy Alfaro
Manabí – Ecuador

 segundo.garcia@utm.edu.ec

 <https://orcid.org/0000-0002-8152-3406>

Ing. Cevallos Cedeño, Ramón PHD
UNIVERSIDAD TÉCNICA DE MANABÍ
Docente Titular de la Carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Ciencias Matemáticas, Físicas y Químicas
Manabí – Ecuador

 ramon.cevallos@utm.edu.ec

 <https://orcid.org/0000-0002-8583-4674>

Lic. García Vinces, Gonzalo Oswaldo
UNIVERSIDAD TÉCNICA DE MANABÍ
Técnico de Laboratorio Químico. Facultad de Ciencias Matemáticas, Físicas y Químicas
Manabí – Ecuador

 gonzalo.garcia@utm.edu.ec

 <https://orcid.org/0000-0001-9819-7451>

Citación/como citar este artículo: Garzón, V., Flores, C., García, S., Cevallos, R. y García, G. (2023).
Transesterificación de aceite de higuierilla (*Ricinus Comunnis*) de la provincia de Manabí-Ecuador.
MQRInvestigar, 7(1), 2561-2581. <https://doi.org/10.56048/MQR20225.7.1.2023.2561-2581>

Fechas de recepción: 15-FEB-2023 aceptación: 08-MAR-2023 publicación: 15-MAR-2023

 <https://orcid.org/0000-0002-8695-5005>
<http://mqrinvestigar.com/>

Resumen

La Transesterificación de aceites y grasas es un proceso que está ganando mucho más interés en la industria de biocarburantes, esto debido, que en la actualidad suponen el principal medio disponible capaz que reemplazar el uso de combustibles fósiles, alcanzando aminorar las emisiones de gases de efecto invernadero. El presente estudio tiene como objetivo transesterificar el aceite de ricino y realizar los respectivos análisis fisicoquímicos. Se obtuvo un biodiesel que no cumple con gran parte de los parámetros establecidos por la norma ASTM D-6751, como lo son la densidad y viscosidad cinemática con una media 916.2 - 917.1 y 14.36 – 14.29 respectivamente; por otra parte, los parámetros como índice de acidez y humedad sí cumplen con las especificaciones de dicha norma, con una media de 0.47-0.56 y 0.043-0.027 sucesivamente. Concluyendo con esto que el biodiesel producido a partir de aceite de ricino no puede ser usado directamente en motores de combustión sino más bien, deben de estar mezclados con diésel para lograr que las características físico-químicas estén dentro de norma.

Palabras clave: Transesterificación, Biocarburantes, Efecto Invernadero, Alquilésteres.

Abstract

The transesterification of oils and fats is a process that is gaining much more interest in the biofuels industry, due to the fact that it is currently the main available means capable of replacing the use of fossil fuels, reducing greenhouse gas emissions. The present study aims to produce biodiesel from castor oil. A biodiesel was obtained that does not comply with a large part of the parameters established by the ASTM D-6751 standard, such as density and kinematic viscosity with an average of 916.2 - 917.1 and 14.36 - 14.29 respectively; On the other hand, the parameters such as acidity and humidity index do comply with the specifications of said standard, with an average of 0.47-0.56 and 0.043-0.027 successively. Concluding with this that the biodiesel produced from castor oil cannot be used directly in combustion engines but rather, they must be mixed with diesel to achieve that the physical-chemical characteristics are within the norm.

Keywords: Transesterification, Biofuels, Greenhouse Effect, Alkylesters.

Introducción

El mejoramiento de la calidad de vida de la sociedad, ha provocado el uso indiscriminado de recursos naturales. Por tal motivo, existe un creciente interés hacia el desarrollo de nuevas formas de energía alternativas y renovables (García J. M., 2006).

En la actualidad, el ser humano presenta la necesidad de encontrar nuevas alternativas a las energías fósiles debido a dos aspectos fundamentales: el primero, es que los combustibles fósiles se están agotando día a día, y se requiere un combustible alternativo para cumplir con la demanda de energía del mundo. El biodiesel es una de las mejores fuentes disponibles para suplir esta demanda (Basha, Gopal & Jebaraj, 2009).

Como segundo aspecto está la preservación del medio ambiente; el hombre está obligado a contribuir con soluciones a la problemática ambiental y todos los daños que conllevan las actividades que realiza; por esto, los científicos han puesto la mirada en los biocombustibles y en especial en el biodiesel.

El biodiesel, está actualmente ganando importancia cada vez más como un combustible viable debido a que los recursos fósiles se están agotando. Químicamente, el biodiesel es producido por los ácidos grasos presentes en las moléculas de triglicéridos derivados de la obtención de grasa vegetal y grasa animal. Se produce por el mecanismo de transesterificación lo que significa que el glicerol contenido en los aceites es sustituido por un alcohol ante la presencia de un catalizador (Meher et al., 2004).

El biodiesel, es un biocombustible líquido que se obtiene a partir de lípidos naturales como aceites vegetales y grasas animales, limpios o usados, mediante procesos industriales de transesterificación (Cornejo & Estrada, 2012).

Existen varios procedimientos para reducir la viscosidad del aceite vegetal; de esta forma, puede emplearse como un combustible apto para motores diésel; los métodos empleados generalmente son: dilución con diésel, micro emulsión con alcoholes, descomposición térmica, cracking catalítico y transesterificación (Demirbas, 2006).

Entre los métodos mencionados la transesterificación, se destaca como el proceso de modificación de aceite más viable, siendo la transesterificación Alkali catalizada el proceso comúnmente empleado para la producción de biodiesel a nivel comercial (Demirbas, 2006).

La transesterificación, se refiere a la reacción entre un aceite o grasa y un alcohol, para producir ésteres alquílicos de ácidos grasos (biodiesel) y glicerol. La reacción, es una reacción de equilibrio en la cual se transforman las moléculas de triglicéridos, grandes y ramificadas, en moléculas de ésteres alquílicos, lineales, no ramificadas, de menor tamaño similares a las del diésel.

La reacción de transesterificación, se puede realizar con cualquier alcohol (metanol, etanol, propanol, butanol, entre otros); generalmente, se emplea metanol o etanol debido a que son técnica y económicamente más convenientes (Demirbas, 2006).

Para obtener biodiesel es necesario el proceso de transesterificación, que tiene lugar cuando los triglicéridos reaccionan con el metanol, (el cual es de los compuestos más utilizados, puesto que permite alcanzar un mayor porcentaje de ésteres metílicos y además es económico); bajo la acción de KOH o NaOH (como catalizadores básicos que agilizan la reacción de transesterificación), para obtener una mezcla de metilésteres de ácidos grasos y glicerina (Arias y Herrera, 2008).

Uno de los factores a considerar en la producción de biodiesel es el tipo de materias prima que se utilizará. El reto para cualquier país o región es la implementación de procesos de producción basados en materias primas con disponibilidad local (García-Cota et al., 2009).

