

2017

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla Facultad de Ingeniería Química



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



“Evaluación de bio-adsorbente para lavado en seco de biodiesel”

TESIS PRESENTADA PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
Ingeniero Químico.

Presenta:

Dorian Oliver Monzalvo Guadarrama

Asesores de tesis:

Dr. Manuel Sánchez Cantú.

M.C. Juana Deisy Santamaría Juárez.

Puebla, Pue.

Noviembre 2017.

Agradecimientos.

Un trabajo de investigación es siempre fruto de ideas, proyectos y esfuerzos previos que corresponden a otras personas.

En primer lugar deseo expresar mi agradecimiento a todos mis profesores que han contribuido significativamente durante todo mi proceso de formación y de manera especial a mis asesores de tesis, por la dedicación y apoyo que ha brindado a este trabajo, por el respeto a mis ideas y por la dirección y el rigor que ha facilitado el desarrollo de las mismas. Gracias por la confianza ofrecida desde que llegué a esta facultad. Por su orientación y atención a mis consultas sobre este trabajo, mi agradecimiento al Dr. Manuel Sánchez Cantú, y a la M. C. Juana Deisy Santamaría Juárez de la Benemérita Universidad autónoma de Puebla.

Un trabajo de investigación como el que se presenta a continuación también es fruto del reconocimiento y del apoyo vital que nos ofrecen las personas que nos estiman, sin el cual no tendríamos la fuerza y energía que nos anima a crecer como personas y como profesionales.

Mi mayor gratitud la merece mi familia, porque con ellos compartí una infancia feliz, que guardo en el recuerdo y es un aliento para seguir creciendo, pues siempre he recibido todo el apoyo moral y espiritual para continuar con mi camino profesional. A mis padres por el amor incondicional y por el esfuerzo en criarme y formarme como hombre de bien. A mis hermanos por la constante visión y opiniones que me mantuvieron sobre el rumbo.

Asimismo, agradezco a mis compañeros de la facultad su apoyo personal y humano pues nunca hizo falta más que mirar alrededor para darme cuenta que estaba rodeado de personas muy valiosas. Gracias a mis amigos, que siempre me han prestado un gran apoyo moral y humano, necesarios en los momentos difíciles de este trabajo y esta profesión.

Sin el apoyo de estas personas, este trabajo nunca se habría escrito y, por eso, este trabajo es también el suyo.

A todos, muchas gracias.

Contenido

Índice de tablas.....	iv
Objetivos.....	1
Hipótesis.....	1
Resumen	2
Capítulo I.	5
Antecedentes.....	5
1.1 Historia.....	6
1.2- Biodiesel.	7
1.2.2- <i>Obtencion de biodiesel</i>	9
1.2.3- <i>Reacción de transesterificación</i>	10
1.2.4.- <i>Aspectos normativos</i>	11
1.3- Purificación de biodiesel	13
1.3.1- Tecnologías de purificación en húmedo	15
1.4- Tecnologías de purificación en seco.....	16
1.4.1- <i>Purificación por bioabsorbentes</i>	18
1.5- Cáscara de higuera.	21
Bibliografía	¡Error! Marcador no definido.
Capítulo II	26
Metodología.....	26
2.1- Reactivos, materiales y equipos	27
2.2-Acondicionamiento de materias primas.	29
2.2.1- <i>Lavado y secado de resina de intercambio iónico</i>	29
2.2.2- <i>Acondicionamiento de cáscara de higuera</i>	30
2.2.3 <i>Secado de alcohol</i>	30
2.3.-Preparación de biodiesel de soya.	31
Figura 2.4: Dispensador utilizado para reacción de transesterificación.	32
2.4.-Técnicas caracterización de cáscara de higuera.....	32
2.4.1.- Difracción de Rayos X	32
2.4.2.- Microscopia electrónica de barrido	32

2.5.- Técnicas de caracterización de Biodiesel	33
2.5.1.- Índice de saponificación en Biodiesel	33
2.5.2.-Densidad de Biodiesel	34
2.5.3.-Índice de acidez	34
2.6.- Proceso de bio-adsorción y evaluación de efectos.	35
Bibliografía	¡Error! Marcador no definido.
Capítulo III.....	38
Resultados	38
3.1-Caracterización de Biodiesel Crudo	39
3.1.1-Densidad de biodiesel e índice de acidez de aceite de soya	39
3.1.2-Cantidad de jabones presentes en biodiesel.	40
3.2-Caracterización de la cáscara de higuera.	41
3.2.1- Difracción de Rayos X(DRX).....	41
3.2.2- Microscopía electrónica de barrido (MEB)	43
3.2.3- Espectroscopia de energía dispersiva (EED).....	44
3.3- Evaluación en la remoción de jabones por adsorción.	45
3.3.2-Efecto de temperatura	47
3.3.3- Efecto de tamaño de partícula de adsorción.....	48
Bibliografía	¡Error! Marcador no definido.
Conclusiones.....	52

Índice de figuras

Figura 1.1 Reacción de transesterificación para producción de biodiesel.....	111
Figura 1.2 Cáscara de arroz antes y después de su uso en la purificación.	19
Figura 1.3 planta de higuerilla (ricinus communis)	222
Figura 2.1 Reactor enchaquetado ESEVE.	28
Figura 2.2 Estufa de Calentamiento BINDER	28
Figura 2.3 Purolita adsorbente comercial.....	29
Figura 2.4 Acondicionamiento de cáscara de higuerilla.....	30
Figura 2.5 Montaje de secado de alcohol.....	31
Figura 2.6 Dispensor usado en reacción de transesterificación	32
Figura 2.7 Proceso de titulación para método de medición de cantidad de jabones presentes en biodiesel.	33
Figura 2.8 Efectos evaluados en la adsorción.....	35
Figura 2.9 Proceso de adsorción para BD.	36
Figura 3.1 Biodiesel decantado para pruebas de saponificación.	¡Error! Marcador no definido.0
Figura 3.2 Patrón de difracción de rayos X de muestra de cascara.....	42
Figura 3.3 Patrón de difracción para (a) Cáscara de fruto de palma (b) extracto de celulosa de fruto de palma (c) muestra comercial de celulosa.....	43
Figura 3.4 Micrografía de la cáscara de higuerilla.....	44
Figura 3.5: Espectro EDS de la cáscara de higuerilla.	4¡Error! Marcador no definido.
Figura 3.6: Evaluación de cantidad de adsorbente en remoción de jabones en biodiesel..	46
Figura 3.7: Efecto de temperatura de adsorción en la remoción de jabón en biodiesel....	48
Figura 3.8: Efecto de tamaño de partícula el remoción de jabones de biodiesel.....	49

Índice de tablas

Tabla 1.1: Impurezas presentes en el Biodiesel.	14
Tabla 1.2: Sistemas de purificación más comunes.....	15

Objetivos

General

Evaluar la cáscara de higuera como bioadsorbente para la remoción de jabones de biodiesel crudo.

Específicos

1. Establecer la metodología para acondicionar la cáscara de higuera.
2. Caracterizar la cáscara de higuera utilizando las técnicas Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).
3. Evaluar el bioadsorbente en la remoción de jabones de biodiesel crudo, variando la cantidad de adsorbente y el tamaño de partícula.
4. Evaluar el efecto de la temperatura de adsorción en la remoción de jabón en biodiesel.

Hipótesis.

La cáscara de higuera será capaz de adsorber un 50% de los jabones presentes en el biodiesel crudo.

Resumen

Durante la producción de biodiesel, los ácidos grasos libres en el aceite reaccionan con el catalizador de sodio para formar jabones. Después de separar el biodiésel y el subproducto glicerina, pequeñas cantidades de glicerina permanecen en el biodiesel. Estas impurezas de jabón y glicerina en el biodiesel pueden conducir al motor problemas de operación y almacenamiento de combustible.

El jabón y la glicerina se eliminan del biodiesel mediante lavado con agua que tiene varias desventajas, como la producción de grandes cantidades de aguas residuales que requieren tratamiento y causan problemas operativos tales como la formación de emulsiones. Recientemente, varios procedimientos alternativos de purificación "sin agua", como resinas de intercambio iónico y adsorbentes sólidos han sido evaluados.

El presente trabajo describe la evaluación de la cáscara de higuera (*ricinus communis*) como bioadsorbente empleado en la purificación en seco de biodiesel evaluando el contenido en jabones antes y después de procesos de adsorción, variando parámetros como temperatura de adsorción, tamaño de partícula y cantidad de adsorbente. Se comparó el potencial de la cáscara de higuera con el de una resina comercial (Purolita) después de un acondicionamiento previo que consistió en la reducción de tamaño a menores de 841 micrones y lavados con agua destilada y un secado de 4 horas a 60°C.

Se obtuvieron resultados favorables de adsorción pasando de un contenido de 950 ppm hasta 50 ppm de jabón presentes en biodiesel con las condiciones de 5% en peso de adsorbente, 40°C, y un tamaño de partícula de entre 250 y 500 micrones a un tiempo de 40 min la adsorción alcanzo un punto favorable de acuerdo con la normatividad ASTM.

Introducción

Actualmente, la fuerte problemática ambiental por contaminación de aire, agua y suelo ha motivado al uso de tecnologías que apoyen a la recuperación del equilibrio del planeta con la reducción de contaminantes y el uso energéticas alternativas.

Una de la problemáticas más alarmantes es la amplia dependencia que se tiene del combustible fósil (petróleo) y las altas cargas de contaminantes que representa su uso, pues además de emitir gases de efecto invernadero en su empleo en motores diésel es uno de los principales contaminantes con los llamados plásticos que son tan comunes en la vida diaria generando toneladas de desechos al año.

Indiscutiblemente es la fuente energética más importante a nivel mundial y esto ha generado incertidumbre pues se sabe que es un recurso no renovable y la economía mundial gira en torno al petróleo lo que ha llevado a la sociedad a buscar formas adecuadas de sustituir los combustibles fósiles. Como solución a este problema se ha planteado la posibilidad de generar energía a partir de fuentes renovables como la energía eólica, solar, mareomotriz y a partir de biocombustibles.

El uso de biocombustibles ha sido respaldado por distintas sociedades internacionalmente reconocidas con el objetivo de aumentar los suministros de combustible para transporte, disminuyendo la emisión de gases peligrosos, calentamiento global así como dando oportunidades de obtener ingresos al sector rural con el fin de a largo plazo lograr reemplazar los combustibles fósiles.

El biodiesel presenta importantes características como no toxicidad, biodegradabilidad, alto contenido energético y ausencia de azufre.

Hasta ahora se sabe que las desventajas potenciales de este combustible radican en la dificultad y elevados costos de purificación donde se busca reducir las cantidades de glicerina libre, metanol residual, jabón y humedad, entre otras; Deben estar dentro de los límites máximos establecidos por distintos organismos internacionales.

En este sentido, es necesaria la aplicación de métodos económicos y sustentables para aumentar la viabilidad de este combustible, ya que se han realizado estudios para lavado en seco por medio de resinas de intercambio iónico que resultaron ser efectivas pero a un alto costo, del mismo modo se han utilizado lavados en húmedo con agua y agua con distintas características, pero representa un problema la separación de agua además de las cantidades de agua necesarias son elevadas traduciendo esto a costos

elevados de purificación, por lo que se ha pensado en la manera de sustituir estas resinas por adsorbentes de mayor accesibilidad y menor costo.

Entre las opciones de purificación se encuentra el uso de compuestos provenientes del sector agrícola. Por mencionar algunos se encuentra, la cáscara de arroz, almidón de papa, jatrofa, maíz, etc. Con base en lo anterior se evaluó la cáscara de higuera, una planta presente en gran parte del territorio Mexicano que por sus capacidades de adaptabilidad a distintos medios y por distintas propiedades de la planta puede ser un potencial sustituto de las resinas de intercambio iónico y, de este modo, poder reducir los costos de purificación convirtiendo al biodiesel en una solución viable para la problemática actual.

Capítulo I.

Antecedentes.



*Sólo hay un bien: el conocimiento. Sólo hay un mal: la ignorancia. **Sócrates***

1.1 Historia

La historia de los biocombustibles nace prácticamente con el uso de los hidrocarburos como fuente de energía. La primera vez que se realizó un proceso de transesterificación de aceite vegetal fue en 1853, a cargo de los científicos E. Duffy y J. Patrick. (Porchat, 2009). Cincuenta años después, Rudolph Diesel presentó en la feria internacional de París su motor de compresión-ignición que funciona con aceite de maní y obtiene el primer premio. Diésel estaba convencido de que el futuro de su motor era funcionar con combustibles producidos a partir de la biomasa.

Entre 1893 y 1897 el Dr. Rudolf Diésel desarrolló el primer motor diésel, cuyo prototipo ya estaba previsto que funcionara con aceites vegetales, como por ejemplo el aceite de maní, que en las primeras pruebas funcionó bien. En los años veinte, los fabricantes de este motor decidieron modificarlo para reemplazar el uso de aceites vegetales por diésel mineral. (Texo, Betancour, & Duque, 2009). Años después Henry Ford hizo el primer diseño de su automóvil modelo T, y esperaba utilizar el etanol como combustible. La Standard Oil empleó a principios de los años veinte, en el área de Baltimore, 25% del etanol en gasolina, pero los elevados precios del maíz producto del que se obtenía junto con los altos costos de almacenamiento y las dificultades en el transporte, hicieron abandonar el proyecto además que petróleo irrumpió en el mercado por ser eficiente y disponible. (Rico, 2006).

