

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

**“Elaboración de un Manual de Operación de un Reactor
Experimental de Transesterificación para la obtención de biodiesel
proveniente de Aceite Vegetal”**

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentada por:

Carlos Samuel Robalino Viteri

GUAYAQUIL-ECUADOR.

AÑO: 2009

A G R A D E C I M I E N T O

A todas las personas que hicieron
posible con su colaboración, la
culminación de la presente tesis

DEDICATORIA

A DIOS

A MIS PADRES

A MI NOVIA

A LOS LECTORES.

TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



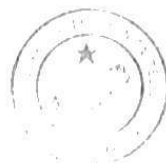
Ing. Francisco Andrade S.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE



Dra. Patricia Manzano S.
DIRECTORA DE TESIS



Ing. Jorge Duque R.
VOCAL

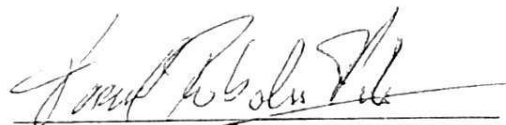


Ing. GONZALO ZEVALLOS G.
I. I. M. C. P.

DECLARACIÓN EXPRESA

"La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Carlos Samuel Robalino Viteri', written over a horizontal line.

Carlos Samuel Robalino Viteri

RESUMEN

El presente trabajo de tesis tiene como objetivo principal, detallar mediante un manual, el correcto modo de operación de un reactor para transesterificar biodiesel, tomando como materia prima, un aceite vegetal, cualesquiera que este fuera, e incluso quedando abierta la posibilidad del uso de aceites o grasas de origen animal. Un reactor es un equipo que en su interior por medio de una reacción química, gracias a elementos mecánicos, luego de la aplicación de calor, energía eléctrica y mecánica hace posible la transformación de varios reactivos en un combustible de procedencia orgánica y de bajo impacto ecológico, por medio de esta tesis planteo una solución a un problema que radica en la incorrecta operación de este equipo (reactor) con resultados que pueden incluso llevar a la explosión del mismo.

Se partió del problema que no se conocía la forma de utilizar el reactor experimental para transesterificación de aceites para producir biodiesel, entonces, se buscó analizar los factores importantes a considerar, variables de control, entre otros, es así como en la primera parte de esta tesis se hace una síntesis histórica desde el nacimiento hasta la evolución en el uso de aceites vegetales en el mundo entero, haciendo un enfoque en las zonas

donde se ha hecho mas extensivo el desarrollo de esta materia prima altamente energética que es además amigable con el medio ambiente, mencionando además de manera rápida, las principales variedades de oleaginosas existentes en el planeta con potencial energético.

Más adelante se hace énfasis en el Biodiesel como resultado de un proceso químico usando materia prima vegetal orgánica, una síntesis histórica con fechas y personajes representativos y los inventos de la época vinculados con este producto energético de origen netamente orgánico.

Posteriormente se hace una descripción detallada de los métodos mas reconocidos para la producción de Biodiesel, haciendo una inducción a compararlos en factores como lo económico, pragmático y ecológico.

Luego se selecciona el proceso de Transesterificación como el más idóneo para la obtención del biodiesel, detallando los insumos utilizados para la producción del biocarburante, haciendo el detalle extensivo y completo del procedimiento de operación del reactor, que es el tema principal y objetivo de esta tesis.

Finalmente se proponen sugerencias para mejorar el diseño del reactor existente, y como elemento motivante para la investigación de temas relacionados, se hace una comparación de los resultados obtenidos en la caracterización química del biodiesel sacado de variedades vegetales vs. las

características del diesel de petróleo y opciones de mejora tanto en el proceso de producción de biodiesel como en el reactor.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN.....	II
ÍNDICE GENERAL.....	V
ABREVIATURAS.....	XI
SIMBOLOGÍA.....	XIII
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XIV
ÍNDICE DE TABLAS.....	XVI
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	
1. FUNDAMENTOS TEORICOS.....	4
1.1 Breve historia de uso del Aceite Vegetal no comestible	4
1.2 Especies Vegetales para la obtención del Aceite Vegetal no comestible	7
1.2.1 Definición y clasificación	9
1.2.1.1 Características de la Jatropha Curcas (Piñón)	14
1.2.1.2 Características del Ricino (Higuerilla).....	19
1.2.2 Caracterización de los aceites Vegetales no comestibles	23

1.2.2.1	Características del Aceite de Jatropha Curcas (Piñón).....	24
1.2.2.2	Características del Aceite de Ricino (Higuerilla).....	25
1.3	Otras Plantas Oleaginosas.....	26
1.3.1	Definición y Clasificación.....	26
1.3.1.1	Características de la Brassica Carinata (Colza Etíope).....	27
1.3.1.2	Características de la Cynara Cardunculus.....	28
1.4	Proceso Experimental para la obtención de Aceite Vegetal.....	29

CAPÍTULO 2

2.	EL BIODIESEL.....	35
2.1	Definición y principales Fuentes de Obtención del Biodiesel...	35
2.1.1.1	El Proceso de Transesterificación.....	39
2.1.1.2	Composición Química del Biodiesel.....	48
2.1.1.3	Características relevantes del Biodiesel.....	54
2.1.2	Aplicaciones del Biodiesel.....	57
2.1.2.1	Aspectos Técnicos Generales en la producción.....	60
2.2	Historia del uso de Aceite Vegetal como Biocombustible.....	67
2.2.1	Rudolf Diesel y su genial invento.....	68
2.2.2	El Primer Biodiesel.....	70
2.3	Usos del Biodiesel.....	71
2.3.1	Usos destacados en la Historia.....	72
2.3.2	Utilización actual del Biodiesel.....	74

2.4	Ventajas y desventajas con el Uso de Biodiesel en aplicaciones energéticas convencionales	76
2.4.1	Ventajas	77
2.4.2	Desventajas	78
2.5	Justificación del uso del biodiesel en maquinaria de uso común	80

CAPÍTULO 3

3	PROCESO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL.....	84
3.1	Métodos para la obtención de Biodiesel.....	84
3.1.1	Mezcla con Petrodiesel.....	84
3.1.2	Pirolisis.....	88
3.1.3	Microemulsificación.....	89
3.1.4	Transesterificación.....	89
3.2	Procesos Catalíticos de Transesterificación.....	95
3.2.1	Catálisis Ácida.....	95
3.2.2	Catálisis Básica.....	96
3.2.3	Catálisis Enzimática.....	101
3.3	Equipos y reactivos para la reacción de Transesterificación.....	102