La semilla de higuierilla se considera como una materia prima apropiada para la elaboración de este biocombustible por su alto contenido de aceite y las características del mismo, entre las que se destaca su alta solubilidad en alcohol a temperatura ambiente (Barnes et al., 2009; Scholz & Nogueira, 2008).

El grano de higuierilla tiene alto contenido de aceite, entre 45 y 55%, comparado con el girasol que contiene entre el 38 y 48%, la soja que tiene entre 40 y 47% y el algodón que contiene entre el 15 y 19%, característica que hace a la planta muy atractiva (Solís et al., 2011; Rafael y Alfredo, 2013) para la extracción de este producto.

El aceite de ricino posee una composición química peculiar, debido al alto contenido (87-97%) de ácido ricinoleico (ácido cis-12-hidroxi octadeca-9-enoico). La presencia del grupo hidroxilo provee de características únicas tanto al aceite de ricino como a sus derivados: polaridad, alta viscosidad y gravedad específica, además de permitir su completa solubilidad en alcoholes (García-Cota et al., 2009).

La higuierilla, es considerada como materia prima en la producción de bioenergéticas y aceites industriales. La bioenergía es aquella energía generada por la biomasa o material de origen biológico que se encuentra sobre la superficie (Pabón, 2010; Goytia et al., 2011).

En el presente el principal objetivo fue la transesterificación de aceite de higuierilla (*Ricinus communis*) de la variedad Portoviejo -67, para luego realizarle los respectivos análisis fisicoquímicos en el laboratorio de química de la Universidad Técnica de Manabí. De esta manera, se podrá definir si el producto obtenido es viable para las diferentes aplicaciones en la industria de los plásticos, cosméticos y también como la obtención de biocombustibles, lubricantes y entre otros usos industriales, rigiéndose mediante las normativas ASTM (American Society for Testing and Materials) y NTC.

Metodología

Muestreo

Las muestras utilizadas para los distintos análisis fueron obtenidas en las instalaciones de La Estación Experimental Portoviejo del Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias (INIAP) donde a través de varios procesos químicos se obtuvo el aceite de higuierilla de la variedad PORTOVIEJO -67.

Pre-tratamiento de la muestra

Antes de utilizar los residuos grasos o aceites no convencionales en la producción de biodiesel, fue necesario determinar cuáles son sus propiedades fisicoquímicas, esto para evitar la presencia de residuos que interfieran en la reacción de transesterificación; por ello, las materias primas en función de sus características deben ser expuestas a un pre tratamiento (Ramírez et.al, 2012).

Caracterización de la muestra

Se llevó a cabo una caracterización de la muestra con el fin de conocer la influencia de los distintos análisis físico-químicos del aceite de higuierilla (*ricinus communis*), según lo establecen las normas antes mencionadas.

Análisis físico-químicos realizados a la muestra y el biodiesel

Índice de acidez

Para la determinación del índice de acidez se empleó como patrón una solución de NaOH (hidróxido de Sodio) y como indicador una solución de fenolftaleína.

Determinación del Porcentaje de acidez

Para realizar la determinación del porcentaje de acidez de la muestra se realizó un ensayo por triplicado. Primero se procedió a utilizar un vaso de precipitación de 250 ml, una muestra de 2 g de aceite de higuierilla más 10 ml de etanol, y para titular una solución estandarizada de NaOH al 0.0818 N. Dicha solución estandarizada, se colocó en una bureta de 25 ml con llave de paso de teflón. Se procedió a titular, para luego añadirle a la muestra 4 gotas de fenolftaleína y se neutralizó con una disolución de NaOH al 0.0818 N, esto hasta que el color de la muestra en el vaso de precipitación cambió a rosa.

La determinación del porcentaje de acidez se realiza mediante la siguiente fórmula:

(Ec.1)

$$\% \text{ de acidez} = \frac{V \times N \times \text{Meq} \times 100}{P} \quad (\text{Ec. 1})$$

En donde:

V: volumen de NaOH consumido en la titulación

N: Normalidad del NaOH (0,0818 N)

Meq: Mili equivalente químico del ácido predominante en la muestra (ácido ricinoleico)

P: Peso de la muestra

Índice de acidez: (Ec. 2)

$$g = \frac{V \times N \times \text{Eq KOH}}{1g \text{ muestra}} \quad (\text{Ec. 2})$$

En donde:

V: volumen de NaOH consumido en la titulación

N: Normalidad del NaOH (0,0818 N)

Eq KOH: Equivalente químico del KOH

1 gramo muestra

El índice de acidez (IA) o Valor ácido se define como la cantidad de miligramos de NaOH necesaria para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en un gramo de aceite o grasa (Nielsen, 2003) y constituye una medida del grado de hidrólisis de una grasa.

Empleando la fórmula indicada, siendo las unidades expresadas en mg NaOH/g aceite, y partiendo desde el porcentaje de ácidos grasos libres se obtiene el índice de acidez (García Martínez et al., 2014).

Índice de peróxido

Para realizar el cálculo del índice de peróxido, se procedió a preparar tres soluciones de: ácido acético-cloroformo (3:2 volumen-volumen), yoduro de potasio (KI), tiosulfato de sodio ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) y un indicador de almidón soluble. Posteriormente, se pesaron 5g del aceite, en un matraz Erlenmeyer de 250 ml con tapón de vidrio, luego se añadieron 30 ml de la solución preparada previamente de ácido acético-cloroformo con agitación constante hasta disolver la muestra. Se colocó con una pipeta volumétrica 0,5 cc de la solución de KI; de la misma forma se agitó y se dejó reposar en un lugar oscuro durante 1 minuto. Transcurrido este tiempo, se añadió 30 ml de agua destilada, y finalmente se tituló con tiosulfato de sodio hasta que desapareció la coloración amarilla de la solución de yodo. Finalmente, se procedió añadir 2 gotas de la solución indicadora de almidón y se tituló otra vez hasta lograr que la coloración azul desaparezca.

El cálculo para determinar el índice de peróxido se realizó mediante la siguiente fórmula: (Ec. 3)

$$\text{Índice de peróxido} = \frac{(S-B) \cdot N \cdot 1000}{\text{peso de la muestra}} \quad (\text{Ec.3})$$

En donde:

S: mL de tiosulfato de sodio gastados en la titulación de muestra

B: mL de tiosulfato de sodio gastados en la titulación del blanco.

N: Normalidad del tiosulfato de sodio.

Índice de Yodo

Para realizar este procedimiento fue necesario preparar los reactivos y soluciones que se describen a continuación:

Reactivo de Wijs:

Primeramente, se pesó aproximadamente 1.5 g de yodo, y se colocó en un matraz Erlenmeyer de 250 mL; a esto se le añade 100 mL de ácido acético glacial y se calentó hasta que el yodo se disuelva, para luego filtrar la solución a través de lana y se guarda en un frasco color ámbar con tapón esmerilado. Después de esto se procedió añadir 25 mL de la solución anterior en un vaso de precipitación; posteriormente, se colocó una corriente de cloro a través del resto de la solución hasta que desaparezca el color púrpura para luego agregar la solución del vaso al frasco hasta que se haya eliminado el cloro libre y haya un ligero exceso de yodo. Terminado este proceso es recomendable dejarlo en un

lugar oscuro.