La primera experiencia del empleo de un biocombustible en el transporte público data de 1938, cuando se utilizó biodiesel en la línea de ómnibus Bruselas-Lovaina en el curso de la Segunda Guerra Mundial. Los alemanes emplearon el biodiesel para mover sus flotas de guerra y los vehículos pesados en el norte de África.

A lo largo de la historia el biodiesel resurgió como alternativa en tiempos de crisis y escasez, por ser fácil de producir y por la gran disponibilidad de cultivos energéticos (Salinas & Gasca, 2009).

Su primera reaparición importante fue durante la Segunda Guerra Mundial en Alemania y la segunda fue en el año 1970, durante la llamada “crisis energética”. Las

primeras inversiones para la elaboración de biodiesel a escala industrial se llevaron a cabo en Austria y Alemania y recién en 1985, en Silberberg (Austria), se construyó la primera planta productora que se denominó RME (Rapeseed Methyl Ester), en la que se extraía biodiesel de la colza.

En el año 1990 Francia lanzó al mercado su propia producción de biodiesel, obtenido a partir de aceite de colza. Países como Alemania, Austria, Canadá, Estados Unidos, Francia, Italia, Malasia y Suecia son pioneros en la producción, ensayo y uso de biodiesel para automóviles.

Hoy en día se busca la inserción de este biocombustible al mercado impulsado por grandes asociaciones y empresas que buscan la diversificación y nuevos horizontes de mercado debido a las problemáticas de contaminación y a la demanda de productos derivados del petróleo, sin mencionar la problemática de que se terminará con los suministros de petróleo. (Gracia, 2006)

1.2- Biodiésel.

El biodiesel es un biocombustible líquido que se obtiene a partir de lípidos naturales como aceites vegetales o grasas animales, nuevas o usadas. Es caracterizado como un combustible biodegradable y no dañino para el medio ambiente ya que no es tóxico y está libre de compuestos aromáticos y azufre (Medina, Chávez, & Jáuregui, 2012). Las propiedades del biodiesel son muy similares a las de la gasolina de origen fósil, en cuanto a densidad, número de cetanos, eficiencia y rendimiento de los motores (diésel), destacándose que el biodiesel presenta un punto de inflamación superior (Sabri, Zuhairi, Teong, & Khayoon, 2012) . Sin embargo, el biodiesel presenta distintas ventajas como combustible en aspectos ambientales como de rendimiento.

Algunas ventajas del biodiesel frente al diésel convencional: El ahorro de combustibles provenientes del petróleo, la promoción al desarrollo agrícola ya que una fuente renovable de producción de combustibles alternativos con origen en la agricultura permite a la sociedad disponer de una fuente de empleo adicional y un buen aprovechamiento del terreno que en algunos casos no pueden ser aprovechados para

otros cultivos por condiciones políticas o de terreno, promoviendo también a la diversificación energética con el aprovechamiento de residuos ya que este supone un gasto económico y energético para las empresas que los producen. A su vez, el biodiesel posee mayor viscosidad y lubricación, es biodegradable reduciendo las cantidades de CO₂ en la atmósfera, no contiene azufre y posee un mayor número de cetano.

Algunas desventajas del biodiesel frente al diésel convencional son su punto de congelación entre 0 y -5°C especialmente el que se produce de palma africana lo que trae problemas en lugares fríos también se sabe que presenta el biodiesel una pérdida de potencia como consecuencia del poder calorífico ligeramente inferior que el diésel (12% menor en peso y 8% en volumen), por lo que su consumo es ligeramente mayor, también provoca daños de algunos componentes del motor. El éster metílico presente en el biodiesel puede disolver la goma y el caucho, materiales usados en la fabricación de juntas y sellos en determinadas partes del motor. Un punto importante es que el valor de la materia prima influye directamente en el precio del biodiesel pues los costos dependen de la elección de la materia prima, pueden ser elevados y guardan relación con el precio del petróleo internacional. Dichos costos son el 70% de los costos totales de biodiesel (Retana, 2008).

1.2.1- Materias primas

El biodiesel es sintetizado mediante una reacción de transesterificación de triglicéridos (aceites), y un alcohol (comúnmente etanol o metanol) y un catalizador en un proceso conocido como transesterificación.

En un balance de masa típico, por cada 100 kg de aceite vegetal crudo se requieren 10-15 kilogramos de alcohol para producir 100-105 kg de biodiesel y 10 kg de glicerol. (Horta, 2010).

Se estima que el crecimiento acelerado de la industria de biocombustibles impondrá importantes demandas sobre los recursos de tierra y agua, al tiempo que las necesidades para la producción de alimentos también las requerirán. Adicionalmente, algunos autores

han determinado que la materia prima representa aproximadamente entre 75% y 88% del costo total de producción.

Las materias primas empleadas en el proceso para obtención de biodiesel incluyen: aceites vegetales sin usar procedentes de plantas oleaginosas: colza, soya, girasol, palma, ricino, jatropha y semilla de cardo, entre otros. Aceites usados que pueden ser procedentes de industria de alimentación, hotelería, restaurantes, catering o caseros.

Los alcoholes que más comúnmente se utilizan para producción de biodiesel son metanol y etanol, aunque se pueden utilizar otros alcoholes propanol, isopropanol, butanol y pentanol, pero éstos son mucho más sensibles a la contaminación con agua, la cual inhibe la reacción. Pese a su naturaleza tóxica, el metanol es el alcohol más utilizado debido a su alta reactividad y bajo costo; además, los ésteres de metilo presentan mejores propiedades (menor viscosidad, punto de humo a temperaturas más bajas, por ejemplo) de acuerdo a las necesidades de los motores, en comparación de los ésteres producidos con alcoholes superiores (Demirbas, 2008).

Es necesario utilizar catalizadores para que ocurra la reacción que produce el biodiesel y sea posible desde un punto de vista cinético. Estos catalizadores pueden ser ácidos, básicos o enzimáticos, siendo los catalizadores básicos los que se utilizan a nivel industrial en la transesterificación, ya que actúan mucho más rápido y permiten operar en condiciones moderadas (Shereena & Thangaraj, 2009).

Entre los catalizadores básicos homogéneos, el NaOH y KOH son los más empleados. A pesar de que estos catalizadores son económicos y presentan elevados porcentajes de conversión, su uso conlleva a complejos procesos de purificación del producto (biodiesel), además de ser altamente corrosivos. (Gonzales & Moreno, 2007)

1.2.2-Obtencion de biodiesel

Existen diferentes tecnologías para producir combustibles para motores diésel tales como:

Uso directo y mezclado de grasas y aceites, pirólisis, micro-emulsión y la transesterificación; siendo esta última el único proceso que conduce a los productos,

ésteres alquílicos de cadena larga de ácidos grasos (aceites) comúnmente conocidos como biodiesel que puede ser mezclado en diferentes proporciones con el diésel mineral en los motores utilizados hoy en día (Knothe, Herpen, & Jürgen, 2005).

El producto principal es el biodiesel (crudo), junto con un residuo de valor añadido propanotriol (glicerina Cruda) que puede ser aprovechada por la industria cosmética, entre otras.

El biodiesel se clasifica de acuerdo al tipo de materia prima que se utiliza para su manufactura como biodiesel de primera, segunda y tercera generación. Los biocombustibles de primera generación se producen directamente de cosechas que pueden destinarse a la alimentación humana o del ganado, y por lo tanto su producción es muy polémica teniendo en cuenta los millones de personas en el mundo que mueren por hambre. Las principales fuentes son el almidón, el azúcar, grasas animales y los aceites vegetales. Los principales cultivos empleados son el maíz, la caña de azúcar, la soja y los aceites vegetales vírgenes.

Los combustibles de segunda generación también se conocen con el nombre de biocombustibles avanzados. Lo que les diferencia de los de primera generación es el hecho de que la materia prima usada para su producción no son cosechas que pueden destinarse para alimentación en primera instancia.

El término “tercera generación” se ha empezado a aplicar recientemente a los biocombustibles y se refiere a los biocombustibles obtenidos a partir de algas o microalgas. Según Javier Dufour, la cantidad de aceite producida por las algas alcanza los 10.000-20.000 m³/km², que resultan mucho más elevados que el alcanzado por la colza (120 m³/km²), la soya (40 m³/km²), la mostaza (130 m³/km²) y la palma (600 m³/km²). (Dufour, 2007)

1.2.3- Reacción de transesterificación

El proceso de transesterificación también conocida como alcoholisis consiste en combinar el aceite con un alcohol ligero, normalmente metanol, y un catalizador ácido,

básico o enzimático en donde los triglicéridos presentes en la materia prima (aceites) reaccionan para producir biodiesel y glicerina (J.M. Marchetti, 2013).

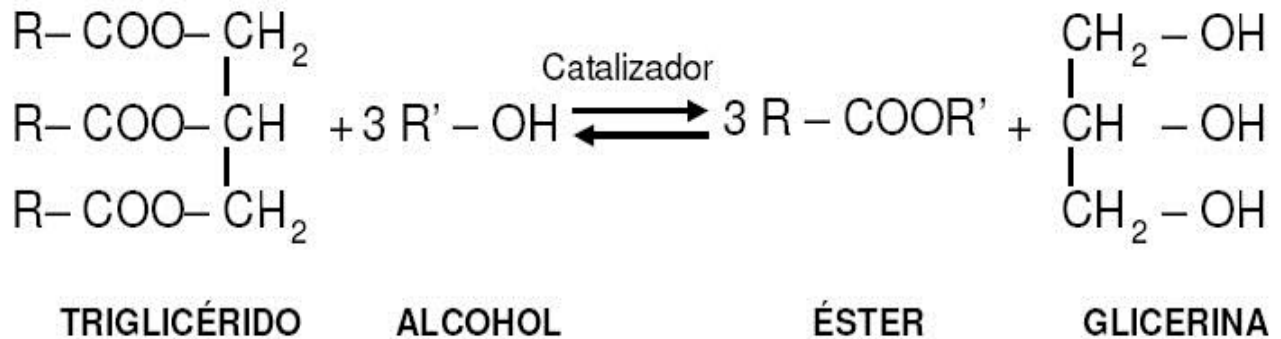


Figura 1.1: Reacción de transesterificación para producción de biodiesel.

A través del proceso de transesterificación de los aceites vegetales con metanol, se obtienen los ésteres metílicos derivados, que son compuestos oxigenados con características similares en su comportamiento a las del diésel, principalmente en lo referente a la viscosidad, temperatura de ebullición, residuo carbonoso y número de cetano.

La presencia de catalizador es esencial pues es el encargado de aumentar la velocidad de reacción y mejorar el rendimiento. Son comúnmente utilizados los catalizadores alcalinos como hidróxido de sodio o de potasio (Kucek, 2004).

En este sentido, en la síntesis del biodiesel, una etapa fundamental tras la reacción, es la separación de producto principal de los subproductos que se encuentran en el medio especialmente la glicerina y el metanol residual.

1.2.4.-Aspectos normativos.

Los ésteres metílicos no pueden clasificarse como biodiesel hasta que en las normas EN 14214 y ASTM entre otras se cumplan. Por lo tanto, la purificación es la etapa esencial por lo que American Society for Testing and Materials (ASTM) ha especificado

distintas pruebas que se deben realizar a los combustibles para asegurar su correcto funcionamiento.

Entre las normas nuevas y modificadas, están las siguientes:

La ASTM D6751-08, especificación para la existencia de mezclas de combustible biodiésel (B100) de destilación intermedia, que se modificó para incluir un requisito que controle las combinaciones secundarias y que brinda información más precisa sobre cómo funcionará el combustible en un ambiente frío.

La ASTM D975-08a, especificación para el fueloil para los motores diésel (que se usa en aplicaciones diésel convencionales y todo terreno), se modificó y ahora permite hasta un 5% de biodiésel. Esto permite que las mezclas B5 (5 % biodiesel de biodiesel) se traten de la misma manera que el diésel convencional (100% gasolina) a efectos de la realización de ensayos.

La ASTM D396-08b, especificación para el fueloil (usado en sistemas de calefacción y en calderas), que se modificó y ahora permite hasta un 5% de biodiésel. Como la norma D975, esta modificación permite que las mezclas B5 se traten de la misma manera que el fueloil convencional a efectos de la realización de ensayos.

La ASTM D7467-08, especificación para las mezclas de biodiesel (B6 a B20) de fueloil para motores diésel, es una especificación totalmente nueva que rige las propiedades de la mezclas que contienen entre 6% y 20% de biodiésel para ser usadas en motores diésel convencionales y todo terreno.

Aunque estas normas no se refieren específicamente al origen del biocombustible o la tecnología empleada para su obtención, algunos de los aspectos que contemplan pueden ser difíciles de cumplir para ciertas materias primas usadas en los biocombustibles avanzados.

En el año 2009 fue publicada la Ley de Promoción y Desarrollo de los Bioenergéticos en el diario oficial de la federación publicada en el año 2008 (Camara de

Diputados, 2008), el cual establece las dependencias encargadas de su aplicación y regulación (la SENER, la SAGARPA y la SEMARNAT), así como una comisión intersecretarial, que involucra a la Secretaría de Economía y a la de Hacienda. En este reglamento se establecen las regulaciones de materias primas, permisos y avisos requeridos, recomendaciones para el cuidado del ambiente. Desafortunadamente, no se menciona a los biocombustibles avanzados y los residuos municipales y agroindustriales en dicha reglamentación por lo que no están contemplados como bioenergéticos.