3.3.1	Detalle de los equipos utilizados en el laboratorio para el proceso.....	102
3.3.1.1	Reactor de Transesterificación.....	102
3.3.1.2	Catalizadores.....	104
3.3.1.3	Neutralizadores.....	114
3.3.1.4	Metóxidos.....	115
3.4	Productos de la Reacción de Transesterificación.....	116
3.4.1	La Glicerina como un residuo de la Transesterificación del Aceite Vegetal.....	117
3.4.2	Usos Alternativos de la Glicerina.....	118

CAPÍTULO 4

4	REACTOR DE TRANSESTERIFICACIÓN.....	120
4.1	Reactor.....	120
4.2	Capacidad del Reactor.....	122
4.3	Condiciones de Operatividad.....	125
4.4	Detalle de las partes y factores constitutivos principales del Reactor de Transesterificación.....	125
4.4.1	Sistemas Mecánicos del Reactor.....	126
4.4.1.1	Materiales del Reactor.....	126
4.4.1.2	Acoples del Reactor	129
4.4.1.3	Sistema de Calentamiento.....	131

4.4.1.3.1	Calor requerido por la reacción.....	132
4.4.1.3.2	Control de Temperatura.....	134
4.4.1.4	Sistema de Agitación Mecánica.....	135
4.4.1.4.1	Moto Reductor.....	136
4.4.1.4.2	Impulsor Mecánico.....	137
4.4.1.4.3	Potencia Consumida por el Impulsor.....	138
4.4.1.4.4	Agitador Mecánico.....	141
4.4.1.5	Control de Velocidad del Sistema.....	143
4.4.1.6	Control de Presión del Sistema.....	143
4.4.1.7	Control de Nivel de Aceite-Biodiesel.....	144
4.4.1.8	Sistema de Seguridad.....	145
4.4.2	Sistema de Recuperación de condensado	147
4.4.3	Sistemas Eléctricos.....	150
4.5	Manual de Operación del Reactor de Transesterificación.....	152
4.6	Puesta en operación del Reactor experimental de Transesterificación.....	174

CAPÍTULO 5.

RESULTADOS DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR.....	179
5.1 Caracterización del Producto Final mediante pruebas de laboratorio.....	179

5.2 Comparación de las propiedades Físicas y Químicas del Biodiesel producido de diferentes tipos de oleaginosas con un diesel común de estación de servicio.....	184
5.3 Optimización del proceso de Producción de Biodiesel en el reactor experimental.....	192
CAPÍTULO 6.....	198
6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	198
APÉNDICES	
BIBLIOGRAFÍA	

ABREVIATURAS

°C	grado centígrado
°K	grado Kelvin
AC	Corriente Alterna
AISI	American Iron and Steel Institute
API	American Petroleum Institute
aprox	Aproximadamente
BXXX	Porcentaje de biodiesel combinado con Diesel de Petróleo
cp	centipoise
CSTR	Continuous Stirred Tank Reactor
EPA	Environment Protection Agency
etc.	etcétera
FFA	Ácidos grasos libres
Frac. Vol	Fracción volumétrica
gr	gramo
Ha	Hectárea
HP	caballos de Fuerza
Kg	Kilogramo
KJ	kilo Joule
KOH	Hidróxido de Potasio
L	litro
m	metro
M ³	metro cúbico
Max	Máximo
min	mínimo

min	minuto
ml	mililitro
ml	mililitro
mm	milímetro
MPG	Millas/galón
NaOH	Hidróxido de Sodio

NBB	National Biodiesel Board
NOx	Óxidos Nitrosos
NPT	National Pipe Thread Taper
Pa	pascales
PAHs	Hidrocarburos policíclicos aromáticos
PFR	Plug Flow Reactor
PSI.	Poundal Square inch (libras/pulg ²)
pulg	Pulgada
PVC	Polivinilo Clorado
RME	Rapeseed Methyl Ester
RPM	Revoluciones/minutos
t/ha	Toneladas / hora
W	watt

SIMBOLOGÍA

%	Porcentaje
A	Amperio
C_p	Calor específico a presión constante
C_v	Calor específico a volumen constante
D	Diámetro
J	Momento de Inercia
Q_r	Calor de reacción
Re	Número de Reynolds
V	Voltio
W	Peso
w	espesor
X	Fracción

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	Origen de la necesidad uso de aceites vegetales.....	7
Figura 1.2	Fotografía en varias etapas de semilla de piñón.....	18
Figura 1.3	Fotografía en varias etapas de semilla de higuera.....	23
Figura 1.4	Zona cultivada de colza etíope.....	28
Figura 1.5	Zona cultivada de Cynara Cardunculus.....	29
Figura 1.6	Fotografía de un extractor Soxhlet.....	31
Figura 1.7	Equipo utilizado en el proceso de extracción Soxhlet.....	33
Figura 2.1	El ciclo de Biodiesel.....	38
Figura 2.2	Proceso discontinuo de producción de biodiesel.....	44
Figura 2.3	Proceso continuo de producción de biodiesel.....	47
Figura 2.4	Proceso de obtención de biodiesel.....	67
Figura 2.5	Pensamiento visionario de Rudolph Diesel.....	70
Figura 2.6	Ventajas en emisiones del biodiesel frente al diesel de petróleo.....	80
Figura 3.1	Esquema de catálisis básica.....	100
Figura 3.2	Foto frontal de reactor de transesterificación.....	104
Figura 3.3	Fotografía ilustrativa del proceso de decantación de glicerina luego de la transesterificación.....	118
Figura 4.1	Reactor ilustrando partes principales y proceso de transesterificación.....	122
Figura 4.2	Gráfica del termostato del reactor.....	131
Figura 4.3	Vista del sistema de control de temperatura.....	135
Figura 4.4	Vista del sistema de agitación mecánica.....	136
Figura 4.5	Vista del motoreductor.....	137
Figura 4.6	Vista del impulsor mecánico.....	138
Figura 4.7	Criterio de MC.Cabe para el cálculo de las dimensiones del agitador.....	142