Obtención de la corriente de cloro

Para esto se procedió a colocar en un kitasato de 250 mL con tapón de goma 8 g de dióxido de manganeso (MnO_2) y por la parte superior del mismo se ubica un embudo separador en el cual se añade ácido clorhídrico gota a gota. El cloro gaseoso sale por un lado a través de una manguerita que está sujeta a un tubo hacia otro recipiente.

Preparación de la solución de yoduro de potasio.

Se pesa en un vaso de precipitación 10 g de yoduro de potasio y se añade agua destilada hasta llegar a los 100 g; se procede a disolver para obtener la solución de yoduro de potasio.

Determinación del índice de yodo

Para determinar el índice de yodo en la muestra, se preparó una solución de KI, Solución de Wijs, Cloroformo y la solución indicadora de almidón. Una vez preparados todos estos reactivos empezamos a pesar 0,13 a 0,15g de la muestra en un matraz Erlenmeyer de 250ml, para luego añadir 20 ml de cloroformo para disolver el aceite; a continuación, le añadimos 15 ml del reactivo de Wijs agitando el matraz rápidamente y cubriéndolo con papel aluminio. Esto se lo hace para evitar el contacto con la luz. También preparamos un blanco con el disolvente y reactivo de la misma forma, pero este es sin la muestra problema. Se deben tener los matraces en la oscuridad durante 1h. Una vez transcurrido este tiempo, añadimos 20 ml de la solución preparada de KI al 10% y 50 ml de agua destilada a cada matraz. Para finalizar esta solución, utilizamos tiosulfato de sodio para titular hasta que se aprecie que el color amarillo producido por el yodo haya desaparecido y este se vuelva amarillo tenue, luego añadimos de 3 a 4 gotas de la solución de almidón y continuamos titulado hasta que desaparezca el color azul.

El cálculo del índice de yodo se realizó mediante la siguiente fórmula: (Ec. 4)

$$\text{Índice de yodo} = \frac{(a-b) * N * 12,69}{\text{peso de la muestra}} \quad (\text{Ec.4})$$

En donde:

a: Volumen $Na_2S_2O_3$ en ml del blanco

b: Volumen $Na_2S_2O_3$ en ml de la muestra

N: Normalidad del tiosulfato de sodio 0.1.

Índice de saponificación

Primeramente, se pesó 2g de muestra, luego se añadió 40 ml de NaOH en solución, se le colocó una pastilla magnética y se llevó a 40°C durante una hora; se añadió cinco gotas de fenolftaleína y se tituló con HCl al 0.13N. También se preparó una muestra de blanco con 40 mL de NaOH y se tituló con HCl al 0.13N.

El cálculo del índice de saponificación se realizó mediante la siguiente fórmula: (Ec. 5)

$$\text{Índice de saponificación} = \frac{(B-M) * N}{P} * Eq \ NaOH \quad (\text{Ec.5})$$

En donde:

B: Volumen de HCl consumido por el ensayo en blanco.

M: Volumen de HCl consumido por la muestra problema.

N: Normalidad de la solución de HCl.

P: Peso de la muestra.

Eq NaOH: 40

Densidad

Para obtener el cálculo de la densidad del aceite, se realizaron 3 muestras utilizando el equipo necesario, como lo es el picnómetro; posteriormente, se colocaron los picnómetros en una balanza electrónica TD50002A y se calibraron. Luego se adicionó el aceite hasta el límite permisible y se dividió el valor obtenido de la balanza por 25, ya que es el volumen del picnómetro. La densidad se la obtuvo en g/ml, para posteriormente realizar la conversión a kg/m^3 . Los valores de la densidad para los aceites vegetales a condiciones normales de presión y temperatura varían entre 82 Kg/m^3 a 96 Kg/m^3 .

El cálculo de la Densidad se realizó mediante la siguiente fórmula: (Ec.6)

$$\text{Formula de densidad por el método del picnómetro : } \rho_1 = \left(\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \right) \rho_w \quad (\text{Ec.6})$$

En Donde:

m_0 : masa del picnómetro vacío

m_2 : masa del picnómetro con el aceite

m_1 : masa del picnómetro con agua

ρ_w : densidad del agua

Viscosidad

Para el cálculo de la viscosidad se necesitó del equipo necesario como es el viscosímetro de Ostwald, un cronómetro, muestras, un gotero, calentador eléctrico THERMO SCIENTIFIC SP 88857100, termómetro digital JENWAY 3540 y agua destilada. Primero se procedió a calentar el agua destilada hasta llegar a los $40 \text{ }^\circ\text{C}$, luego, se llenó la ampolla inferior con la ayuda de un gotero; posteriormente, bombeamos el agua con una pera hasta llenar la ampolla superior y cubrimos el lado donde se llenó la ampolla para evitar que el fluido descienda por gravedad. Con la ayuda de un cronómetro se determinó el tiempo que tarda el agua en descender desde el punto A - B. El proceso se realiza para saber el tiempo de cualquier tipo de fluido.

Para determinar la viscosidad dinámica se utiliza la siguiente fórmula: (Ec. 7)

$$\text{Viscosidad} = \frac{\eta_{H_2O}}{\eta_{fluido}} = \frac{\rho_{H_2O} t_{H_2O}}{\rho_{fluido} t_{fluido}} \quad (\text{Ec.7})$$

Dónde:

η = Viscosidad dinámica

ρ = Densidad

t= Tiempo

Para el cálculo de la viscosidad cinemática se realizó mediante la siguiente fórmula:

(Ec. 8)

$$\varphi = \frac{\mu}{\rho} \quad (Ec.8)$$

Dónde:

φ = Viscosidad cinemática

ρ = Densidad

μ = Viscosidad dinámica.

Contenido de agua (Humedad)

Para determinar el contenido de agua; es decir la humedad, se procedió a colocar la muestra en una cápsula de porcelana previamente tarada y pesada; el peso de la muestra que se colocó fue de 26,70g, seguidamente se colocó la capsula de porcelana en la estufa de secado durante una hora. Una vez transcurrido este tiempo se retiró la muestra de la estufa y se procedió a pesarla de nuevo.

El cálculo de la humedad se realizó mediante la siguiente formula:(Ec. 9)

$$\% \text{ humedad} = \frac{B-C}{A} \times 100 \quad (Ec. 9)$$

En donde:

A=muestra húmeda

B= crisol + muestra húmeda

C= crisol + muestra seca

Transesterificación

La reacción de transesterificación (o alcoholisis) de un aceite vegetal es aquella en la cual, una molécula de triglicérido, componente mayoritario en un aceite, reacciona con un alcohol, generalmente ligero, bajo la acción de un catalizador, para producir una mezcla de ésteres de ácidos grasos y glicerina [Schuchardt et al, 1998].