Derivadas de esas leyes y programas bioenergéticos, se pruebas de mezclas de biocombustibles (etanol con gasolina y biodiesel con gasolina) en las principales ciudades de México (Distrito Federal, Guadalajara y Monterrey) promoviendo al uso de los biocombustibles. Desafortunadamente, se da mayor atención a los biocombustibles de primera generación con tecnologías que ya han sido remplazadas a pesar del consenso de que el camino más sustentable es por la vía de los biocombustibles avanzados.

1.3- Purificación de biodiesel

Debido a la importancias de la purificación, The American Society for Testing and Materials (ASTM) ha especificado distintas pruebas que se deben realizar a los combustibles para asegurar su correcto funcionamiento.

La norma europea para biodiesel establece una cantidad máxima de 1% y de 12% en las normas para EE.UU. de ésteres derivados de grasas poli-insaturadas. Como ese porcentaje es mucho mayor para los aceites derivados de Jatrofa y algas, habría que implementar un paso adicional de purificación o hidrogenación para cumplir con la norma.

El biodiesel sin tratar, mejor conocido como biodiesel crudo, contiene varias impurezas: glicerol libre, jabón, metales, metanol, ácidos grasos libres (FFA), catalizador, agua y glicéridos. La vida del motor se puede reducir por altos niveles de impurezas. La Tabla 1.1 muestra el efecto de cada impureza:

Tabla 1.1: Impurezas presentes en el Biodiesel. (Lafont & Páez, 2010)

Impureza	Efecto	Método de prueba	Límites máximos	Unidades
Ácidos grasos libres(FFA)	Corrosión Baja estabilidad de oxidación	-	1	%(m/m)
Agua	Corrosión Formación FFA (hidrólisis)	EN ISO 12937 D2709 / P40 ASTM D2709	500	mg/kg
Metanol	Bajos valores de densidad y viscosidad Bajos puntos de separación flash Corrosión en piezas de Al y Zn	EN 14110	0.20	%(m/m)
Jabón, Catalizador	Deposito en inyectores Bloqueo de filtros	(ASTM)D2896	500	ppm
Glicerol	Problemas de sedimentación Incremento de emisiones de aldehídos y acroleínas ¹	EN 14105, EN 14106 ASTM D6584	0.02	%(m/m)

Debido a las dificultades y requerimientos necesarios para el uso adecuado del biodiesel se buscaron alternativas de purificación que mitigaran la problemática de contaminantes en biodiesel como se muestran en la tabla 1.2 del mismo modo existen distintos métodos de purificación de biodiesel con puntos a favor y en contra debido a las características particulares. Por ello surgieron los métodos de purificación de primera generación o purificación en húmedo.

Tabla 1.2: Sistemas de purificación más comunes. (Sandoval, 2010)

Sistema	Ventajas	Desventajas
Destilación	Se obtiene alta pureza y se recuperan subproductos.	Costo energético y de infraestructura. Tendencia a degradar el biodiésel por alta temperatura.
Lavado	Es posible recuperar subproductos y restos de otros compuestos.	Altos costos y gasto excesivo de agua.
Adsorción (resinas y adsorbentes)	Bajo costo energético y de infraestructura. Algunos adsorbentes renovables y biodegradables.	Costo de resinas o adsorbentes elevados. Y requiere regeneración de material adsorbente.

1.3.1- Tecnologías de purificación en húmedo

Esta primera tecnología consistía en un novedoso método de purificación de biodiésel a partir de uno o sucesivos lavados con agua saturada en CO₂ a temperatura y presión atmosférica y/o con baja proporción de agua neutra. Permite purificar biodiésel crudo con alto contenido en jabones, específicamente los obtenidos en la transesterificación con etanol, de manera de que el producto final cumpla con las especificaciones internacionales.

La ventaja es que elimina completamente el problema de corrosión que provoca daños tanto en cañerías, válvulas y bombas como en equipos. Además de que el biodiésel sale de la primera torre de lavado sin jabones ni glicerina libre, puede ser directamente secado sin la necesidad de pasar a través de otra torre de lavado. De esta manera disminuyen los costos de infraestructura.

La otra ventaja es que la utilización de agua resulta sencillo al recuperar el metanol de la misma, ya que puede ingresar directamente a la torre de destilación sin tener que ser previamente neutralizada con la consecuente formación de sales y por último que los efluentes de estos procesos son menos corrosivos que los que presenta la industria actual (CONICET Tecnologías, 2013).

Sin embargo, surgieron distintas problemáticas como que el jabón puede causar la emulsificación del agua y el éster metílico, que es un problema habitual del procesamiento.

El agua y cualquier impureza contenida en ella se separan del biodiesel mediante medios gravimétricos o mecánicos. El biodiesel se seca para retirar cualquier resto de agua. (Dallas group of America, 2009)

Cuando una gran cantidad de jabón está presente, el lavado con agua causa problemas de emulsión, con lo que los ésteres de ácidos grasos, tales como ésteres metílicos, no se separarán del agua. Además, el lavado con agua no elimina eficazmente algunos de los otros contaminantes, tales como azufre, fósforo y ácidos grasos restantes.

El agua tiene la capacidad de proporcionar un medio para la adición de ácido para neutralizar el catalizador alcalino sin reaccionar. Este proceso simplifica la eliminación inmediata de los productos de sal. (Serrano, 2015)

No obstante, el secado de éster alquílico es necesario para alcanzar los límites estrictos de la especificación de biodiesel sobre la cantidad de contenido de agua en el producto biodiesel purificado y es preciso eliminar la presencia de humedad, además de ser necesario 1/ 2 L de agua por cada litro de biodiesel.

Visto desde esta perspectiva se tiene estimado que la producción mundial de biodiesel llegue a 39 mil millones de litros en 2024, por lo que si se opta por esta tecnología de purificación se tendría un gasto en agua enorme.

1.4- Tecnologías de purificación en seco

La purificación de segunda generación es empleada mediante materiales adsorbentes o resinas de intercambio iónico que mitigan la problemática del uso de grandes cantidades de agua así como el tiempo de purificación.

La adsorción es un fenómeno físico-químico de gran importancia debido a las múltiples aplicaciones en la industria.

El proceso de adsorción sólido-líquido tiene la característica de retener los contaminantes presentes en las sustancias de la fase líquida a una superficie. Por lo tanto,

los componentes de la fase líquida se pueden separar. Varios estudios en la literatura informan sobre diferentes adsorbentes para la purificación de biodiesel. Por ello se propuso la purificación de segunda generación mediante el uso de resinas de intercambio iónico (purolita), silicatos de magnesio (Magnesol), entre otros.

Materiales adsorbentes adicionales que pueden emplearse incluyen, aunque sin limitación, silicato de magnesio-aluminio, silicato cálcico, silicatos sódicos, carbón activado, gel de sílice, fosfato de magnesio, hidróxidos metálicos, óxidos metálicos, carbonatos metálicos, bicarbonatos metálicos, carbo-sódico y alúmina. Cada uno de los materiales mencionados anteriormente puede emplearse en solitario o en combinación, pueden premezclarse con silicato de magnesio antes de entrar en contacto con el combustible biodiesel, o pueden ponerse en contacto con el combustible biodiesel por separado. (Predojevic, 2008)

Se reportó por Berrios y Skelton que las resinas intercambio iónico tenían un efecto mínimo en el contenido de metanol después de algunas horas en operación y no tienen efecto en algunos glicéridos. Además presentan un incremento en el índice de acidez que podría explicarse por el hecho de que las resinas presentan características ácidas. Mientras que el contenido de jabón parece disminuir con un factor de 10 y no es posible decir si tiene algún límite de saturación de jabón.

El Magnesol no tuvo ningún efecto en distintos glicéridos, mientras que el mayor índice de remoción de metanol fue a 60°C y se encontraron resultados satisfactorios para la remoción de glicerina en 10 min de reacción, (Berrios & Skelton, 2008).

Después de ser ampliamente estudiados los efectos de distintas resinas de intercambio como potencial agente de purificación de biodiesel se notó una problemática sumamente importante y este es el factor costo que genera una resina de ese tipo pues además de ser costosas, resulta difícil la recuperación de la resina para ser reutilizada teniendo que gastar grandes cantidades de metanol para su reactivación.

En general, hay estudios de purificación de biodiesel con adsorbentes a través del lavado en seco, pero no se conocen muchos estudios sobre purificación de biodiesel que empleen almidón y celulosa como adsorbentes. La celulosa y el almidón son materiales económicos, abundantes, de renovables fuentes, biodegradables, no tóxicas, biocompatibles y tienen un gran potencial para ser empleado como adsorbentes naturales en la purificación de biodiesel.

Por ello se consideró que para la purificación del biodiesel una buena alternativa era el uso de bioadsorbentes, llegando a un punto de investigación con materiales de origen orgánico que pudiera sustituir las resinas de intercambio iónico.

1.4.1- Purificación por bioadsorbentes.

El método de purificación en seco por bioadsorbentes ofrece beneficios como el uso de residuos sólidos agrícolas locales, generando un proceso aún más ecológico, reduciendo el tiempo total de producción (como lavado de agua requiere dos ciclos de tratamiento y una etapa de centrifugación, que son procesos largos).

Actualmente se buscan mejores alternativas de purificación de biodiesel para que tenga un menor costo y alta efectividad en remoción de contaminantes semejante a los métodos ya utilizados

. Por lo que el uso de bioadsorbentes resulta una opción importante que se ha evaluado en distintos lugares del mundo.

A escala de laboratorio, se han realizado tratamientos con adsorbentes como ceniza de cáscara de arroz (RHA) y se informó que reemplazaron de manera eficiente la etapa de purificación en húmedo y en algunos casos a la purificación con resinas de intercambio iónico para Biodiesel y por lo tanto, serían alternativas atractivas.



Figura 1.2: Cáscara de arroz antes y después de su uso en la purificación.

De acuerdo con el concepto de biorefinería que incita al uso de los recursos completos, varios autores ilustraron la viabilidad de usar carbón activado o cáscara de *Jatropha* como adsorbente para la eliminación de contaminantes tóxicos del agua (metales pesados y compuestos fenólicos). La ceniza de cascara de arroz se evaluó con resultados satisfactorios como adsorbente para la reducción de FFA (ácidos grasos libres) de los aceites vegetales crudos como se mencionará más adelante. (Svitlana, Romain, Thiebaud-Roux, & Bouyssiére, 2015).

La técnica de lavado en seco por medio de bio-adsorbentes como el almidón es prometedora para eliminar los contaminantes presentes en el biodiesel debido a su bajo costo, simplicidad de diseño y operación, y debido a la selectividad de algunos adsorbentes. (Vasques, Tavares, Yamamoto, . Mafra, & Igarashi-Mafra, 2013). Para Almidón de patata se obtuvo que bajaba hasta un 0.106 mg KOH/g el índice de acidez, y se lograba un contenido de 0.0001% glicerina libre en el biodiesel de soya. También se realizaron estudios para almidón de maíz pasando de 0.129 mg KOH/g a 0.030% de glicerina libre, para almidón de yuca se reportó 0.099 mg KOH/g para índice de acidez y 0.007% de glicerina libre.

Rio Grande do Sul es el principal productor brasileño de arroz y, como consecuencia, la investigación sobre el uso de los subproductos de su industrialización es de gran importancia principalmente debido a las condiciones ambientales. En la cosecha

2008/2009, esta región produjo alrededor de 9000 toneladas de arroz, que correspondieron al 61% de la producción brasileña total (Rodríguez Suelen, 2010). La cáscara representa alrededor del 23% del peso total del grano de arroz (Governo Federal Brazil, 2010).

La cantidad excesiva de cáscaras generadas durante el procesamiento del arroz produce un grave problema ambiental debido a su lenta biodegradación y alto contenido de compuestos fenólicos. Por esto se pensó en la utilización de la cáscara de arroz como potencial adsorbente al presentar altos contenidos de sílica que promueven a la separación de distintos componentes del biodiesel.

Para la purificación usando RHA reportan autores que es posible la remoción de glicerina libre y altos contenidos de agua como es el caso de Manique et. al., donde se usó 20 min de agitación a 65°C con concentraciones de 1%, 2%, 3%, 4% y 5% (p/p). La RHA no sufrió ningún tratamiento previo. El biodiésel purificado se filtró a través de un simple embudo con papel de filtro para eliminar el adsorbente y se almacenó para su análisis posterior.

Cada una de las purificaciones se realizó por duplicado al 4% por Manique et al. Y reportó la reducción del contenido de glicerina libre hasta $1.1 \times 10^{-3}\%$, también evaluó el contenido de agua obteniendo 1161 mg/kg, para índice de acidez 0.23 mg KOH/g, y para metanol se obtuvo un valor final de 0.08 %(peso). (C. Manique, Faccini, Onorevoli, & Benvenuti, 2012)

Por otro lado, el bagazo de caña de azúcar se ha utilizado como un adsorbente de bajo costo de algunos materiales contaminantes, como metales pesados, fenol y colorantes (Rogers & Choudhury, 1978). Este material lignocelulósico está disponible en distintos países de Latinoamérica como un desperdicio de azúcar y etanol industrial en algunos casos.