Figura 4.8	Vista del punto de control de presión.....	144
Figura 4.9	Vista del punto de control de nivel de aceite.....	145
Figura 4.10	Válvula de seguridad.....	147
Figura 4.11	Sistema de recuperación de metanol condensado.....	148
Figura 4.12	Bomba monofásica para circulación del agua de enfriamiento.....	149
Figura 4.13	Muestra de aceite de higuera en un balón.....	153
Figura 4.14	Frasco con metanol.....	154
Figura 4.15	Muestra de hidróxido de potasio en escamas.....	155
Figura 4.16	Solución de fenolftaleína y vaso para medición de Ph.....	161
Figura 4.17	Reacción de titulación.....	162
Figura 4.18	Control de cierre de válvulas.....	165
Figura 4.19	Apertura de tapa y llenado de aceite.....	165
Figura 4.20	Observación de nivel de aceite.....	166
Figura 4.21	Cierre de reactor y precalentamiento del aceite.....	167
Figura 4.22	Medición de reactivos.....	167
Figura 4.23	Mezcla de reactivos, obtención de metóxido.....	168
Figura 4.24	Adición del metóxido al aceite precalentado.....	169
Figura 4.25	Perilla de regulación de temperatura del termostato.....	170
Figura 4.26	Puesta en operación del sistema de recuperación de condensado.....	171
Figura 4.27	Reactor de transesterificación en operación.....	171
Figura 4.28	Revisión periódica de temperatura y presión.....	172
Figura 5.1	Examen de control cromatográfico de aceite de higuera...	191
Figura 5.2	Antes y después de la adición de 1 paleta al impulsor del reactor.....	194
Figura 5.3	Antes y después del cambio de posición e inclinación de la válvula de seguridad.....	196

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1	Producción mundial de aceites vegetales durante el año 2.001.....	13
Tabla 2	Descripción taxonómica de la jatropha curcas (piñón).....	14
Tabla 3	Producción de jatropha curcas por hectárea.....	16
Tabla 4	Descripción Taxonómica del Ricino Comun (Higuerilla).....	19
Tabla 5	Propiedades del aceite de Higuerilla.....	26
Tabla 6	Especificaciones del Biodiesel.....	56
Tabla 7	Producción el litros según variedades de oleaginosas.....	83
Tabla 8	Datos obtenidos para el cálculo de la potencia consumida.....	140
Tabla 9	Elementos eléctricos del sistema.....	151
Tabla 10	Propiedades del Biodiesel de Higuerilla.....	183
Tabla 11	Especificaciones de calidad Norma INEN para Diesel de Petróleo.....	185
Tabla 12	Propiedades de Biodiesel de Higuerilla vs Diesel de Petróleo.....	187
Tabla 13	Propiedades y especificaciones del Biodiesel de Palma.....	189
Tabla 14	Propiedades y especificaciones del Biodiesel de Jatropha Curcas o Piñón bajo la norma ASTM.....	190
Tabla 15	Compuestos encontrados en el examen cromatográfico de biodiesel de Higuerilla.....	191

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, existe un tema que se ha tornado de gran importancia para gran parte de la sociedad, el cual defino como la necesidad de la humanidad por encontrar fuentes energéticas que posibiliten la producción y crecimiento de los pueblos, este tema causa cada día incertidumbre, debido primordialmente a factores como la variación casi siempre indescifrable de los precios del petróleo, recurso energético no renovable proveniente de yacimientos fósiles que hasta el momento sigue siendo el recurso mas importante que mueve al mundo.

Diferencias políticas, guerras, situaciones de intereses personales y demás factores provocan subidas y bajadas del precio del denominado “oro negro”, cuyos resultados afectan directamente a todos los países, especialmente a los más necesitados.

Además de la variación de los precios, otro factor que vuelve insostenible la matriz energética global, son los efectos altamente contaminantes que la industria petrolera infiere sobre nuestro planeta, desde el proceso de explotación hasta el uso mismo de los derivados en la vida diaria, las estadísticas que casi todos los días vemos en los medios, muestran resultados completamente aterradores que hablan incluso del fin de la humanidad prematuramente, sino se toman medidas drásticas en la reducción de fuentes de energía con base de carbono que son en gran parte los responsables del Calentamiento Global que amenaza con la desaparición de centenares de pueblos alrededor del mundo con inundaciones, ciclones, tsunamis, tornados, deshielos, sequías y demás desastres, que en estos tiempos observamos por doquier con mayor frecuencia.

Afortunadamente, y como motivo de inspiración de esta tesis, se sabe que en la actualidad, existen mecanismos orientados a la búsqueda de soluciones alternativas, con fuentes Renovables de Energía, que se van sumando y aportando opciones diferentes, las mismas que van ganando adeptos para investigación e inversión.

En la presente tesis, se plantea una de las tantas vías de solución para la generación energética, estrictamente apegada al concepto de sustentabilidad ambiental.

Los biocombustibles, son una importante alternativa energética que cobra fuerza en estos momentos en países en vías de desarrollo como es el caso de nuestro Ecuador. Fue hace muchos años atrás cuando Rudolph Diesel, con su genial invento, descubrió como su motor “Diesel” funcionaba utilizando aceite de maní, quedando grabado en la historia, que el primer combustible para mover un motor fue un biocombustibles.

La producción de biocombustibles en nuestro país está comenzando a darse de manera progresiva, con la exposición en el presente documento, de los pasos a seguir para la operación correcta de un reactor de transesterificación de aceites vegetales, se ofrece un aporte mas para que todos los interesados en este vital tema, aporten con ideas que fortalezcan la causa.

El Ecuador posee absolutamente todos los recursos necesarios para una producción continua y sustentable de biodiesel, utilizando recursos vegetales, y hasta animales, que en ocasiones pueden ser incluso productos de desecho, la inclusión de trabajadores nacionales, la explotación de la tierra y otras virtudes que convierten esta tarea en un fin rentable y con un alto impacto positivo en la ecología.

En el presente texto se encontrará en detalle todos los antecedentes históricos, evolución, descripción de procesos de una manera detallada sobre como operar un reactor para transesterificación de aceites y una comparación entre las características del Diesel de Petróleo y el Biodiesel, lo

mismo que se aspira sea una motivación para muchos estudiantes, profesionales e investigadores para que desarrollen más proyectos vinculados con la búsqueda de fuentes alternativas de energía, con menos contaminación ambiental.