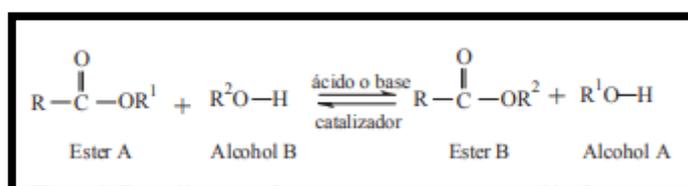


Fig. 1. Reacción general de Transesterificación

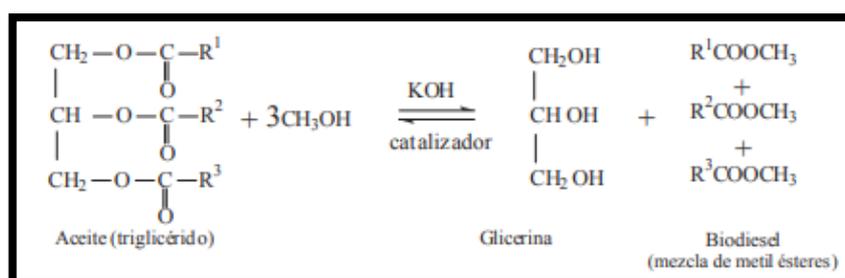


Fig. 2. Reacción de Transesterificación de triglicéridos mediante metanol.

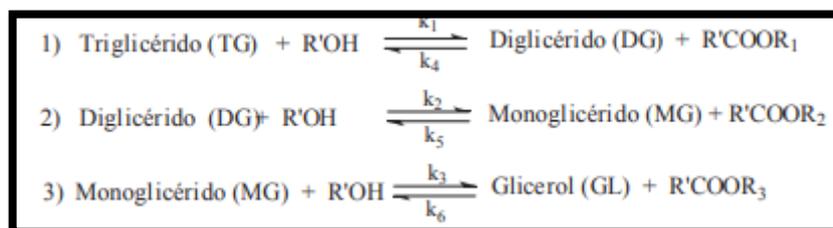


Fig. 3. Secuencia de reacciones reversibles en la transesterificación de triglicéridos.

Preparación del catalizador

Normalmente, los catalizadores básicos más eficientes son los alcóxidos de sodio, pero debido a su elevado coste son industrialmente menos utilizados. El metóxido de sodio ha sido reportado como más eficaz que el hidróxido de sodio, porque una pequeña cantidad del agua es producida sobre la mezcla NaOH y MeOH. Sin embargo, el hidróxido de sodio e hidróxido de potasio son también capaces de catalizar la transesterificación y debido a que son muy baratos, extensamente son usados en la industria de producción de biodiesel (Fukuda, 2001).

Para esta preparación se colocó en un mortero, 1 g de NaOH diluido en 21,71g de metanol obteniendo el metóxido.

Transesterificación Alcalina

En el método de transesterificación con metanol vía alcalina, el catalizador (NaOH) es disuelto en el alcohol en un pequeño reactor. El aceite es transferido al reactor de biodiesel y después la mezcla catalizadora/alcohol. La mezcla se agitada a 60 °C de temperatura y una presión ambiente (1 atm). Una reacción de transesterificación exitosa produce dos fases líquidas: éster y glicerina cruda (Fukuda y et. al. 2001).

Para realizar el procedimiento de transesterificación se utilizó una relación molar de metanol: aceite de higuera igual a 6:1 ; posteriormente se procedió a utilizar un matraz de 500 ml y una pastilla de agitación, en el cual se añadieron 100 g del aceite de higuera previamente pesados; luego se colocó dicho matraz en una plancha de calentamiento y se agregó la pastilla de agitación, para cuando esta solución alcanzara la temperatura entre 50 °C y 60 °C se agregara el metóxido de sodio y se procediera a tapar el matraz con un tapón de caucho y se le ubicó un termómetro digital para llegar y controlar la temperatura deseada hasta que este cumpliera el tiempo de operación. Cabe indicar que la relación del catalizador, frente al aceite empleado fue del 1%.

Variable de operación

La alcoholólisis ocurre a variadas temperaturas dependiendo del aceite y alcohol empleado. Aunque al incrementar la temperatura el rendimiento aumenta y el tiempo de reacción se reduce, se recomienda que la temperatura no exceda el punto de ebullición del alcohol, porque se vaporiza y forma burbujas que limitan la reacción en las interfaces alcohol/aceite/biodiesel (Liu y et.al.,2008).

Es importante saber que el metanol tiene una temperatura de ebullición de 64,7 °C; es por esto que las temperaturas utilizadas en los ensayos fueron de 50 °C y 60 °C medidas constantemente con el termómetro digital, y se realizaron replicas por triplicado en intervalos de tiempo de 30, 45 y 60 min para cada temperatura.

La agitación se reguló en la placa de calentamiento a 600 rpm.

Separación del biodiesel obtenido y la glicerina

Para realizar la separación del biodiesel obtenido y la glicerina, se procedió a utilizar el método de decantación. Este consiste en colocar el biodiesel en un embudo de decantación y dejarlo en reposo aproximadamente 24h. Luego de que las dos fases estuvieran visiblemente separadas, se colocó un vaso de precipitación y se procedió a abrir la llave del embudo y se separó la glicerina del biodiesel.

Lavado y secado del biodiesel

Primeramente, se procedió a lavar el biodiesel obtenido con agua destilada a 50 °C, usando un embudo de decantación y posteriormente colocando 1/3 de dicha agua en el biodiesel, para luego agitarlo levemente y dejándolo en reposo 10 minutos para proceder finalmente a retirar el agua. Dicho procedimiento se realizó 5 veces en cada muestra. Luego de los lavados, se procedió a colocar la muestra en la estufa de secado a 100 °C por aproximadamente una hora para eliminar posibles restos de agua presentes por medio de la ebullición.

Finalmente, el biodiesel obtenido se colocó en envases de vidrio color ámbar herméticamente cerrados para su posterior caracterización.

Resultados y Discusión

Resultados de la caracterización de la muestra

Tabla 1. Parámetros de caracterización de la muestra inicial de aceite de higuera (*Ricinus Comunnis*)

| Parámetros | Resultados | Referencia | Unidad | Método |
|--------------------------|------------|------------|----------------------------------|-------------|
| Índice de acidez | 0,62 | 2 Máx. | mgNaOH/g _{aceite} | NTC 2366 |
| Índice de yodo | 75,4 | 125 Máx. | g de yodo/100g _{aceite} | EN 14111 |
| Índice de saponificación | 190,45 | 184 Máx. | mgNaOH/g _{grasa} | ASTM D5558 |
| Densidad | 924 | - | kg/m ³ | ASTM D 1217 |
| Viscosidad | 627 | - | mm ² /s | ASTM D445 |
| Humedad | 0,36 | 0,075 Máx. | % | INEN 39 |

De acuerdo a la norma NTC 2366 que se tomó de referencia, el índice de acidez de la muestra caracterizada fue de 0.62; una cantidad suficientemente baja como para permitir la catálisis básica en la reacción de transesterificación (Canakci & Van Gerpen, 2011), resultados similares se evidencian en Montoya (2009), en donde el índice de acidez fue de 0,8. Rodríguez, Ávila & Romero (2016) señalan que el índice de acidez determina los ácidos grasos libres que tiene cada aceite, por consiguiente, entre menor número de ácidos grasos tenga el aceite es mejor, ya que estos pueden reaccionar con el catalizador (metanol) para formar jabón.