Además del bagazo crudo, también se han examinado los bagajes químicamente modificados y los carbonos activados del bagazo. Para el uso de bagazo como purificación reporto Alves et al. Se logró un mínimo Índice acidez de 0.30 mg KOH/g y un contenido de

agua final de 677 ppm y 0.0053% peso así como la disminución del contenido de glicerina (Alves, Vinícius, De Resende, & Cardoso, 2016).

La búsqueda de alternativas que sean altamente eficientes, biodegradables y que no interfieran con la calidad del biodiesel ha sido de primordial atención de los científicos, los productos naturales parecen ser fuentes prometedoras. Sin embargo, uno debe tener en cuenta dos hechos muy importantes: si la fuente natural es renovable y la cantidad de producto natural que está disponible.

La fibra de celulosa cumple estas características y luego tiene el potencial de ser utilizada para la purificación del biodiesel y es el polímero más abundante derivado de la biomasa en la naturaleza con un exceso de 1011 toneladas por año. Además, la celulosa y sus derivados son precursores de diversos productos, como la fabricación de papel, recubrimientos en general, entre otras formulaciones cosméticas (Heinze & Liebert, 2001). La capacidad de adsorción de la celulosa ha sido ampliamente estudiada a lo largo de los años.

Por tal motivo, se ha buscado el aprovechamiento de distintas plantas con distintas características además del potencial de la celulosa de purificación en biocombustibles. (Grunin, Grunin, Nikol'skaya, Talantsev, & Gogelashvili, 2013). Considerando como una importante materia prima de bajo costo a nivel industrial y que está disponible a bajo costo y la planta es conocida por tolerar diversas condiciones climáticas. La planta de higuera contiene cantidades importantes de aceites fuente de materia prima para la producción de biodiesel, sin embargo usar el metabolismo de la planta por su alta capacidad de adsorber distintas sustancias la ha convertido en un punto de estudio como bioadsorbente.

En los últimos años, se ha optado por usar tecnologías emergentes e innovadoras que ofrecen una infinidad de ventajas al extraer los compuestos de interés, tales como bajo costo de producción, velocidad de proceso y alta calidad fisicoquímica.

1.5- Cáscara de higuera.

La implementación de la cáscara de higuera como medio absorbente en la purificación de biodiesel se debe a su contenido de celulosa. La composición química de la

planta de *Ricinus communis* L. arrojó los resultados en donde el contenido de extraíbles en solventes orgánicos y agua caliente representó alrededor del 12%, el contenido de carbohidratos totales libre de extraíbles, expresado como holocelulosa representó alrededor del 85%, el contenido de alfa celulosa representó el 66.37%, el contenido de lignina libre de extraíbles representó alrededor de 18% y el contenido de cenizas fue de 3.99%. (Escoto & Rutiaga, 2013).



Figura 1.3: planta de higuera (ricinus communis)

Haciendo una comparación con los resultados obtenidos en un estudio similar, también en *Ricinus communis* L., se observó que los principales componentes como lo son la lignina (21.5%), -celulosa (65.4%), y holocelulosa (86.5%) no tienen grandes variaciones, y que entran dentro de los valores de composición química de la madera y productos no maderables. (Sánchez L. , 2006). De este modo, los resultados ya mencionados llevan a pensar en la posible capacidad de la cáscara de esta especie de planta para la purificación de biodiesel ya que además de ser utilizada para la extracción de aceite y posteriormente la producción de biodiesel, ya que tiene presencia en la mayor parte del país y esta crece alrededor de los ríos y carreteras del centro del País.

En el presente estudio se lleva a cabo la descripción y desarrollo de la evaluación de la planta para su uso en la purificación de biodiesel siguiendo metodologías ya reportadas.

Bibliografía

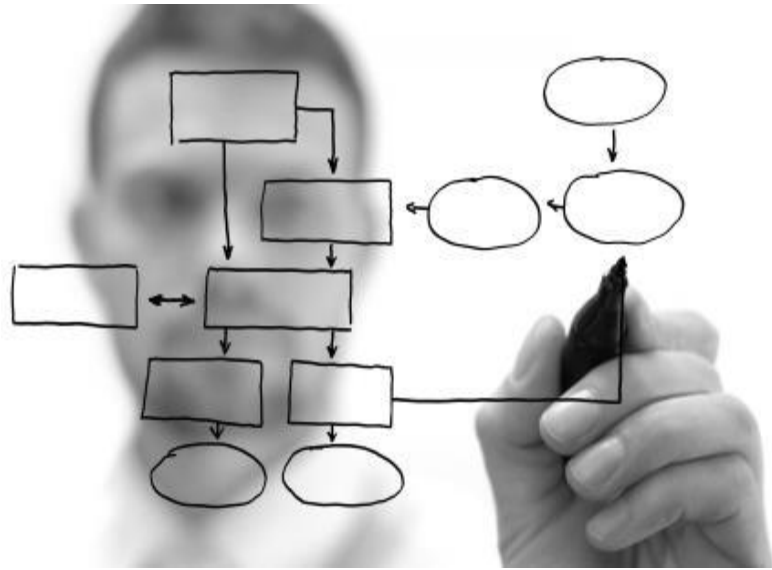
- Alves, M., Vinícius, I., De Resende, M., & Cardoso, V. (2016). Biodiesel dry purification with sugarcane bagasse Industrial crops and products Vol. 89, (119-127).
- Berrios, M., & Skelton, R. (2008). Comparison of purification methods for biodiesel *Chemical Engineering Journal*. Vol. 144., (459-465.)
- Camara de Diputados, C. (2008). Ley de promoción de desarrollo de bioenergéticos. *Diario oficial de la federacion*.
- Cardoso, M., Schmitt F., Onorevoli, B., & Benvenuti, V. (2012). Rice husk ash as an adsorbent for purifying biodiesel from waste frying oil. *Fuel* Vol. 92,(56-61)
- CONICET Tecnologías. (2013). *Producción de Biocombustibles*.: Direccion de vinculacion tecnologica CONICET. Buenos Aires Argentina [Folleto]
- Dallas group of America. (2009). *Purificación de combustible biodiésel con materiales adsorbentes*. Nueva York Estados Unidos de America [Patente internacional.]
- Demirbas, A. (2008). A realistic fuel alternative for diesel engines. *Biodiesel*, [ebook] X, 208.
- Dufour, J. (1 de Octubre de 2007). Las algas : un biocombustible de gran potencial.<http://www.madrimasd.org/blogs/energiasalternativas/2007/10/01/74977>
- Escoto T. (2013). Optimización de mezclas fibrosas de *Ricinus communis* y *Triticum sativum* a la sosa para papel corrugado, Congreso Forestal de Saltillo.[informe]
- Gonzales, G., & Moreno, M. (2007). Producción y Purificación de Biodiesel y glicerina apartir de aceites vegetales y cinética de reaccion de transesterificación., Tesis de licenciatura ,Universidad Industrial de Santander España.
- Heinze, T., Liebert, T., Unconvetional methods in cellulose functionalization. Progress in Polymer Science, Vol. 26, (1689-1762)
- Horta, L. (2010). Does biodiesel make sense? *Energy*, Vol. 6 (1-8)
- Knothe G., Herpen J. (2010). *The Biodiesel Handbook*. 2da ed. United States of America, Academic Press and AOCS Press
- KUCEK, K. (2004)Otimização da transesterificação etílica do óleo de soja em meio alcalino, Dissertação (Mestrado) – Universidad Federal de Paraná, Curitiba
- Lafont, J., Páez, M.,Torres, Y. (2010). Análisis Químico de Mezclas Biodiesel de Aceite de Cocina Usado y Diesel por Espectroscopia Infrarroja. *Informacion Tecnologica*, Vol 22, (35-42).

- Marchetti, J. (2013). Possible methods for biodiesel production. *Renewable and sustainable energy reviews*, (1300-1311).
- Porchat, F., (2009). Biocombustibles un proyecto de sustentabilidad ambiental. *Petrotecnia*, (84-88).
- Predojević, Z., (2008). The production of biodiesel from waste frying oils: A comparison of different., *Fuel*, Vol. 87, (3522-3528).
- Retana, I., (2008). Transferencia tecnológica sobre ventajas y desventajas de la utilización de biodiésel, Proyecto Subsectores productivos; *Mecánica de maquinaria y vehículos pesados, Mecánica de maquinaria agrícola, Mecánica de vehículos livianos*. San José.
- Rico, J. (2006). Biocarburantes en el transporte. *Manual de energías renovables Vol.7*.
- Rodriguez, A. (2010). Pirólise rápida de casca de arroz: estudo de parâmetros e caracterização de produtos. Tesis de maestría en ciencia de materiales, Universidad Federal de Rio Grande do Sul. Instituto de Química.,
- Rogers, D., & Choudhury, D. (1978). Heats of hydrogenation of large molecules. part 3- five simple unsaturated triglycerides (Triacylglycerols). *Journal of Chemical society*, Vol. 74 ,(2868-2872).
- Sabri, M., Zuhairi, B., Teong, A., & Khayoon, L. (2012). Intensification of biodiesel production via Ultrasonic-asisted procces. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*., Vol.16, (4474-4587)
- Salinas ,E., Gasca ,V., (2009). Los Biocombustibles. *El cotidiano* 157 .(75-82)
- Sánchez L.,(2006). La higuera una alternativa de producción para productores y ,mercado energético. *[boletín estadístico del sector agropecuario]* (CEIEGDRUS) Comité Estatal de Información Estadística y Geográfica para el Desarrollo Rural Sustentable (Vol. 7).
- Sánchez, M.), Pérez, L., Morales, M., Martínez, I., Hilario, J., & Sandoval-R, J. (2017) A sustainable method to produce biodiesel through an emulsion formation induced by a high shear mixer. *Fuel* Vol. 189, (436-439)
- Serrano, J. (2015). Green processes for the production of glycerol carbonate and solketal. Tesis Doctoral de la facultad de ciencias químicas. Universidad complutense de Madrid
- Shereena, M. K., & Thangaraj, T. (2009). An alternative fuel produced from vegetal transesterification. *Electronic journal Biology* Vol. 5, (67-74).

- Svitlana, N., Romain, R., Thiebaud-Roux, S., & Bouyssiére, B. (2015). Dry Purification by Natural Adsorbents of Ethyl Biodiesels Derived. *Energy fuel Vol. 29*, (150-159)
- Texo, J., Betancour, C., & Duque, J. (2009). Perspectivas generales de desarrollo de la industria de los biocombustibles de Uruguay. Trabajo de investigación monográfico para la obtención de título de contador público. Universidad de la Republica, Montevideo Uruguay.
- Vasques, E., Tavares, C., Yamamoto, C., . Mafra, M., & Igarashi-Mafra, L. (2013). Adsorption of glycerol, monoglycerides and diglycerides present in biodiesel. *Enviromental tecnology vol. 34*, (13-16.)

Capítulo II

Metodología



El orden y la simplificación son los primeros pasos hacia el dominio de un tema, el enemigo real es lo desconocido. (Thomas Mann)

En el presente capítulo se describe la metodología que se siguió en la purificación en seco de biodiesel de aceite de soya. Donde la primera parte del estudio consistió obtener la materia prima (cáscara de higuera y el biodiesel crudo). Posteriormente, se realizó el acondicionamiento de la purolita y la cáscara de higuera para su posterior evaluación en la adsorción de jabones del biodiesel con una metodología de titulación para la medición de jabones presentes en biodiesel según literatura adscrita evaluando efecto de cantidad de adsorbente, temperatura, tamaño de partícula.

Por otro lado, se menciona la metodología seguida para los análisis por difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

Finalmente, se presenta la forma en que se llevó a cabo la evaluación de los bioadsorbentes para la eliminación de jabones en el biodiesel crudo.

2.1- Reactivos, materiales y equipos

Los reactivos utilizados fueron el aceite de soya marca imperial elaborado por aceites y proteínas el Calvario de Tehuacán Puebla para la reacción de transesterificación. También se empleó Metanol (CH_3OH) marca Meyer grado analítico con una pureza de 98%, cinta de magnesio (Mg) marca Meyer, yodo en forma de gránulos y agua desionizada.

A su vez, se utilizó ácido clorhídrico (HCl) marca Meyer pureza de 36 a 38%, alcohol isopropílico marca Baker con pureza de 99% e hidróxido de sodio (NaOH) en escamas con pureza del 98%. Se utilizó cáscara de higuera procedente de la zona de Atlixco Puebla y fue proporcionada por el laboratorio de biodiesel de la facultad de Ingeniería Química así como la purolita para la comparación del potencial del bio-adsorbente.

Los materiales que se emplearon en el transcurso de la fase de experimentación fueron los siguientes Reactor enchaquetado de 500 mL marca ESEVE como se muestra en la figura 2.1, matraz de bola de tres gargantas de 500 mL, cabeza de destilación esmerilada con entrada 24/40, matraz Erlenmeyer de 1000 mL y tamiz de pruebas físicas con número de malla 20, 35, 60 y 80.