CAPITULO 1

1. FUNDAMENTOS TEORICOS

1.1 Breve historia de uso del Aceite Vegetal no comestible

Se conoce históricamente, que el aceite vegetal y las grasas animales fueron analizadas para ser utilizadas como combustibles para motores a diesel en los albores de la crisis energética de los 70's y principios de los 80's , interés que se ha renovado en la actualidad con el boom de las fuentes alternativas de energía, pero haciendo hincapié en el aspecto puntual de los combustibles, este concepto fue concebido desde mucho tiempo atrás por el conocido científico Rudolph Diesel (1858-1913), inventor del motor que lleva su nombre.

Inicialmente, previo el estudio de diversos aceites vegetales, se comprobó las virtudes del aceite de palma para la generación de energía, siendo largamente explotado por los países desarrollados y en vías de desarrollo como una salida válida a las crisis energéticas siempre presentes, producidas por el agotamiento de recursos no renovables, una lista importante de países destacando Bélgica, Francia, Italia, Reino Unido, Portugal entre otros, impulsaron el estudio de la Palma, localizando en países latinoamericanos, los mas probables proveedores del mismo, es así que se encuentra infinidad de aplicaciones energéticas para el aceite de palma, lo que conllevó a su uso extensivo.

Los investigadores energéticos avanzaron vertiginosamente hasta localizar mas opciones de donde obtener aceite vegetal, localizando una nueva importante alternativa en la semilla de Algodón, que fuera utilizado en crisis energéticas emergentes y con otros propósitos en la Segunda Guerra Mundial, situación que provocó por ejemplo medidas drásticas, por parte de gobiernos como el de Brasil, que prohibieron la exportación de aceite de semillas de Algodón, obligando a los gobiernos de China e India a invertir ingentes recursos en investigación sobre nuevas variedades de Combustibles provenientes de oleaginosas, producto de esto, se reportaron

importaciones reducidas de combustibles líquidos en Argentina, China comenzó a producir combustible diesel, aceites lubricantes y gasolina, los dos últimos a base de pirolisis catalítica a Presión a partir de otras especies oleaginosas.

Hasta unas décadas atrás, específicamente 1970, los modelos económicos de los países consideraban imposible el agotamiento de los recursos naturales y energéticos no renovables, que aun ahora son base de la economía mundial. Los combustibles fósiles representan casi un 50% de la demanda energética global, ahora se retoma la tendencia de nuevas alternativas, en frente a las crisis presentes.

En fin, el desarrollo de nuevas tendencias energéticas y el estudio extensivo de las oleaginosas, ha conllevado al punto que las mas importantes universidades y gobiernos de todo el mundo inviertan ingentes recursos en desarrollar nuevas tecnologías para la utilización de aceites vegetales con fines no comestibles, para su implementación en la industria, en aplicaciones caseras o de transportación, es así que en los actuales momentos se puede obtener aceite combustible de gran diversidad de oleaginosas como: Palma , semilla de algodón, maíz, soya, girasol, entre otras, que como se verá mas adelante no son motivo de nuestro estudio, dado

que se encuentran en contraposición con las políticas de seguridad alimentaria.

De manera general, se puede ilustrar el origen de la necesidad y uso de los aceites vegetales con fines energéticos a través de la historia por medio de la siguiente figura:

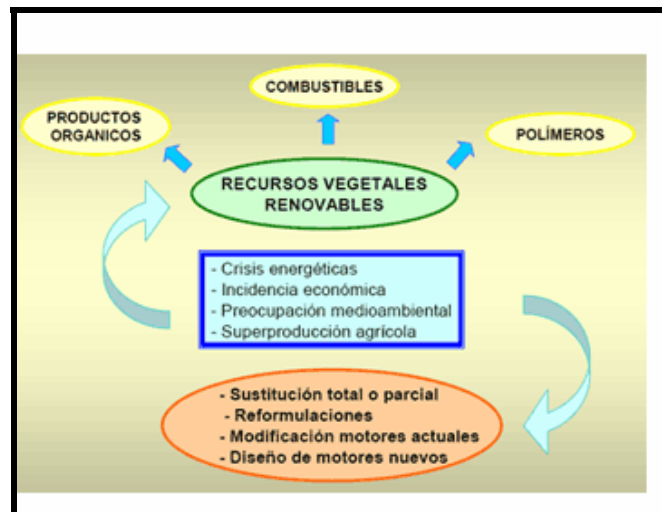


FIGURA 1.1

ORIGEN DE LA NECESIDAD USO DE ACEITES VEGETALES

1.2 Especies Vegetales para la obtención del Aceite Vegetal no comestible

Las materias primas principalmente utilizadas en la producción de aceite vegetal con fines no comestibles han sido siempre las semillas de

oleaginosas como el girasol y la colza (Europa), la soya (EEUU), el coco (Filipinas), los frutos de la palma, (Malasia e Indonesia), siendo estas las fuentes convencionales.

Existen además otras fuentes alternativas, tomando especies más adaptadas a las condiciones del país donde mejor se desarrollan, y mejor posicionadas en el ámbito de los cultivos energéticos. En este sentido es destacable la utilización entre otros de los aceites de *Camelina sativa*, *Crambe abyssinica* y *Jatropha curcas*. Además es importante mencionar los cultivos de *Brassica Carinata*, *Cynara Cardunculus*, siendo que esta última es un cultivo plurianual y permanente de unos diez años de ocupación del terreno, obteniendo un excelente aceite.

Como se mencionó anteriormente, el biodiesel se puede obtener a partir de aceites vegetales y grasas de animales, aunque los aceites vegetales se han convertido en una alternativa más atractiva debido a sus beneficios medioambientales y el hecho que se producen de recursos renovables.

Además del aceite o grasa, se requiere de un alcohol y un catalizador para poder convertir los aceites y grasas en ésteres alquílicos.

Como una manera de puntualizar y clasificar estas especies vegetales para la obtención de Aceite vegetal no comestible, se las puede clasificar en lo que comúnmente se denominan “Cultivos Energéticos”

1.2.1 Definición y clasificación

Los cultivos energéticos

Los cultivos energéticos son cultivos agrícolas o forestales producidos expresamente con fines energéticos en lugar de alimenticios, como ha sido la actividad tradicional en la agricultura. La biomasa obtenida puede transformarse tanto en biocombustibles líquidos para utilizarse en motores de combustión interna o también en biocombustibles sólidos para su aprovechamiento en aplicaciones térmicas para la generación de calor y electricidad.