Respecto al índice de yodo, se siguió la metodología descrita en la norma EN 14111

teniendo como resultado 75.4 g de yodo/100g; dado que las propiedades físico-químicas que posee el aceite, le confiere un bajo índice de yodo (Scholz & Da Silva, 2008); en otras palabras, Machuca et al., (2010) explica que el índice de yodo calculado presenta la cantidad de este compuesto que puede absorber el aceite vegetal en los enlaces insaturados, cuanto mayor sea el mismo mayor será la adsorción en los enlaces dobles (López, 2012).

Mientras tanto, la humedad contenida en la muestra de aceite demuestra ser menor del 1% tal como lo establece la norma INEN 39; que, a pesar de ser mayor en relación de otros aceites, es tolerable para la mayoría de los procesos de producción de biodiesel (Van Gerpen, 2004).

Con base en la norma ASTM D 1217, la densidad de la muestra fue de 924 kg/m³, un valor bastante elevado comparado con otros aceites vegetales, esto debido a la formación de puentes de hidrógeno entre sus moléculas (Berman & Wiesman, 2011).

Por último, la viscosidad cinemática obtenida a partir del aceite de higuera mediante el uso de la norma ASTM D445 fue de 627 mm²/s, mientras que Lozada & Velásquez (2009) en su investigación señala un viscosidad de 625 mm²/s; un valor bastante cercano al nuestro puesto que esto se atribuye de igual manera a la presencia del grupo hidroxilo en las moléculas del triglicérido, cuya peculiaridad contribuye a la producción de biodiesel en la reacción de transesterificación (Conceicao et al., 2007) debido a la alta polaridad y solubilidad en alcoholes (Scholz & Da Silva, 2008).

Resultados de los análisis al biodiesel obtenido

De los 100 g de aceite de higuera utilizados inicialmente en el proceso de transesterificación se obtuvieron 67,04 g de biodiesel, esto como una medida de todas las réplicas realizadas.

Tabla 2. Resultados de los parámetros obtenidos posterior a la obtención del biodiesel del aceite de higuera (*Ricinus Communis*) a 50 °C.

| Parámetros | Tiempo de reacción | | | | | | | | |
|--|--------------------|-------|-------|-------------------|-------|-------|-------------------|-------|-------|
| | 30 min | | | 45 min | | | 60 min | | |
| | Replicas | | | Replicas | | | Replicas | | |
| | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| Índice de acidez(mgNaOH/g _{grasa}) | 0.52 | 0,53 | 0,54 | 0,53 | 0,50 | 0,51 | 0,42 | 0,38 | 0,35 |
| | $\bar{x} = 0,53$ | | | $\bar{x} = 0,51$ | | | $\bar{x} = 0,38$ | | |
| Densidad (kg/m ³) | 0.923 | 0.921 | 0.916 | 0.920 | 0.917 | 0.915 | 0.912 | 0.910 | 0.912 |
| | $\bar{x} = 0.920$ | | | $\bar{x} = 0.917$ | | | $\bar{x} = 0.911$ | | |
| Viscosidad (mm ² /s) | 14,26 | 14,22 | 14,23 | 14,5 | 14,42 | 14,4 | 14,41 | 14,4 | 14,38 |
| | $\bar{x} = 14,2$ | | | $\bar{x} = 14,5$ | | | $\bar{x} = 14,4$ | | |
| Humedad (%) | 0,03 | 0,05 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,03 | 0,05 | 0,05 | ,004 |
| | $\bar{x} = 0,04$ | | | $\bar{x} = 0,04$ | | | $\bar{x} = 0,05$ | | |

Tabla 3. Resultados de los parámetros obtenidos posterior a la obtención del biodiesel del aceite de higuierilla (*Ricinus Comunnis*) 60 °C.

| Parámetros | Tiempo de reacción | | | | | | | | |
|--|--------------------|-------|-------|--------------------|-------|-------|--------------------|-------|-------|
| | 30 min | | | 45 min | | | 60 min | | |
| | Replicas | | | Replicas | | | Replicas | | |
| | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| Índice de acidez(mgNaOH/ggrasa) | 0,55 | 0,52 | 0,53 | 0,62 | 0,64 | 0,62 | 0,52 | 0,55 | 0,50 |
| | $\bar{x} = 0,53$ | | | $\bar{x} = 0,63$ | | | $\bar{x} = 0,52$ | | |
| Densidad (kg/m ³) | 915 | 922 | 912 | 926 | 924 | 918 | 915 | 912 | 910 |
| | $\bar{x} = 916,33$ | | | $\bar{x} = 922,67$ | | | $\bar{x} = 912,33$ | | |
| Viscosidad Cinemática (mm ² /s) | 14,3 | 14,18 | 14,24 | 14,40 | 14,35 | 14,30 | 14,4 | 14,27 | 14,25 |
| | $\bar{x} = 14,25$ | | | $\bar{x} = 14,32$ | | | $\bar{x} = 14,3$ | | |
| Humedad (%) | 0,04 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,02 | 0,03 | 0,02 | 0,03 |
| | $\bar{x} = 0,03$ | | | $\bar{x} = 0,026$ | | | $\bar{x} = 0,026$ | | |

Análisis De Resultados Y Discusión

Caracterización de la muestra

Tabla 4. Composición de ácidos grasos presentes en el aceite de higuierilla (*Ricinus Comunnis*)

| Ácido Graso | Contenido de ácido graso (% W) |
|--------------------------|--------------------------------|
| Ácido Ricinoleico | 89,5 |
| Ácido Linoleico | 4,2 |
| Ácido Oleico | 3,0 |
| Ácido Palmítico | 1,0 |
| Ácido Linolenico | 0,3 |
| Ácido Esteárico | 1,0 |
| Ácido Araquidico | 0,3 |
| Ácido Dihidroxiestearico | 0,7 |

Fuente: (Comprehensive Castor Oil Report, 2010, p. 63)