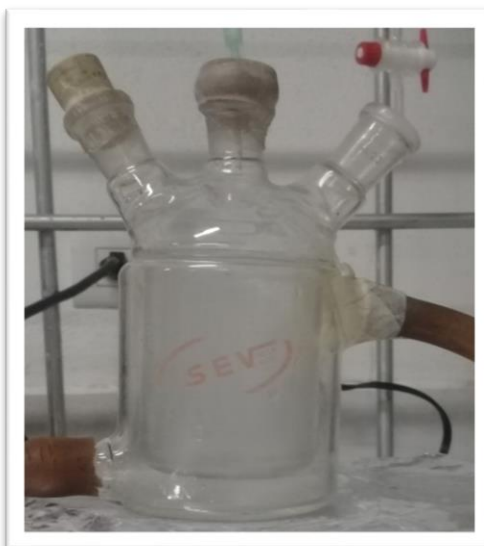


Figura 2.1: Reactor enchaquetado ESEVE.

Los equipos manejados durante las pruebas son los que se mencionan a continuación: Parrilla de calentamiento/agitación CIMAREC, mantas de calentamiento modelos MCA 302-4 y las temperaturas de recirculación se regularon con el recirculador modelo ESEVE FC-1, una centrifugadora AOC, un potenciómetro marca WPA CCMD 510, una estufa de calentamiento marca BINDER como se muestra en la figura 2.3:



Figura 2.2: Estufa de calentamiento marca BINDER.

También se utilizó un dispersor marca ROSS modelo ESM-100 LG1, una balanza analítica y una micro pipeta marca BRAND de 100 micro litros.

2.2-Acondicionamiento de materias primas.

Como primer paso se obtuvo la cáscara de higuera de la zona de Atlixco Puebla, y se dejó secar al sol por un periodo de 2 semanas para posteriormente separar manualmente la semilla de la cáscara eliminando tallos y otras partes de la planta que no fueron de relevancia en este estudio.

2.2.1-Lavado y secado de resina de intercambio iónico.

La resina de intercambio iónico (purolita) fue proporcionada por el laboratorio de biocombustibles de la Facultad de Ingeniería Química de la BUAP como se puede apreciar en la figura 2.2 y se sometió a un acondicionamiento previo que asegurara las condiciones de pureza para la evaluación de la capacidad de adsorción. Se realizaron lavados con metanol en un filtro y un matraz Erlenmeyer de 1000 mL, hasta lograr el cambio de coloración a amarillo casi transparente en el metanol de salida de la etapa de lavado.



Figura 2.3: Purolita Adsorbente comercial

Posteriormente, se dejó secar la resina durante 4 horas a 60°C en la estufa de calentamiento.

2.2.2- Acondicionamiento de cáscara de higuera.

Para el acondicionamiento de la cáscara de higuera se realizó un primer proceso de reducción de tamaño por medio de un molino estañado para granos que funciona de manera manual para llevar la cáscara un tamaño de partícula de entre 841 y 250 micrones esto usando el tamiz de pruebas físicas como sigue: malla # 20-35 con un intervalo de tamaño de partícula de entre 841 micrones y 500 micrones, para las mallas # 35- 60 se tiene un intervalo de 500-250 micrones y para las mallas #60-80 de 250 -177 micrones como se muestra en la figura 2.3.



Figura 2.4 Acondicionamiento de cascara de higuera.

Para evitar la presencia de contaminantes en el bioadsorbente se sometió la cáscara con los tamaños respectivos a lavados con agua desionizada. Para esto se lavaron 50 g de cáscara de higuera con 2 litros de agua desionizada. Después se secó en la estufa de calentamiento por 4 horas a 60°C.

2.2.3 Secado de alcohol.

Para asegurar que el metanol esté libre de humedad se realizó el proceso de secado utilizando cinta de magnesio mediante una destilación, el matraz se adicionaron 250 ml de metanol, 0.3 g de cinta de magnesio en trozos pequeños y aproximadamente 0.07 g de yodo que funciona como indicador tornando el metanol de color índigo ante la presencia de humedad.

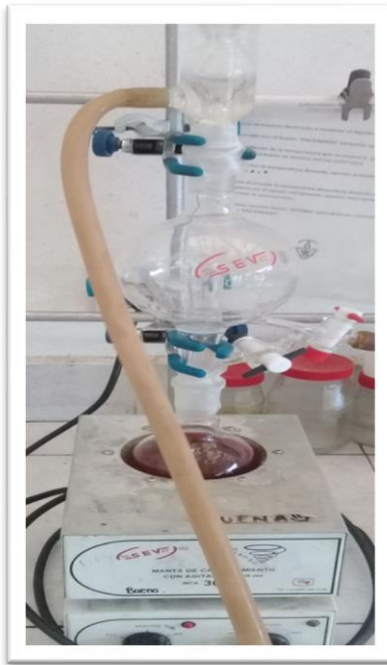


Figura 2.5: Montaje de secado de alcohol.

Se dejó el sistema a temperatura de reflujo con agitación constante y vigorosa con reflujo de agua a 15°C, conforme al paso del tiempo se notó el cambio de coloración tornando la mezcla del matraz a un color amarillo hasta la pérdida total de color y el alcohol fue recuperado en un matraz de bola de 1000 ml. Método descrito por (Williams & Lawton, 2010).

2.3.-Preparación de biodiesel de soya.

Para la obtención del biodiesel a partir de aceite de soya se llevó a cabo una reacción por transesterificación con una relación 5:1 de metanol y aceite agregando 400 mL de aceite de soya a un vaso de precipitado de 1000 mL, 82 mL de alcohol previamente secado y con 2.56 g disueltos de NaOH en el metanol por medio de agitación en la parrilla eléctrica durante 15 min.

Posteriormente se llevó a cabo la reacción por micro emulsión en el dispersor como se muestra en la figura 2.4 a 4000 rpm durante 40 segundos. (Sánchez, y otros, 2017) Se dejó decantar por 24 horas en un embudo de separación de 500 mL para la separación de la glicerina y el biodiesel crudo.



Figura 2.6: Dispensor utilizado para reacción de transesterificación.

2.4.-Técnicas caracterización de cáscara de higuera

2.4.1.- Difracción de rayos x

El análisis por difracción de rayos X se realizó en un difractómetro de rayos X marca Bruker D8 Discover, empleando la longitud de onda $K\alpha_1$ (1.5406 Å) del cobre. Las condiciones de análisis fueron 0.3 s de tiempo de paso, 0.04° de 2θ de tamaño de paso y un intervalo de 2θ de 5 a 70° .

2.4.2.- Microscopia electrónica de barrido

La caracterización se realizó en un equipo JEOL JSM-6610 LV, equipado con un filamento de tungsteno y con un voltaje de aceleración de 20 keV. Los materiales se sometieron también a un análisis elemental por Espectroscopía de energía dispersa (EDS, por sus siglas en inglés), empleando electrones secundarios utilizando un detector INCA x-act Penta F6T precisión de Oxford instruments, el cual se encuentra acoplado al microscopio electrónico de barrido.

La muestra se montó en una cinta de carbono de doble cara y se analizó sin realizar ningún recubrimiento.

2.5.- Técnicas de caracterización de Biodiesel

Con la ayuda de técnicas analíticas de caracterización se realizaron pruebas de densidad por el método del picnómetro y para la cantidad de jabones presentes en el biodiesel se utilizó una técnica de titulación con ácido clorhídrico hasta lograr un cambio de pH como se describe más adelante.

2.5.1.- Índice de saponificación en Biodiesel

El índice de saponificación se determinó de acuerdo al método descrito por (UTAH Biodiesel Supply, 2011). Se usó 25 mL de alcohol isopropílico 99% puro en vaso de precipitado con agitador magnético, y se disolvieron 3 mL de biodiesel en el alcohol. Se usó un potenciómetro el cual se debe que calibrar primero con el respectivo buffer. (Leiva, 2012) Con una micro pipeta se añadieron las cantidades medidas de HCl hasta que el potenciómetro marque el pH deseado (ver Figura 2.7).

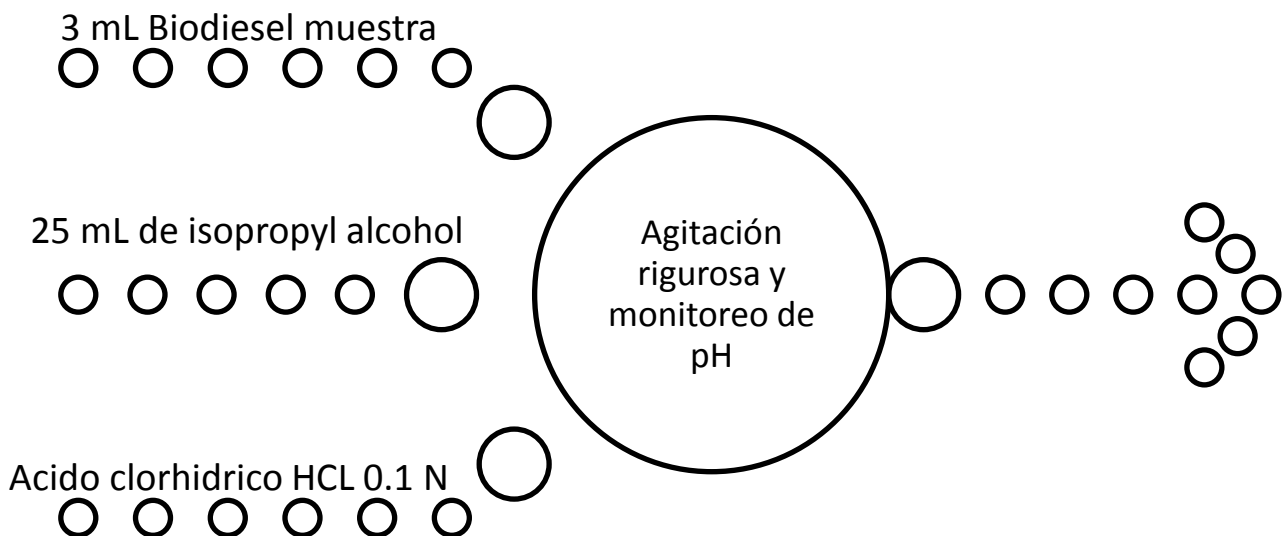


Figura 2.7: Proceso de titulación para método de medición de cantidad de jabones presentes en biodiesel.

Se midió la cantidad de valorante, lo cual se comprobó con el potenciómetro donde la lectura se aproximara al pH deseado para cada muestra para posteriormente aplicando la ecuación de J Wall se calculó el contenido de jabón en ppm. (Wall, Herpen, & Thompson, 2011).

$$Jabon(ppm) = \frac{HCL(ml) \times Normalidad (HCL) \times 304400}{masa\ de\ muestra(g)}$$

2.5.2.-Densidad de Biodiesel

La determinación de la densidad se realizó usando el método del picnómetro por la simplicidad de implementación y se llevó a cabo como sigue: Se anotó el valor del volumen (3 mL). Posteriormente, se calibró la balanza mediante el tornillo de contrapeso y enseguida se midió la masa del picnómetro vacío totalmente seco y se llenó completamente de biodiesel utilizando una pipeta.

Se midió la masa del picnómetro lleno de biodiesel, se retiró el tapón al picnómetro y sin vaciarlo se volvió a llenarlo completamente se colocó el tapón nuevamente y se procedió a medir su masa. Repitiendo tres mediciones que permitieron obtener tres valores de densidad para biodiesel reportando como promedio a una temperatura de 20°C. está descrito en la norma ASTM D4052. (Sierra, Echavarría, & Palacios, 2009)

2.5.3.-Índice de acidez.

Se realizó la caracterización de los aceites empleados para la producción de biodiesel a partir del método descrito por la (Asociación Nacional de Industriales de Aceites y Mantecas Comestibles, A.C., 1987) debido a que la acidez es una medida de la cantidad de ácidos grasos libres presentes en el aceite y de forma convencional se expresa como porcentaje de ácido oleico.

Los aceites deben tener una baja proporción de ácidos grasos libres para evitar que se neutralicen con el catalizador y se formen jabones. De esta manera las reacciones secundarias que se pueden dar son la reacción de saponificación y la reacción de neutralización de ácidos grasos libres

2.6.- Proceso de bio-adsorción y evaluación de efectos.

La evaluación para la remoción de jabones se realizó en un reactor de vidrio, adicionando cantidades de biodiesel crudo poniéndolo en contacto con el absorbente por periodos definidos de tiempo. Se determinó el efecto de los siguientes parámetros en la adsorción para purolita y cáscara de higuera.

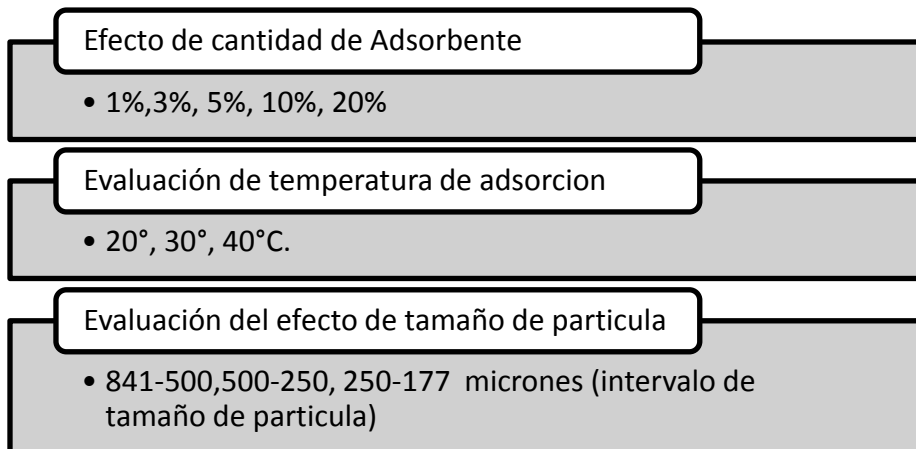


Figura 2.8: Efectos evaluados en la adsorción.