Entre las características ideales que deben cumplir los cultivos dedicados a fines energéticos cabe citar:

- Altos niveles de productividad en biomasa con bajos costos de producción para que la producción de biocombustibles sea económicamente viable en relación con los combustibles de origen fósil.

- No contribuir a la degradación del medio ambiente, de tal forma que el balance ambiental producido por el cultivo sea mejor al que se produciría si la tierra no estuviese cultivada o fuera ocupada por un cultivo tradicional.
- Posibilidad de desarrollarse en tierras marginales.
- Posibilidad de recuperar fácilmente las tierras después de finalizado el cultivo energético para realizar otros cultivos si las condiciones socioeconómicas así lo aconsejaron.
- Requerimientos técnicos convencionales, normalmente disponibles por los agricultores, similares a los empleados para otros cultivos propios de la zona.
- Tener un balance energético positivo, es decir, que la energía neta contenida en la biomasa producida sea superior a la gastada en el cultivo, en la obtención de los productos y en la generación y distribución de energía utilizable.

Los sistemas agro energéticos constituyen verdaderas agroindustrias en las que la producción y la transformación deben estar íntimamente relacionadas. El desarrollo de los cultivos energéticos solamente se justifica si paralelamente se instala la correspondiente industria energética que utilice como materia prima la biomasa producida.

La relación entre los cultivos y la industria energética debe abarcar temas que van desde cuestiones técnicas, económicas y geográficas, hasta los aspectos contractuales que aseguren el suministro de la materia prima necesaria para que la industria funcione, sin pasar por alto aspectos culturales y sociales del ámbito humano donde se vayan a realizar. Los centros de transformación deben estar próximos a los lugares de producción, ya que sería inconcebible gastar en el transporte de la biomasa más energía de la que luego se podría obtener de ella.

Entre las ventajas directas de los cultivos energéticos, se pueden mencionar:

- Los cultivos energéticos que son perennes protegen al suelo de la erosión, eliminando las labores de barbecho y la pérdida de suelo que se deriva de su práctica continuada.
- Para ser rentables deben tener bajos niveles de insumos, por lo que la agricultura resultante produciría un menor impacto ambiental que la tradicional.

Asimismo, los cultivos energéticos comparten con la producción agrícola tradicional una serie de problemas, como la dependencia a las condiciones climatológicas y sus fluctuaciones, el uso de fertilizantes y pesticidas, la erosión del suelo (si el manejo no es

adecuado), la pérdida de ecosistemas y biodiversidad (si se sustituye vegetación natural por monocultivos) y el deterioro del paisaje (ídem). Sin embargo, si los cultivos energéticos sustituyen cosechas anteriores, el efecto neto puede ser insignificante.

Los cultivos aprovechados en la actualidad con fines energéticos se pueden clasificar en tres grupos:

- Cultivos productores de biomasa lignocelulósica para aplicaciones térmicas. Por ejemplo:
 - especies herbáceas: cardo (*Cynara cardunculus*);
 - especies leñosas: sauces (*Salix*), chopos (*Populus*), eucaliptos (*Eucalyptus* sp.), acacias (Familia *Mimosaceae*).
 - Cultivos alcoholígenos, productores de azúcares o polisacáridos fermentables y que sirven para la producción de bioetanol. Por ejemplo: caña de azúcar (*Saccharum officinarum*), patata (*Helianthus tuberosus*), remolacha (*Beta vulgaris*), sorgo azucarero (*Sorghum bicolor*).
 - Cultivos oleaginosos, productores de aceite para su transformación en biodiesel. Por ejemplo: colza (*Brassica napus*), girasol (*Helianthus annuus*), soya (*Glycine max*), palma aceitera (*Elaeis guineensis*), piñón (*Jatropha curcas*).

Existe una cuantificación mundial anual, del año 2001 de la producción de aceites vegetales provenientes de las mas reconocidas oleaginosas, lo que provoca una idea de cuan importantes cantidades de aceite con fines energéticos se producen anualmente.

TABLA 1

**PRODUCCIÓN MUNDIAL DE ACEITES VEGETALES
DURANTE EL AÑO 2.001**

TIPO DE ACEITE VEGETAL	MILLONES DE TONELADAS MÉTRICAS
Colza	4,0
Girasol	4,5
Soya	8,0
Palma	4,0
Maní	4,0
Algodón	3,0
Coco	3,0
Olivo	2,0

Con esta descripción de los más importantes y reconocidos tipos de cultivos energéticos, y especies vegetales disponibles para la producción de aceite vegetal con fines energéticos, es relevante a continuación, hacer un análisis más detallado de las variedades de oleaginosas cuyo cultivo es mas extensivo y sustentable para países como el Ecuador.

Dentro de los más relevantes se encuentran la *Jatropha Curcas* (Piñón), el *Ricinus Communis* (Ricino o Higuera).

1.2.1.1 Características de la *Jatropha Curcas* (Piñón)

Se puede enumerar las características taxonómicas, de uso y demás de la *Jatropha Curcas* o Piñón, que es un árbol de aproximadamente 3 mts de altura que produce frutos con un alto contenido de aceite apropiado para ser usado como Biodiesel, la completa descripción taxonómica se muestra a continuación en la siguiente tabla:

TABLA 2
DESCRIPCIÓN TAXONÓMICA DE LA *JATROPHA*
***CURCAS* (PIÑÓN)**

Reino	Plantae
Subreino	Tracheobionta
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida

SubClase	Rosidae
Orden	Euphorbiales
Familia	Euphorbiaceae
Genero	Jatropha
Especie	Curcas

Es una oleaginosa de porte arbustivo con más de 3500 especies agrupadas en 210 géneros. Es originaria de México y Centroamérica, pero crece en la mayoría de los países tropicales. Se la cultiva en América Central, Sudamérica, Sureste de Asia, India y África.

Se cultiva en terrenos semiáridos con una precipitación pluvial de 600 mm. anuales, temperaturas de alrededor de 28 °C y altura hasta 2.500 m. sobre el nivel del mar. Es preferible cultivarla en espacios de 0.5 metros entre árboles y se pueden propagar por semilla o estaca, por semilla su desarrollo se completa en 2 a 3 años, en cambio en la propagación por estacas la producción puede iniciarse en un año.