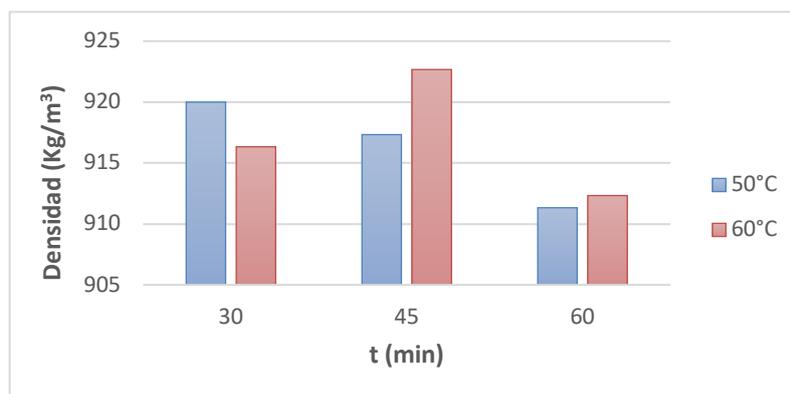
Biodiesel Obtenido

Tabla 5. Comparación con la norma ASTM 6751 para la determinación de las propiedades y calidad del biodiesel.

| N° | Propiedad | Unidades | Precisión | Norma ASTM 6751 | Técnica | Biodiesel del aceite de higuera | | Validación |
|----|-----------------------|----------------------------|-----------|-----------------|-------------------------|---------------------------------|-------|--------------------|
| | | | | | | 50 °C | 60 °C | |
| 1 | Densidad | kg/m ³ | ±0,1 | 870 -890 | Picnometría | 916.2 | 917.1 | Fuera de la norma |
| 2 | Viscosidad Cinematica | mm ² /s | ±0,1 | 1,9 – 6,0 | Viscosimetría | 14.36 | 14.29 | Fuera de la norma |
| 3 | Punto de inflamación | °C | ±0,1 | 130 min | Equipo normalizado | - | - | - |
| 4 | Agua y sedimentos | % | ±0,1 | 0,05 máx. | Equipo normalizado | 0.043 | 0.027 | Dentro de la norma |
| 5 | Índice de acidez | mg NaOH/g _{grasa} | ±0,1 | 0,8 máx. | Valoración ácido - base | 0.47 | 0.56 | Dentro de la norma |

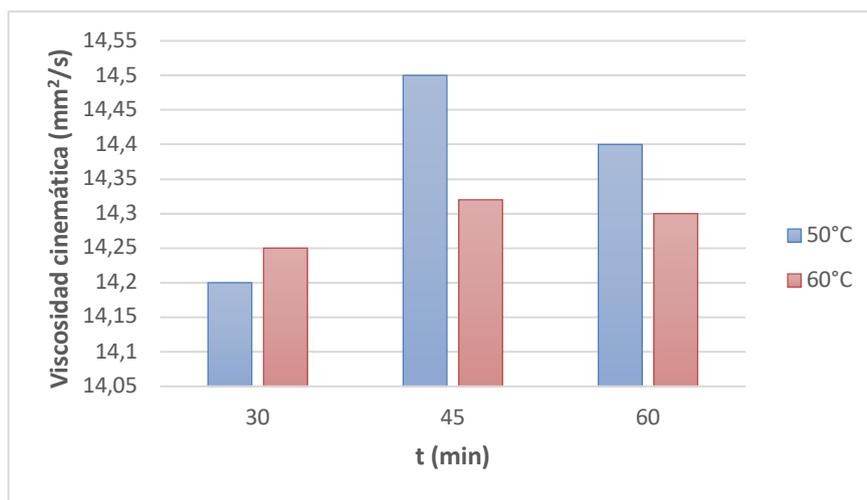
Los resultados obtenidos en la figura 4, indican que la densidad del biodiesel en los tiempos de 30, 45 y 60 minutos de reacción tanto para 50 °C (azul) y 60 °C (rojo) están fuera del rango de la norma ASTM D-6751 la cual establece un rango entre 870-890 kg/m³; esto debido a la presencia en su mayoría de ricinoleato de metilo (éster producido por la reacción entre el ácido ricinoleico y metanol), es decir, contiene un grupo hidroxilo y un doble enlace en su composición que contribuyen a mayor unión entre las moléculas causando una densidad más elevada (Conceicao et al., 2005). La densidad es una propiedad muy importante en los combustibles, un valor elevado puede ocasionar inconvenientes en los motores de inyección, además de que numerosas propiedades como el número de cetano o el poder calorífico están relacionados con la densidad (Tat & Van Gerpen, 2000)

Figura 4. Densidad del biodiesel obtenido a 50 °C (azul) y 60 °C (rojo) a diferentes tiempos de reacción



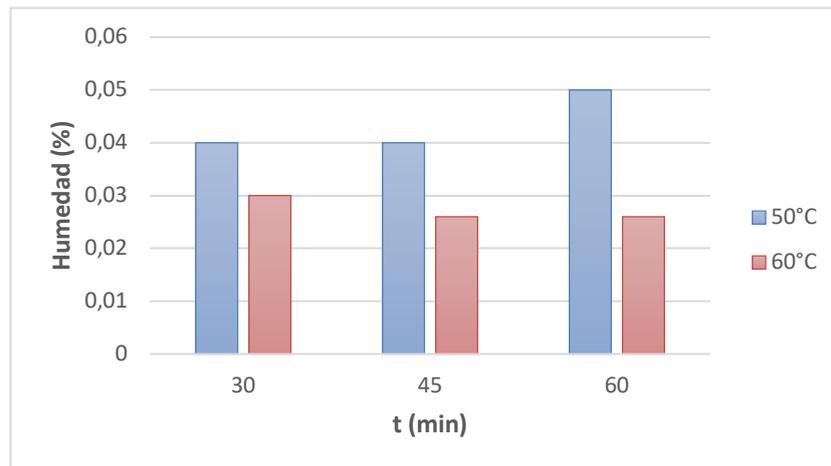
Como se observa en la figura 5, la media de la viscosidad cinemática medidos a 50 °C (azul) y 60 °C (roja) se encuentran fuera de la norma ASTM D-6751 con un valor de 14.36 y 14.2 mm/s² sucesivamente, a causa de los ésteres mayoritarios presentes en el biodiesel, pues serán quienes estimen un valor de este parámetro en el biodiesel. Este parámetro es fundamental en el funcionamiento del motor, puesto que un biodiesel con elevada viscosidad da lugar a combustiones incompletas en las cámaras de combustión y depósitos de carbono en los inyectores (Alptekin & Canakci, 2008); al mismo tiempo, un biodiesel con baja viscosidad produce poca lubricación en las bombas de inyección lo que resulta la aparición de fugas o desgaste del motor (Knothe & Steidley, 2005).

Figura 5. Viscosidad cinemática del biodiesel obtenido a 50 °C y 60 °C a diferentes tiempos de reacción.