La metodología aplicada fue la siguiente: se inició con la determinación de jabones presentes en biodiesel previo a la purificación. Para las pruebas del 1% en peso de absorbente (Purolita y cáscara de higuera.) con respecto al BD se adicionaron 40 mL de BD al reactor enchaquetado con 0.337 g de adsorbente(cáscara o purolita) para obtener alícuotas de 3 mL a los 5 min, 10 min, 15 min, 20min, 30 min, 40 min, 60min, 120 min de adsorción.

Una vez terminada la adsorción, las muestras se centrifugaron para separar el bio-adsorbente y el biodiesel purificado. Acto seguido se procedió a la determinación de jabones. (Atadashi, Aroua, & Sulaiman, 2011) (Costa, 2010) y así posteriormente para la evaluación en 3% como se muestra en la figura 2.8.

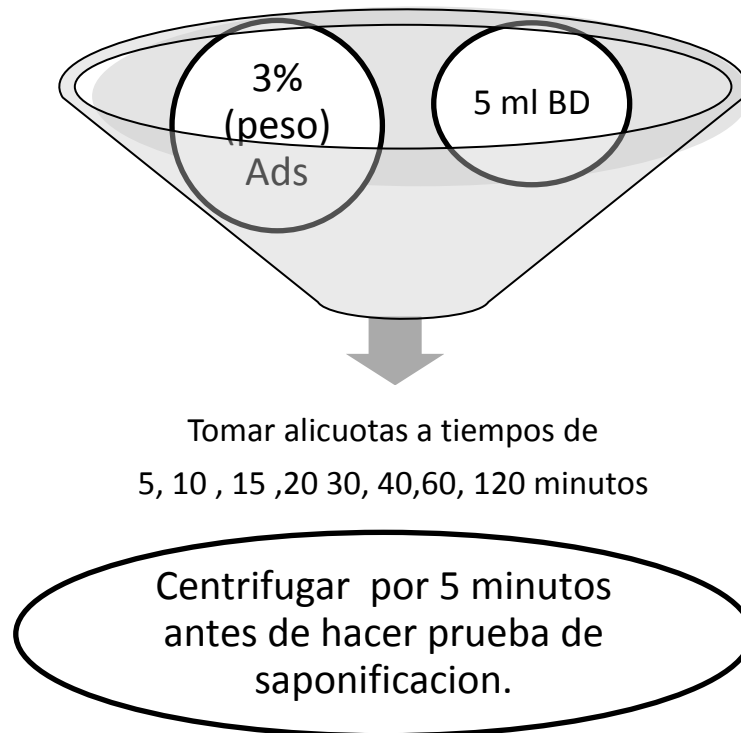


Figura 2.9: Proceso de adsorción para BD.

Para 5%, 10% y 20% se realizó el mismo procedimiento del cálculo del adsorbente necesario para cada 5 ml de muestra en cada vaso ya que la cantidad de cascara en la adsorción retiene un porcentaje importante del biodiesel.

Posteriormente de evaluar el efecto de cantidad de adsorbente se realizó el estudio del efecto de la temperatura utilizando 5% en peso de adsorbente y variando la temperatura en un reactor enchaquetado en 20°, 30° 40°C mediante el uso de recirculadores de agua y el reactor ESEVE de 500 ml. Donde se tomaron alícuotas y se traspasan a vasos de precipitado para mantener en agitación mientras se titula para la prueba de saponificación.

Asimismo, se evaluó el efecto del tamaño de partícula partiendo de 5% en peso de adsorbente con respecto al biodiesel y 20°C se varió el tamaño de partícula de 0.0331 pulgadas hasta 0.098 pulgadas. Nuevamente tomando alícuotas de 5 ml del reactor enchaquetado que permanecía en agitación vigorosa y centrifugando para la medición del índice de saponificación para cada una de las muestras tomadas en los intervalos de tiempo ya mencionados.

Bibliografía

- Atadashi, I., Aroua, M., & Sulaiman, N. (2011). Membrane biodiesel production and refining technology: a critical review. *Renewable sustainable energy Vol.88*.(439-4251)
- Asociación Nacional de Industriales de Aceites y Mantecas Comestibles, A.C. (1987). Alimentos aceites y grasas vegetal o animal. Determinación de índice de acidez. Normas Mexicanas.
- Costa, A. (2010). Purificación de biodiésel con métodos de purificación alternativos. Tesis de maestría, Universidad Federal de Santa Catarina, Florianópolis Brasil.
- Leiva, C. (2012). Control de calidad en biodiésel.[*Investigación Ambiental*] *El Salvador*.
- Sánchez, M., Pérez, L., Morales, M., Martínez, I., Hilario, J., Sandoval, J., (2017), A sustainable method to produce biodiesel through an emulsion formation induced by a high shear mixer, *Fuel*, , Volume 189, (436–439)
- Sierra, L., Echavarría, G., & Palacios, A. (2009). Síntesis de la Libetenita por métodos hidrotérmicos. *Revista Facultad de Ingeniería. Universidad de Antioquia*, Vol.48
- UTAH Biodiesel Supply. (2011). Testing Biodiesel For Soap Content. Utah Biodiesel Supply Blog <http://www.utahbiodieselsupply.com/blog/testing-biodiesel-for-soap-content/>.
- Wall, J., Herpen, J. (2011). Soap and Glycerin removal from biodiesel. *American Society of Agricultural and Biological Engineers ISSN 2151-0032* vol. 54, (535-541).
- Williams, D., & Lawton, M. (2010). Drying of Organic Solvents: Quantitative Evaluation of the. Research Centre for Synthesis and Catalysis, *Journal Organic Chemistry*, Vol.75,(8351–8354).

Capítulo III

Resultados



*La única manera de hacer un gran trabajo, es amar lo que haces. Si no lo has encontrado, sigue buscando. No te conformes. **Steve Jobs***

En el siguiente capítulo se presentan los resultados obtenidos durante la fase de experimentación. Se muestran primero los resultados obtenidos de la caracterización del biodiesel de soya utilizando la titulación como método de determinación de jabones previo al tratamiento así como al final de la prueba de adsorción.

También se presentan los resultados de la caracterización de la cáscara de higuera por medio de las técnicas de Difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB) y por Espectroscopia de energía dispersiva (EDS) para el estudio de la identificación de las fases cristalinas presentes en el material, su morfología y composición elemental, respectivamente.

Finalmente, se evaluó el efecto de las condiciones de adsorción como: cantidad de bio-adsorbente, temperatura de adsorción y tamaño de partícula del bio-adsorbente.

3.1-Caracterización de Biodiesel Crudo

Al biodiesel obtenido se le realizó la determinación de densidad y el contenido de jabones y se realizó una comparación con resultados de estudios previos con la finalidad de presentar la validez del estudio realizado.

3.1.1-Densidad de biodiesel e índice de acidez de aceite de soya

Para la medición de la densidad el biodiesel se utilizó el método muy simple y se determina con la ayuda del picnómetro. El procedimiento está descrito en la norma ASTM D4052, expresándose los resultados gramos por centímetro cúbico. Esta norma establece como intervalo de densidad $0.860 - 0.900 \text{ g/cm}^3$ a 20°C .

La densidad proporciona información del contenido en energía en cantidades de masa y volumen específicas. Mayores densidades indican mayor energía térmica y una economía de combustible mejor, pero de igual manera la mayor densidad del biodiesel puede causar problemas en los actuales sistemas de inyección de los motores y, a bajas temperaturas, plantea problemas de solidificación y congelación, (Castro, Coehlo, & Castillo, 2007).

El resultado de la medición por triplicado fue de 0.8433 g/cm^3 , el cual es un valor cercano a los reportados por (Gracia, 2006) entre el intervalo indicado anteriormente.

Mientras que para el índice de acidez se obtuvieron valores de 36% de ácidos grasos libres en el aceite de soya.

3.1.2-Cantidad de jabones presentes en biodiesel.

El procedimiento radica en saponificar completamente una muestra conocida de grasa utilizando un exceso de solución alcohólica de hidróxido de sodio, y finalmente ese exceso de solución alcalina es valorado. El resultado se expresa como miligramos de hidróxido de sodio requeridos para saponificar un gramo de sustancia grasa. Su determinación está descrita en (UTAH Biodiesel Supply, 2011). Los valores iniciales obtenidos de saponificación en biodiesel sin tratar fueron de 842, 845 y 832 ppm en una muestra por triplicado antes de cada prueba de adsorción. En la Figura 3.1 se presenta la muestra de biodiesel crudo obtenido en este trabajo.



Figura 3.1 Biodiesel en decantado para pruebas de saponificación.

Este valor se encuentra por encima de los reportados por (Césare, Castillo, Beteta, & Calle, 2010) y puede deberse a distintos factores ya que la cantidad de jabones depende ampliamente de la presencia de humedad, el porcentaje de acidez del aceite que se utilizó en la transesterificación. La norma NMX-F-252-1985. ALIMENTOS. ACEITE COMESTIBLE PURO DE SOYA indica 0.05% como máximo por lo que podría existir aumento de e l contenido de jabón en el biodiesel utilizado además que, el tiempo de decantación, que en este caso la muestra utilizada para el presente estudio se dejó en decantado por 24 horas y se realizaron las pruebas después de la separación de glicerina y biodiesel. Asimismo la norma ASTM D2896 indica 500 ppm como límite máximo permitido en biodiesel.

3.2- Caracterización de la cáscara de higuera.

La caracterización del material adsorbente resulta de suma importancia ya que se sabe que tanto el área específica, las fases cristalinas presentes en el adsorbente y la morfología del material le confieren propiedades de adsorción singulares (De Resende, Ramos, Guerreiro, & Sapag, 2010). Por esta razón, se determinó la composición elemental y se identificaron los compuestos presentes en la cáscara de la higuera de esta por medio del análisis EDS y la difracción de rayos X (DRX), respectivamente.

3.2.1- Difracción de Rayos X

Antes de realizar las pruebas de adsorción se identificaron las fases cristalinas presentes en la cáscara de higuera. La figura 3.2 presenta el patrón de difracción de rayos X obtenido, donde se observó únicamente la presencia de la celulosa como única fase cristalina la cual se identificó mediante la ficha PDF #50-2241. En este sentido, la celulosa presenta tres reflexiones características en 15, 16.5 y 22.8 grados de 2θ (ver inserto en la figura 3.2).

La presencia de celulosa en residuos agroindustriales ha sido reportado por otros autores (ver Figura 3.3) en la cáscara del fruto de palma y el extracto de celulosa (Muhammad, B., A., & M., 2013). Al comparar las Figuras 3.2 y 3.3 pueden apreciarse la similitud de los componentes presentes en ambas muestras.

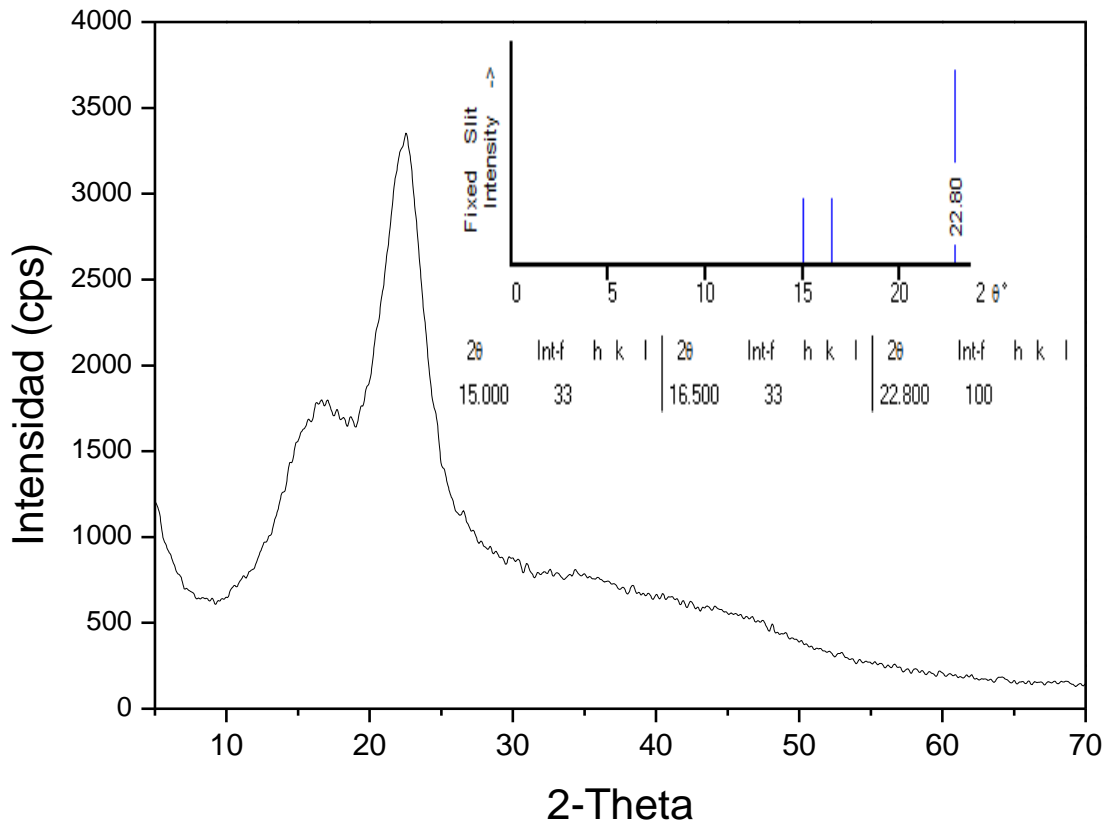


Figura 3.2 Patrón de difracción de rayos X de la cáscara de higuera.