Se pueden disponer hasta 400 árboles por hectárea y se obtienen los siguientes resultados:

TABLA 3

PRODUCCIÓN DE JATROPHA CURCAS POR HECTAREA

Densidad de Plantación	300-400 ÁRBOLES/ Ha(aprox)
Producción de Frutos	33 Toneladas/ Ha (aprox.)
Producción de Semillas	5 Toneladas/ Ha(aprox.)
Producción de Aceite	2.5 Toneladas/ Ha(aprox.)

La
de
nsi
da
d
de

árboles se puede incrementar notablemente en suelos de mejor calidad.

La *Jatropha Curcas* o Piñón, se emplea como laxante fuerte, La madera y los frutos se pueden aprovechar en diversas aplicaciones incluyendo su aceite. Las semillas de la *Jatropha* contienen hasta un 50% de aceite de alta viscosidad, que se puede utilizar en la fabricación de velas y jabones, en la industria cosmética, como combustible para iluminación y cocimiento, asimismo es factible su empleo como energía renovable.

Estas características como su versatilidad hacen que el cultivo de esta planta sea una alternativa interesante para zonas erosionadas y no aptas para otros cultivos. Su follaje no es apto para consumo animal, ya que son tóxicas, pero la torta de aceite sometida a un tratamiento, si puede emplearse en forraje o como fertilizante.

Resiste en un alto grado la sequía y prospera con apenas 250 a 600 mm de lluvia al año. El uso de pesticidas no es importante, gracias a las características pesticidas y fungicidas de la misma planta. La planta puede vivir hasta 40 años.

En la India, donde su cultivo había estado en manos de pequeñas productoras, se prepara para sembrar hasta 40 millones de hectáreas con *Jatropha*. British Petroleum tiene un proyecto experimental para producir biodiesel a partir de una plantación de 100 mil hectáreas en Indonesia. Daimler Chrysler experimenta con tres automóviles Mercedes movidos exclusivamente con diesel de *Jatropha*.

Dependiendo del país donde se la explote posee peculiares nombres como: Coquito, Capate, Tempate, Piñón, Piñoncito, Piñol, Piñón Botija, Higos del duende, Barbasco, Piñones purgativos, Higo de infierno, Purga de fraile, Tua tua, nuez del physic, pinhao manso, etc.

Es una planta especialmente resistente, pero también es objeto del ataque de plagas y enfermedades tales como:

Plagas: Hormiga termita (carcome la base del tronco), arañas y pulgones.

Enfermedades: Marchites del fruto (provocado por ácaros), Pudrición seca de las ramas (provocado por el hongo fusarium), Clorosis foliar (falta total de nutrientes)



FIGURA 1.2
FOTOGRAFIA EN VARIAS ETAPAS DE SEMILLA DE PIÑÓN

1.2.1.2 Características del Ricino (Higuerilla)

El nombre del género, aplicado ya a esta planta por Plinio y otros autores romanos, alude al parecido de sus semillas con la garrapata, llamada también ricinus en latín. Pero el ricino era conocido desde mucho antes, pues lo nombran autores griegos como, Teofrasto y Dioscórides, con el nombre de croton, y sus

semillas han aparecido en tumbas egipcias, muy anteriores, se la puede describir por su descripción taxonómica, mostrada en la siguiente tabla:

TABLA 4
DESCRIPCIÓN TAXONÓMICA DEL RICINUS COMMUNIS
HIGUERILLA)

Reino	Plantae
Subreino	Traqueobionta
Superdivisión	Spermatophyta
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Subclase	Rosidae
Orden	Euphorbiales

Es una especie de planta de flores perteneciente a la familia Euphorbiaceae. El ricino es un arbusto de tallo grueso y leñoso, hueco por dentro que, lo mismo que los rabillos y nervios de las hojas, puede tomar un color púrpura oscuro, y suele estar cubierto de un polvillo blanco, semejante a la cera.

Las hojas son muy grandes, de nervación palmeada y hendidas de 5 a 9 lóbulos, de bordes irregularmente dentados; las hojas son alternas, con peciolo muy largo, unido por su parte inferior.

Las flores están dispuestas en grandes inflorescencias, erguidas, que rematan los tallos; en la parte inferior de las mismas están las flores masculinas, con un cáliz, con cinco piezas lanceoladas y múltiples estambres soldados, con forma de columna, ramificada en forma de coliflor. Las flores femeninas se encuentran en la parte superior de la panícula, con ovario, formado por tres hojas carpelares y rematado por tres ramitas bifurcadas, con papilas destinadas a captar el polen. Florece casi todo el año.

El fruto es globuloso, trilobulado, casi siempre cubierto por abundantes púas, que le dan un aspecto erizado; tiene tres cavidades, cada una con una semilla, grande y jaspeada, de superficie lisa y brillante, rematada por una excrecencia y que contiene una toxina llamada ricina.

Requiere un clima cálido sin heladas, está disperso, por casi todas las regiones cálidas del globo, habiéndose naturalizado, por ser una planta cultivada desde la antigüedad; parece ser originario del cuerno de África (Abisinia).

Las semillas son muy tóxicas, por la presencia de una albúmina llamada ricina, ya que basta la ingestión de unas pocas para producir la muerte. Y hasta hoy, es la toxina biológica más potente que se conoce.

El aceite de ricino, obtenido por prensado de las semillas y calentado para destruir la ricina, es uno de los purgantes más reputados, debiéndose su acción al ácido ricinoléico; tiene el inconveniente de su desagradable sabor. En la actualidad encuentra aplicaciones, en la industria de pinturas y barnices, así como para la fabricación de lubricantes y líquidos para frenos.

Dependiendo del lugar donde se explote, tiene diferentes nombres, tales como Palmacristi, ricino, higuera, higuera del diablo, en idioma inglés, se denomina Castor Bean.

Plagas: Jogoto, gusano alambre, gusano soldado, que producen daño a la semilla, perforándola y cortan el tallo de las plántulas, y en estado mas avanzado se comen las raíces.