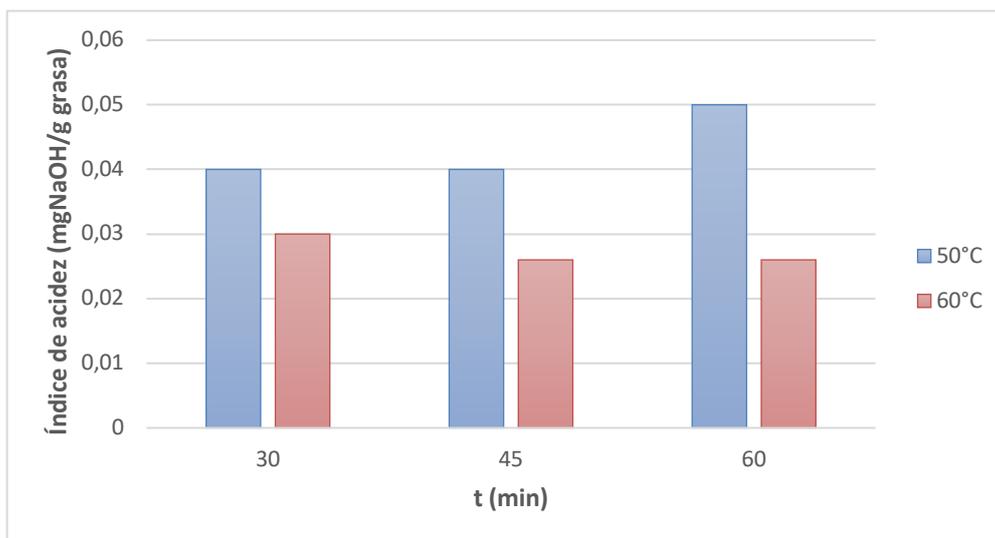
La figura 6 refleja la humedad obtenida en las muestras de biodiesel a 50 °C y 60 °C, las cuales fueron de 0.043 y 0.027%, respectivamente, indicando estar dentro de la norma ASTM D-6751 que especifica un volumen máximo de 0.05% de agua y sedimentos. Es importante tener en cuenta que el alto contenido de agua en el biodiesel puede conllevar problemas en los tanques de almacenamiento y el motor, en otras palabras, la sedimentación de agua en los tanques de almacenamiento puede ocasionar corrosión; así como también favorecer el crecimiento de microorganismos que puedan rellenar los filtros del motor y provocar su deterioro (Prakash, 1998). Este parámetro se encuentra correlacionado con el tiempo de almacenamiento que se dé al biodiesel, dado que la presencia del grupo hidroxilo en el ricinoleato de metilo hace que este biocombustible sea más higroscópico que el procedente de otras materias primas (Scholz & Da Silva, 2008).

Figura 6. Humedad del Biodiesel obtenido a 50 °C (azul) y 60 °C (rojo) a diferentes tiempos de reacción.



Respecto a la figura 7 el índice de acidez se obtuvo una media de 0,043 para la temperatura de 50 °C y 0,0273 en los 60 °C; por otra parte, se estima que el tiempo óptimo de reacción es de 60 minutos a 60 °C, ya que presentó un índice de acidez muy bajo en todas las réplicas, lo que favorece a un mayor rendimiento y menor oclusiones en motores; vale recalcar que ambos valores están en el rango permitido según las normas ASTM D-6751 en donde se especifica un valor máximo de 0,8.

Figura 7. Índice de acidez del biodiesel obtenido a 50 °C (azul) y 60 °C (rojo) en diferentes tiempos de reacción



Conclusión

El biodiesel obtenido presenta propiedades fisicoquímicas muy buenas como índice de acidez y porcentaje de humedad; sin embargo, presenta otras las cuales no están dentro de la norma ASTM D-6751 como son la densidad y viscosidad cinemática; por tanto, no lo hacen apto para el uso directo en el motor, de manera que se recomienda adicionar aditivos para disminuir estas características o en el menor de los casos en el momento de realizar las mezclas con el diésel u otro combustible, lograr que estas propiedades de la mezcla sean lo suficientemente cercana a las normas técnicas antes mencionadas.

Agradecimiento

Se agradece a la Facultad de Ciencias Matemáticas, Físicas y Químicas de la Universidad Técnica de Manabí y al laboratorio de Análisis Químico de la facultad de la respectiva universidad por el uso de sus instalaciones para la investigación.

Referencias Bibliográficas

1. Alptekin, E., Canakci, M. 2008 "Determination of the density and the viscosities of biodiesel-diesel fuel blends" *Renewable Energy*, 33, 2623-2630.
2. Álvarez, J. (2013). Obtención de biodiesel a partir de aceites usados en casa habitación de la comunidad del Refugio. Trabajo de Grado. Universidad Tecnológica de Tijuana, México. <http://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1004/349>
3. Arriola Gómez, G., & Monjaras Blanco, M. H. (2003). Comprobación de pureza de los aceites comestibles de diferentes marcas comerciales en el área metropolitana. <http://ri.ues.edu.sv/id/eprint/5600/1/10126050.pdf>
4. Ayala Ramírez, M. J. (2011). Evaluación de la calidad del aceite de mezclas vegetales utilizado en doce frituras sucesivas empleado para freír plátano hartón verde. <https://repository.javeriana.edu.co/bitstream/handle/10554/8796/tesis740.pdf>
5. Barnes, D. J., Baldwin, B.S., Braascha, D. A. 2009. Ricin accumulation and degradation during castor seed development and late germination. *Industrial Crops and Products* 30, pp. 254–258. Conceição, M. M., Candeia, R. A., Silva, F. C., Bezerra, A. F., Fernandes, V.J., Souza, A.G., 2007. Thermoanalytical characterization of castor oil biodiesel. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11, pp. 964–975.
6. Basha, S.A., Gopal, K.R. y Jebaraj, S. (2009). A review on biodiesel production, combustion, emissions and performance. *Renewable and sustainable energy reviews*, 13(6-7), 1628-1634.