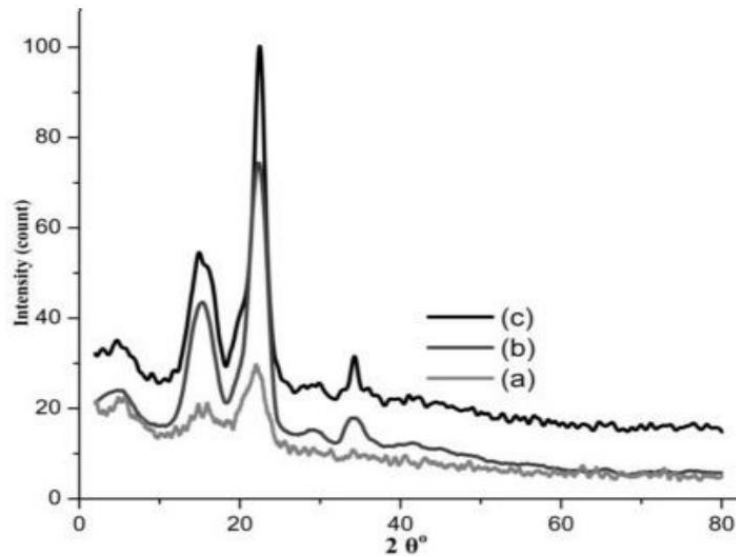


Figura 3.3 Patrón de difracción de rayos X de: (a) Cáscara de fruto de palma (b) extracto de celulosa de fruto de palma y (c) muestra comercial de celulosa.

3.2.2- Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Esta técnica de caracterización se utilizó para determinar la morfología que presenta la cáscara de higuera previa a la adsorción. Este parámetro es importante debido a que los materiales a emplear como adsorbentes deben exhibir superficies porosas para permitir la difusión del adsorbato a través de ellas. En la figura 3.4 se muestra la micrografía de la cáscara donde se aprecia que el material está constituido por partículas fibrosas, características de los materiales Lignocelulósicos. Además de poder apreciarse una superficie áspera y medianamente porosa que podría ser de ayuda en la adsorción.

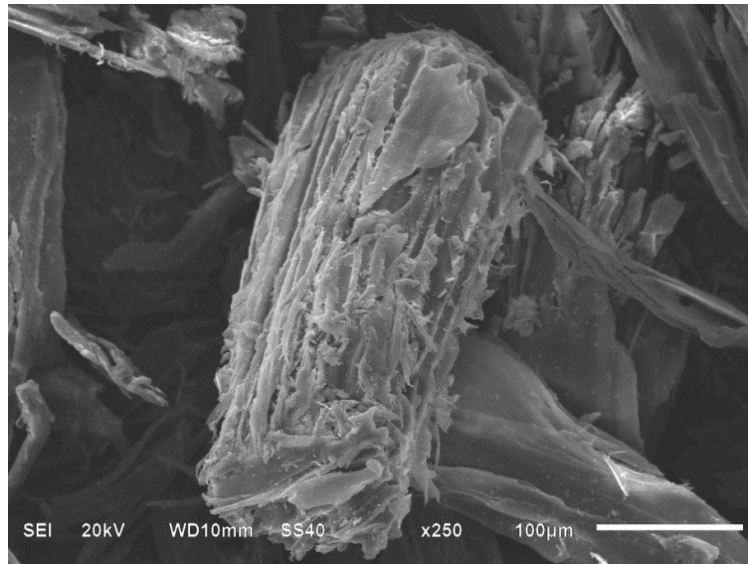


Figura 3.4 Micrografía de la cáscara de higuera.

En general, la superficie externa de la cáscara de higuera, denominada exocarpo, se caracteriza por tener una estructura poco simétrica constituida por celdas cóncavas, las cuales están separadas por surcos y partículas de compuestos de celulosa dispersos sobre toda la superficie. Es posible observar también la presencia de estructuras filiformes. (Cabrales, 2014)

3.2.3- Espectroscopia de energía dispersiva (EDS).

Por lo general, al analizar una muestra por difracción de rayos X se debe apoyar el análisis por una determinación de los elementos presentes en la muestra para poder llevar a cabo la identificación de las fases cristalinas presentes en el material. No obstante, como se discutió en la sección anterior, sólo se apreciaron las reflexiones características de la celulosa. Sin embargo, se determinó la composición elemental de la cáscara de la higuera para estar seguros de que el bioadsorbente no contuviera algún elemento tóxico que pudiera llegar a contaminar al biodiesel y/o que pudiera limitar su uso.

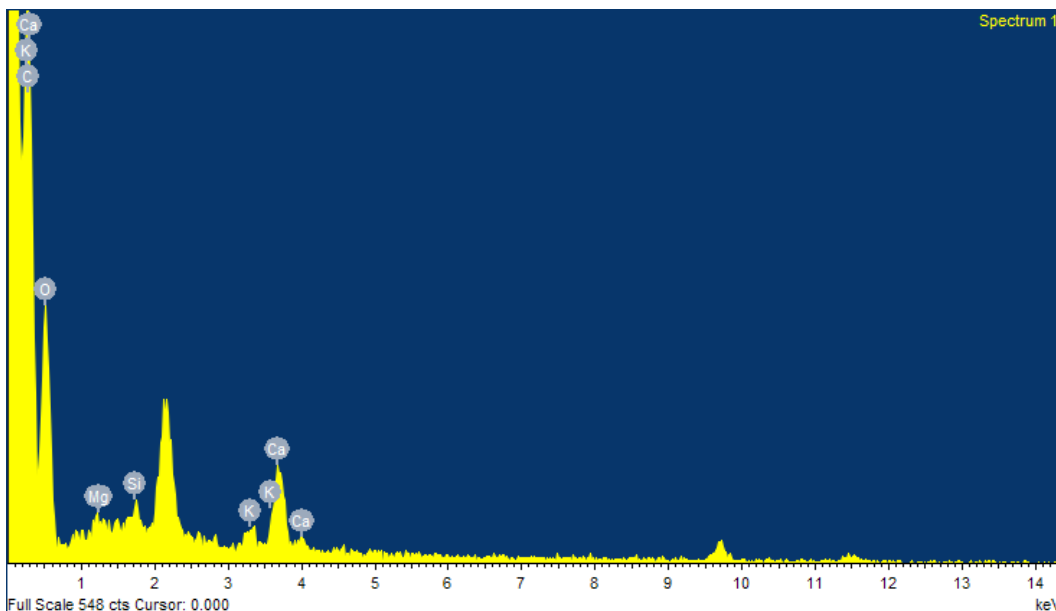


Figura 3.5 Espectro EED de la cáscara de higuera.

El análisis EED demostró que la muestra contenía C, O, Mg, Si, K y Ca. En este contexto, la presencia de carbono se asignó al contenido de materia orgánica en forma de celulosa, hemicelulosa y lignina, los cuales son materiales característicos de los residuos lignocelulósicos.

Por otro lado, los compuestos inorgánicos son identificados en la biomasa debido a que éstos son absorbidos por las plantas a través de sus raíces.

Resultados similares fueron encontrados en la torta de extracción de la cáscara de higuera donde se encontraron igualmente la presencia de compuestos orgánicos (celulosa, hemicelulosa y lignina), así como inorgánicos (carbonato de calcio y dolomita) (Sánchez, Ortiz, Ramos, & De la Cerna, 2017).

3.3- Evaluación en la remoción de jabones por adsorción.

Para la evaluación de la adsorción de jabones utilizando la cáscara de higuera se realizaron las pruebas para determinar las mejores condiciones de temperatura, tamaño de partícula y cantidad de adsorbente como se describe en el método empleado para la cáscara de arroz (Cardoso, 2012).

A continuación se presentan los resultados obtenidos a partir de la evaluación del efecto de la cantidad de adsorbente.

3.3.1-Efecto de cantidad de adsorbente

Para la evaluación de la cantidad de adsorbente se probó con 1, 3, 5, 10 y 20% en peso de cantidad de adsorbente con respecto al biodiesel, realizando las pruebas a 20 ° C y con un intervalo de tamaño de partícula de 841-500 micrones, los resultados obtenidos se muestran en la Figura 3.6. Como medio de comparación se evaluó un adsorbente comercial identificado como PUROLITA.

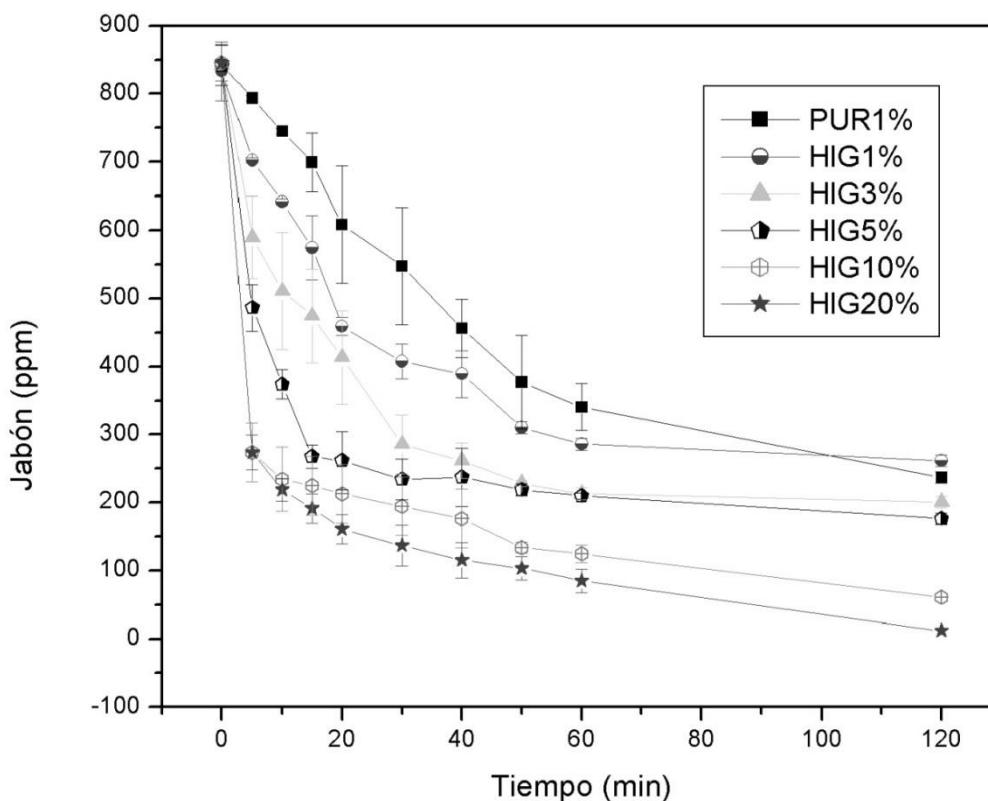


Figura 3.6 Efecto de cantidad de adsorbente en la purificación de biodiesel.

Al evaluar la purolita al 1% se logró una disminución de hasta 250 ppm de jabones después de dos horas de adsorción indicando la posible continuación de la adsorción pues la pendiente de la gráfica indicó que el contenido de jabones podría continuar disminuyendo. Sin embargo, en este caso no se consideró prioridad evaluar la capacidad de la purolita si no compararla con la cáscara. En este sentido, el 1% de cáscara (HIG1%) presentó una mejor adsorción que la purolita en los primeros 60 minutos, aunque a las 2

horas alcanza su saturación exhibiendo resultados similares a los alcanzados por la purolita.

Este resultado es de gran importancia debido a que la purolita es un producto comercial con un costo de aproximadamente 90 pesos/kg (Mercado libre, 2017), mientras que la cáscara del fruto de la higuera no tiene ningún precio en el mercado.

A su vez, todas las demás cantidades evaluadas exhibieron tendencias similares en cuanto a la adsorción, observándose una disminución gradual al incrementar la cantidad de bioadsorbente alcanzando una concentración mínima con el 20% de bioadsorbente (50 ppm).

Hasta este punto es importante mencionar que en la norma ASTM 2896 el límite máximo permitido de jabón es 500 ppm, que en este caso se cumple para la mayoría de los casos desde los 40 min de adsorción. Sin embargo, cabe recalcar que entre mayor cantidad de cáscara esté presente con respecto a la masa del biodiesel, la separación se volvió más complicada pues existe una cantidad remanente en la cáscara que no puede ser separada por métodos físico sencillos como la decantación o centrifugado. Por tal motivo, se decidió continuar el estudio de los siguientes efectos utilizando el 5% de bioadsorbente ya que con éste se logró una buena separación del biodiesel y se alcanzó una buena remoción de jabones.