Enfermedades: Marchitez o fusariosis, manchas de las hojas y virosis, son enfermedades causadas por diferentes tipos de hongos

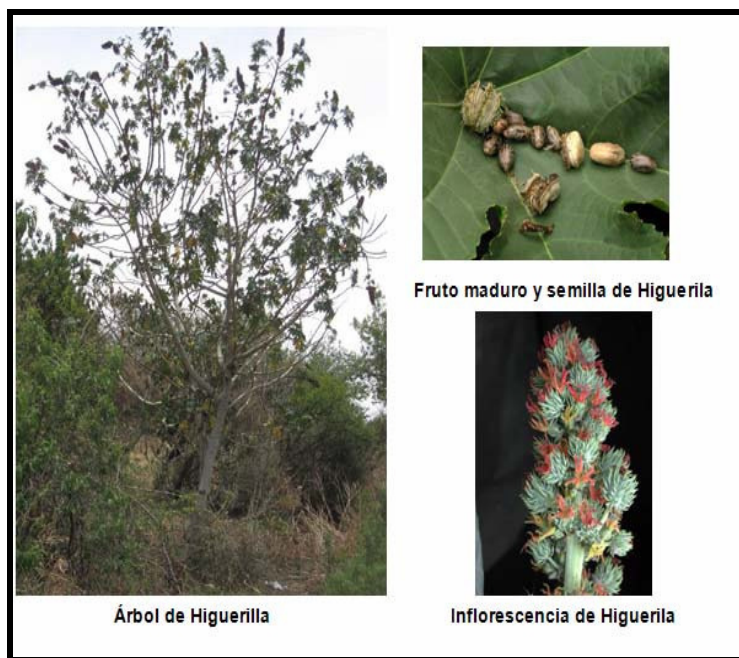


FIGURA 1.3
FOTOGRAFIA EN VARIAS ETAPAS DE SEMILLA DE
HIGUERILLA

1.2.2 Caracterización de los aceites Vegetales no comestibles

Los aceites y grasa vegetales son sustancias orgánicas formadas por esterres de ácidos grasos y glicerina, a los que se denominan glicéridos; la glicerina puede estar mono, di, o tri esterificada, por los ácidos grasos, en cuyo caso se forman los mono, di o triglicéridos. Además de los esterres de la glicerina, el aceite contiene pequeñas cantidades de vitaminas, fosfátidos (lecitinas), esteroides, colorantes

(caroteno, clorofila, xantofilas), agua e hidrocarburos que constituyen el material insaponificable.

A continuación se muestra la caracterización básica de los aceites de oleaginosas con mayor futuro de explotación en nuestro país por su fácil cultivo y preservación, este es el caso del Piñón e Higuera.

1.2.2.1 Características del Aceite de *Jatropha Curcas* (Piñón)

En el caso de la semilla de *Jatropha Curcas* o Piñón, esta contiene un 42 % de aceite el cual tiene propiedades fisicoquímicas semejantes a la de los aceites comestibles y no es tóxico, como otros aceites de esta planta cultivada en otros países. El contenido de aceite (lípidos) está dentro del orden de las semillas oleaginosas y su valor nutritivo es semejante al del aceite de maíz. El color es amarillo claro, inoloro y tiene un ligero sabor a nuez. El índice de saponificación fue de 196, el de yodo de 99.06, el de acidez de 13.86, el de ésteres de 182.1, el de hidroxilo 8.53, el de acetilo 8.48, la materia insaponificable de 0.82 %, el índice de refracción a 25°C fue de 1.4688 la gravedad específica a 25°C fue de 0.9100, la viscosidad a 25°C fue de 62 cp. El índice de yodo indica que contiene mayor cantidad de ácidos grasos insaturados que los aceites de oliva, palma y ricino e igual cantidad que el aceite de cacahuete y menor que el aceite

de maíz. Los índices de hidroxilo y acetilo indican que el aceite de *Jatropha curcas* contiene mono y/o diglicéridos. El aceite de la *Jatropha curcas* tiene propiedades fisicoquímicas semejantes a las de los aceites comestibles y no es tóxico.

1.2.2.2 Características del Aceite de Ricino (Higuerilla)

El aceite de higuerilla, está constituido en un 90% por el ácido ricinoleico que es un ácido monoinsaturado de 18 carbonos con un sustituyente hidróxido. Si bien el ricino es sumamente tóxico para los seres humanos, el aceite de ricino se usa como un componente "no tóxico" en los aceites de corte y en los lubricantes para la laminación del acero a altas temperaturas y en otros líquidos para trabajos con metales. La versión oxidada y esterificada del aceite de ricino se usa como lubricante en la industria de la aviación.

Es posible tabular las más importantes propiedades características del aceite de Higuerilla por medio de la tabla ilustrada en la Tabla siguiente:

TABLA 5
PROPIEDADES DEL ACEITE DE HIGUERILLA

Propiedad	Unidades	Estándar ASTM	Valor típico
Densidad	g/cm ³	D-5	0.96
Agua y sedimentos	% Volumen	D-96	-
Corrosión	-	D-665	-
Contenido de cenizas	% por peso	D-482	< 0.01
Residuo carbonoso	% por peso	D-189	0.22
Punto de inflamación	°C	D-93	270
Punto de fluidez	°C	D-97	-10
Viscosidad a 40 °C	cSt (mm ² /s)	D-445	297
Índice de acidez	mg KOH/g aceite	D-1980	-
Índice de saponificación	mg KOH/g aceite	D-5558	-
Índice de Yodo	g yodo/100 g aceite	D-5554	81-97

1.3 Otras Plantas Oleaginosas

Como se menciona anteriormente, existen una gran variedad de plantas oleaginosas utilizadas como materias primas para la obtención de aceite para producción de biodiesel, de las cuales, voy a mencionar especies de reconocida explotación en zonas europeas, continente pionero en la explotación de biocarburantes.

1.3.1 Definición y Clasificación

Con fines netamente demostrativos, haré una breve descripción de dos variedades de plantas oleaginosas, estas son: Brassica

Carinata y Cynara Cardúnculus, las cuales he citado anteriormente por poseer altos niveles de industrialización

1.3.1.1 Características de la Brassica Carinata (Colza Etíope)

La especie oleaginosa Brassica Carinata, conocida como colza o mostaza etíope debido la procedencia de ese país africano, es muy parecida a la colza europea, si bien muestra algunas diferencias importantes. Se trata de una especie que presenta una elevada resistencia a la sequía y a muchas de las plagas y enfermedades que afectan a la colza. Se pueden obtener rendimientos de hasta 3-4 toneladas/ha en condiciones de sequía moderada, con un contenido en aceite del 32%, rendimientos que son muy superiores a los obtenidos con otras oleaginosas. Los estudios realizados con esta especie han llevado a la identificación de los cultivares más adaptados al clima mediterráneo que, además de no requerir frío ofrecen todas los requisitos necesarios.