7. Berman, P., Nizri, S., & Wiesman, Z. (2011). Castor oil biodiesel and its blends as alternative fuel. *biomass and bioenergy*, 35(7), 2861-2866.
8. Briceño, Y. et al. (2002). Optimisation of biodiesel production by sunflower oil transesterification. *Bioresource Technology*, 83, 111–114.
9. Canakci, M., & Van Gerpen, J. (2001). Biodiesel production from oils and fats with high free fatty acids. *Transactions of the ASAE*, 44(6), 1429.
10. Chan, A.; Crabtree, J.; Zhao, Q.; Lorenzi, H.; Orvis, J.; Puiu, D.; Melake-Berhan, A.; Jones, K.; Redman, J.; Chen, G.; Cahoon, E.; Gedil, M.; Stanke, M.; Haas, B.; Wortman, J.; FraserLiggett, C.; Ravel, J. and Rabinowicz, P. 2010. Draft genome sequence of the oilseed species *Ricinus communis*. *Nature Biotechnol.* 28(9):951-956
11. Conceicao, M.M., Candeia, R.A., Silva, F.C., Bezerra, A.F., Fernandes, J.V.J., Souza, A.G. 2007 "Thermoanalytical characterization of castor oil biodiesel" *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11, 964-975.
12. Conceição, M. M., Candeia, R. A., Dantas, H. J., Soledade, L. E., Fernandes, V. J., & Souza, A. G. (2005). Rheological behavior of castor oil biodiesel. *Energy & Fuels*, 19(5), 2185-2188.
13. Correa, L. (2014). "ANÁLISIS COMPARATIVO DE CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y FITOQUÍMICAS DEL ACEITE DE RICINO GENERADO EN SEMILLAS DE ECOTIPOS AUTÓCTONOS DE HIGUERILLA (*Ricinus communis*), EN TUNGURAHUA Y MANABÍ".
14. Cornejo, M. & Estrada, O. (2012). Caracterización de aceite de higuerilla (*Ricinus communis*) de dos variedades silvestres para la producción de biodiesel en la región del Valle de Mezquital, Hidalgo.
15. Demirbas, Ayhan (2005). Biodiesel production from vegetable oils via catalytic and non catalytic supercritical methanol transesterification methods. *Progress in Energy and Combustion Science*, 31, 466–487.
16. Demirbas, Ayhan (2006). Biodiesel production via non-catalytic SCF method and biodiesel fuel characteristics. *Energy Conversion and Management*, 47, 2271–2282.
17. Demirbas, Ayhan (2007). Importance of biodiesel as transportation fuel. *Energy Policy*, 35, 4661–4670
18. García-Cota, T. del N. J., De la Cruz-Gonzalez, V. M., Nájera-Martínez, I., Sanchez-Daza O. 2009. Purificación de biodiesel obtenido de aceite de ricinus. *Superficies y Vacío*, 22 (3), pp. 20- 23.
19. García, J. M. (2006). Biocarburantes líquidos: Biodiésel y Bioetanol. Universidad de Alcalá, Madrid, España.

20. Henao, Carlos et. al. (2007). Producción de biodiesel a partir de aceite crudo de palma: 1. Diseño y simulación de dos procesos continuos. *DYNA*, 151, 71-82
21. Knothe, G., Steidley, K.R. 2005 "Kinematic viscosity of biodiesel fuel components and related compounds. Influence of compound structure and comparison to petrodiesel fuel components" *Fuel*, 84, 1059-1065.
22. López, L. (2012). Obtención de biodiésel a partir de aceites usados de cocina del club de suboficiales de las fuerzas militares por transesterificación con catálisis ácida-básica. *Bogotá: Universidad de America*.
23. Lozada, J. R., & Velásquez, J. A. (2009). Transesterificación alcalí-catalizada del aceite de higuera. *Revista Investigaciones Aplicadas*.
24. Machuca, F., Mellizo, J., & Rojas, J. (2010). Optimización de condiciones de operación en la transesterificación de aceites de higuera y palma con etanol e hidróxido de Sodio. *Revista de la Facultad de Ciencias Básicas*.
25. Marchetti, J.M., V.U. Miguel y A.F. Errazu (2007). Possible methods for biodiesel production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11, 1300-1311
26. Meher, L. C., Sagar, D. V., & Naik, S. N. (2006). Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review. *Renewable and sustainable energy reviews*, 10(3), 248-268.
27. Montoya Arbeláez, J. I. (2009). Modelamiento y simulación de la cinética de transesterificación del aceite de ricino con alcohol etílico, catalizada con NaOH. *Ingeniería Química*.
28. Mott, R. L. (1996). *Mecánica de Fluidos Aplicada*. México: Pearson Educacion. [https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=xUavR0u66PEC&oi=fnd&pg=PA23&dq=Mott,+R.+L.+\(1996\).+Mec%C3%A1nica+de+Fluidos+Aplicada.+M%C3%A9xico:+Pearson+Educacion.&ots=wRAMwHRtIT&sig=Kp0l2grAKEb1LJyR3k5eIzN41U#v=onepage&q=Mott%2C%20R.%20L.%20\(1996\).%20Mec%C3%A1nica%20de%20Fluidos%20Aplicada.%20M%C3%A9xico%3A%20Pearson%20Educacion.&f=false](https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=xUavR0u66PEC&oi=fnd&pg=PA23&dq=Mott,+R.+L.+(1996).+Mec%C3%A1nica+de+Fluidos+Aplicada.+M%C3%A9xico:+Pearson+Educacion.&ots=wRAMwHRtIT&sig=Kp0l2grAKEb1LJyR3k5eIzN41U#v=onepage&q=Mott%2C%20R.%20L.%20(1996).%20Mec%C3%A1nica%20de%20Fluidos%20Aplicada.%20M%C3%A9xico%3A%20Pearson%20Educacion.&f=false)
29. Pabón, G. G. 2010. Estudio de las características botánicas y etnobotánicas de higuera (*Ricinus communis* L.). Cultivos energéticos alternativos. Pontificia Universidad Católica del Ecuador. 9-23 pp.
30. Prakash, C. B. (1998). *A critical review of biodiesel as a transportation fuel in Canada*. Global Change Strategies International Incorporated.
31. Ramírez, I. E. M., Vela, N. A. C., & Rincón, J. J. (2012). Biodiesel, un combustible renovable. *Investigación y ciencia*, 20(55), 62-70. <https://www.redalyc.org/pdf/674/67424409008.pdf>
32. Rodríguez, D. A. R., Avila, J. M. R., & Romero, D. H. M. (2016). Obtención de biodiésel a partir de mezclas de aceite de cocina usado y aceite de higuera por transesterificación. *Jóvenes en la Ciencia*, 2(1), 1850-1854.

33. Scholz, V., & Da Silva, J. N. (2008). Prospects and risks of the use of castor oil as a fuel. *Biomass and bioenergy*, 32(2), 95-100.
34. Solís B. J. L.; Muñoz O. A.; Escalante E. J. A.S. y Zamarripa, C. A. 2011. Crecimiento de variedades y componentes del rendimiento de higuerilla (*Ricinus communis* L.) en Montecillo, Estado de México. *Rev. Mex. Cienc. Agríc.* 6(7):311-323.
35. Tat, M. E., & Van Gerpen, J. H. (2000). The specific gravity of biodiesel and its blends with diesel fuel. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 77, 115-119.
36. Van Gerpen, J., Shanks, B., Pruszko, R., Clements, D., Knothe, G. 2004 "Biodiesel production technology" Subcontractor Report. National Renewable Energy Laboratory NREL/SR-510-36244

Conflicto de intereses:

Los autores declaran que no existe conflicto de interés posible.

Financiamiento:

No existió asistencia financiera de partes externas al presente artículo.

Agradecimiento:

Se agradece a la Facultad de Ciencias Matemáticas, Físicas y Químicas de la Universidad Técnica de Manabí y al laboratorio de Análisis Químico de la facultad de la respectiva universidad por el uso de sus instalaciones para la investigación.

Nota:

El artículo no es producto de una publicación anterior, tesis, proyecto, etc.