3.3.2-Efecto de temperatura

Para el estudio del efecto de temperatura de adsorción se realizaron tres pruebas variando la temperatura de adsorción a 20, 30 y 40°C, respectivamente (Figura 3.7). Comenzando con la adsorción a temperatura de 20°C, se logró una remoción de hasta 200 ppm, mientras que a 30°C presento se logró un valor máximo de 100 ppm lo que muestra que el aumento de temperatura mejora la capacidad de adsorción de la cáscara.

Para el caso de 40°C la gráfica muestra que a los 50 min se redujo la cantidad de jabones hasta 50 ppm llegando a la saturación en el mismo punto hasta las 2 horas de adsorción. Por lo anterior se determina que las mejores condiciones de temperatura de adsorción son 40°C pues se logra una purificación en menos tiempo con una cantidad mínima de adsorbente. Sin embargo, aunque la mayor remoción de jabones se llevó a cabo a 40°C se decidió evaluar el último efecto empleando una temperatura de 20°C ya

que por lo general un exceso de temperatura implica un incremento en los costos, aunado a la necesidad del equipo necesario para este fin.

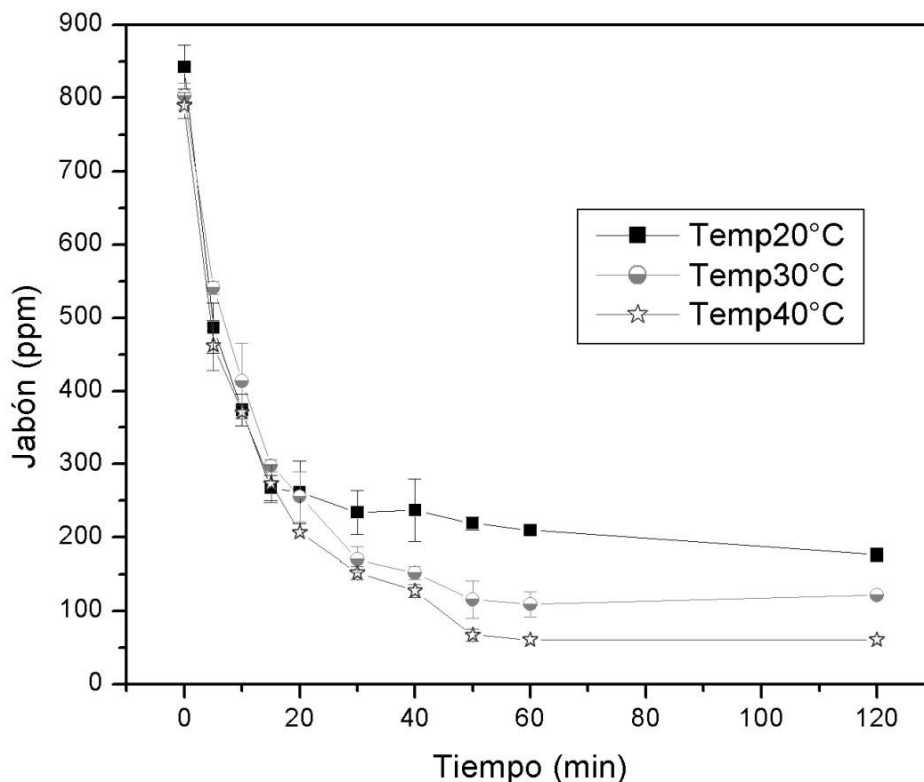


Figura 3.7 Evaluación de efecto de temperatura de adsorción en biodiesel.

3.3.3- Efecto de tamaño de partícula de adsorción.

El efecto de tamaño de partícula se evaluó a 20°C y con un 5% de peso de adsorbente con respecto al biodiesel, y realizó el estudio empleando los siguientes tamaños de partícula: 841-500 micrones entre malla #20 y malla # 35, 500-250 micrones entre malla #35 y #60, 250-177 micrones entre malla #60 y #80, descartando los tamaños de partícula menores a 177 micrones. Los resultados se registran en la figura 3.8, donde se puede observar que para el tamaño de 841 micrones, logró una disminución hasta los 200 ppm mientras que para tamaños de partícula más pequeños (500-250 micrones y 250-177 micrones) se verificó un aumento en la remoción de jabones alcanzando entre valores de remoción de 84%. Lo anterior se explica en términos de que partículas más pequeñas presentan una mayor área específica y, por lo tanto, el resultado alcanzado es coherente con los tamaños de partícula evaluados.

Lo anterior también se ve evidenciado en la rápida adsorción observada en los primeros 20 minutos lo cual evidencia una mayor superficie disponible para el proceso de purificación del biodiesel crudo.

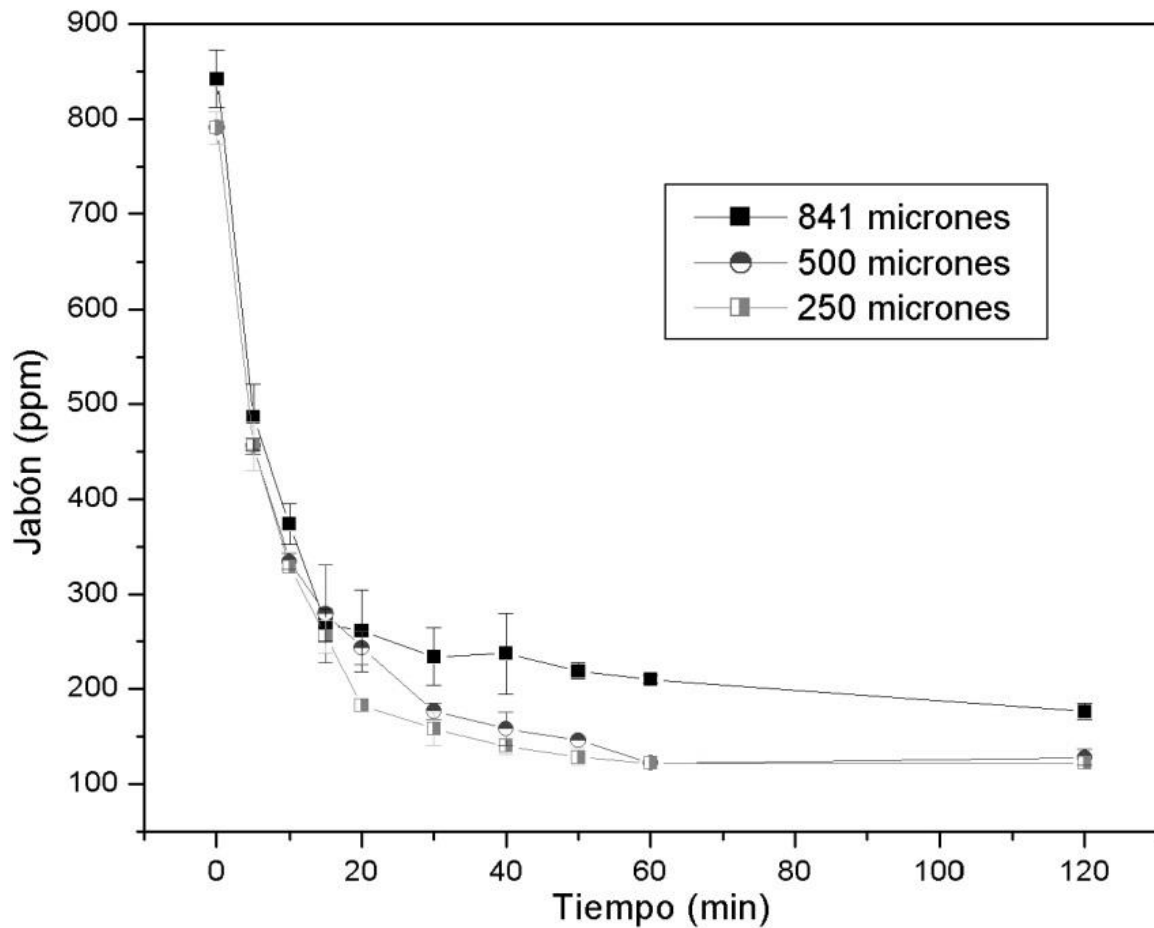


Figura 3.8 Evaluación de tamaño de partícula en la adsorción de jabones en el biodiesel crudo.

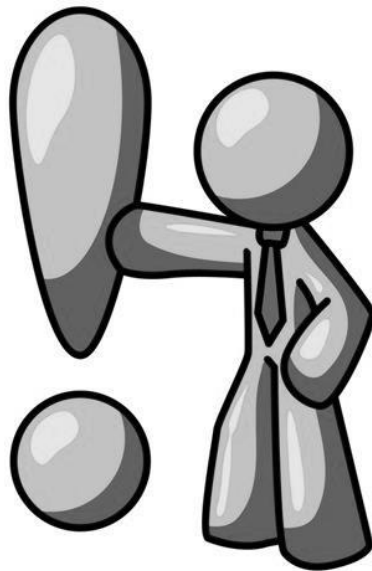
En el proceso de purificación en seco de biodiesel se han empleado almidón de papa, cascara de arroz, bagazo de caña de azúcar entre otros reportando capacidades de remoción de contaminantes del biodiesel, como glicerina, metanol, y humedad, sin embargo se han realizado muy pocas pruebas para la remoción de jabones al ser comparadas con resinas de intercambio iónico como Purolita, Amberlita y Tulison entre otras a pesar de ser de vital importancia para el correcto funcionamiento de los motores.

Bibliografía

- Cabrales, R., Marrugo, J., Abril, J., (2014). Rendimientos en semilla y calidad de los aceites del cultivo de higuerilla en el valle de Sinú. Monteria Colombia: Fondo Editorial Cordoba.
- Cardoso, M., (2011). Caracterización y utilización de la cascara de arroz como adsorbente en la purificación de biodiesel de aceite usado. Tesis de Maestría, Universidad federal de Rio Grande Do Sul. Porto Alegre Brasil.
- Castro, P., Coehlo, J., & Castillo, L. (2007). Opciones para la producción de biodiesel en Perú. Vol. 173. 1ª Edición. Lima (Perú): Ediciones Soluciones practicas,,
- Césare C., M. F., Castillo, L., Beteta A., V., & Calle M., C. (2010). Evaluación de calidad de biodiesel en la etapa final de producción. *Sociedad Química Perú*. Vol.76.(25-33)
- De Resende, Ramos, P., Guerreiro, M., Sapag, K. (2010). Producción y caracterización de carbones activados a partir de residuos de candeia (*Eremanthus erythropappus*) y su aplicación en los compuestos orgánicos. Tesis para Maestría. *Departamento de Química-CAPQ, Universidade Federal de Lavras* Brasil.
- Mercado libre. (6 de noviembre de 2017). Recuperado de <https://listado.mercadolibre.com.mx/resina-catinica-purolite-p-abrandador>),
- Muhammad , N., Wahjoedhi B., Wahid A., Azmuddin M. (2013). Eco-friendly extraction and characterization of cellulose from oil palm empty fruit bunches. *Bioresources*, Vol. 8 (2161-2172).
- Sánchez, M., Ortiz, I., Ramos, M., & De la Cerna, M. (2017). Solid state treatment of castor cake employing the enzymatic cocktail produced from *Pleurotus djamor* fungi. *Applied Biochemistry and biotechnology*, 10.1007/s12010-017-2656-4.
- UTAH Biodiesel Supply. (2011). *Testing Biodiesel For Soap Content*. Utah EUA.: Utah Biodiesel Spplly Blog <http://www.utahbiodieselsupply.com/blog/testing-biodiesel-for-soap-content/>.
- Vasques, E., Tavares, C. R., Yamamoto, C., . Mafra, M., & Igarashi-Mafra, L. (2013). Adsorption of glycerol, monoglycerides and diglycerides present in biodiesel. *Environmental technology* vol. 34, (13-16).

Wall, J., Herpen, J., & Thompson, J. (2011). Soap an Glycerin removal from biodiesel.
American Society of Agricultural and Biological Engineers ISSN 2151-0032 vol. 54,
(535-541).

Conclusiones



“Lo que cuenta no es la cantidad de horas que dedicamos al trabajo, sino la calidad del trabajo que desempeñamos en esas horas...” **Sam Ewing**

Conclusiones

A partir del análisis de la cáscara de higuera como bioadsorbente se obtuvieron resultados satisfactorios para la remoción de jabones que son los siguientes:

- La caracterización por Difracción de rayos X (DRX) reveló la presencia de fibras de celulosa.
- Para la Microscopía electrónica de barrido (MEB) mostró una morfología fibrosa con presencia de material lignocelulósico.
- La Espectroscopia de energía dispersiva (EED) muestra alto porcentaje en peso de carbono y magnesio, también la presencia de calcio, potasio, silicio y magnesio.
- Al analizar la muestra de biodiesel crudo presentó un contenido de 989 ppm de jabón logrando disminuirlo hasta 50 ppm con las condiciones óptimas de 40°C, y un porcentaje en peso de adsorbente de 5% y un tamaño de partícula de (250-500) micrones para evitar dificultades en la separación.
- Se demuestra la capacidad de este material abundante en el país que posee potencial de purificación de biodiesel con una remoción del 92% lo que se verificó con los resultados para materiales similares como la cáscara de arroz y presentan concordancia.