FIGURA 1.4
ZONA CULTIVADA DE COLZA ETÍOPE

1.3.1.2 Características de la *Cynara Cardúnculus*

El cardo *Cynara cardúnculus* es una especie herbácea plurianual originaria de la zona mediterránea, que se cultiva artificialmente en algunas zonas como planta hortícola. Si se cultiva en su ciclo natural, que va desde el otoño, cuando germina, hasta la primavera siguiente, en la que se produce un fuerte desarrollo de biomasa aérea, posteriormente secándose en verano, puede llegar a producir hasta 20 t/ha de biomasa con 2-3 toneladas de semillas. Estas contienen aproximadamente un 25% de aceite de características similares al girasol, que pueden servir de materia prima para la producción de biodiesel.



FIGURA 1.5
ZONA CULTIVADA DE CYNARA CARDÚNCULUS

1.4 Proceso Experimental para la obtención de Aceite Vegetal

Por obvias razones es factible obtener aceite vegetal con fines energéticos de múltiples semillas provenientes de plantas oleaginosas de todo tipo, pero existe un procedimiento estándar que permite extraer el aceite contenido en la semilla, específicamente se puede extraer mecánicamente (compresión o simple trituración) o químicamente (solventes).

El primer método o extracción en frío se basa en someter a presión la semilla por medio de un tornillo prensa, obteniéndose así un aceite de

grado comercial (el cual posteriormente debe ser filtrado y blanqueado) y un bagazo denominado torta.

Para la extracción por solventes es necesario previamente triturar la semilla y adicionarle una sustancia que disuelva el aceite, para así separar éste posteriormente por calentamiento.

Para la extracción de aceite vegetal con fines energéticos, el método de extracción es el mecánico, ya que el aceite requerido es de grado comercial.

En el caso del laboratorio, por tratarse de un proceso de tipo experimental, existe un procedimiento conocido como Proceso de extracción Soxhlet, utilizando un equipo de laboratorio que lleva el mismo nombre, el cual se indica en la figura 7.

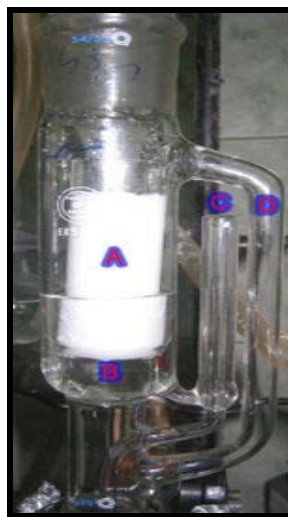


FIGURA 1.6
FOTOGRAFÍA DE UN EXTRACTOR SOXHLET

El extractor Soxhlet o simplemente Soxhlet (en honor a su inventor Franz von Soxhlet) es un tipo de material de vidrio utilizado para la extracción de compuestos, generalmente de naturaleza lipídica, contenidos en un sólido, a través de un solvente afín

El condensador está provisto de una chaqueta de 100 mm. de longitud, con espigas para la entrada y salida del agua de enfriamiento. El extractor tiene una capacidad, hasta la parte superior del sifón, de 10 ml; el diámetro interior del extractor es de 20 mm y longitud de 90 mm. El matraz es de 500 ml de capacidad.

Esta conformado por un cilindro de vidrio, vertical de aproximadamente 30.5 cm. de alto y 3.80 cm. de diámetro. La columna está dividida en una cámara superior e inferior. La superior o cámara de muestra sostiene un sólido o polvo del cual se extraerán compuestos. La cámara de solvente, exactamente abajo, contiene una reserva de solvente orgánico, éter o alcohol.

Dos tubos vacíos, o brazos corren a lo largo, a un lado de la columna para conectar las dos cámaras. El brazo de vapor, corre en línea recta desde la parte superior de la cámara del solvente a la parte superior de la cámara del sólido. El otro brazo, para el retorno de solvente, describe

dos U sobrepuestas, que llevan desde la cámara de la muestra el solvente hasta la cámara de solvente. El soxhlet funciona cíclicamente, para extraer las concentraciones necesarias de algún determinado compuesto.

Éste método, en resumen funciona de la siguiente forma: Cuando se evapora el solvente sube hasta el área donde es condensado; aquí, al caer y regresar a la cámara de solvente, va separando los compuestos, hasta que se llega a una concentración deseada. Esto puede ocasionar problemas con algunos compuestos, que con los ciclos llevan a la ruptura del balón, como lo es en la extracción del ámbar.

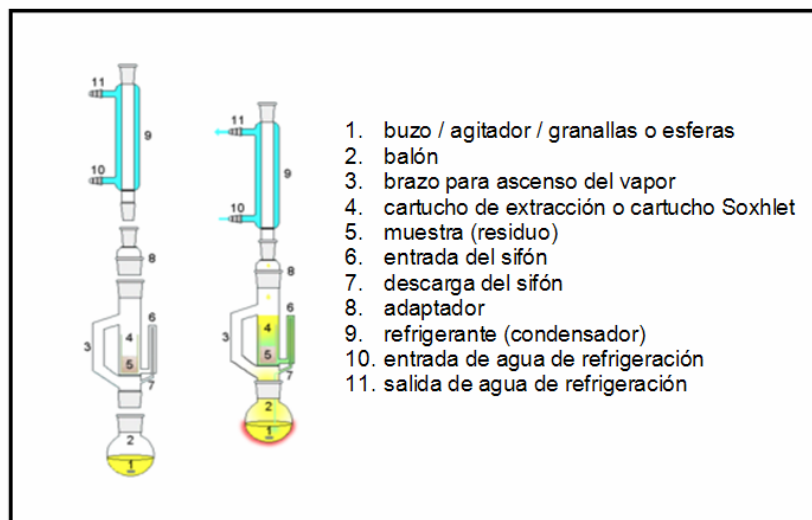


FIGURA 1.7
EQUIPO UTILIZADO EN EL PROCESO DE EXTRACCION SOXHLET

En nuestro caso específico, en el laboratorio del Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales de la ESPOL, se sigue un procedimiento de Extracción Soxhlet orientado por el Subdepartamento de Laboratorios del Ambiente del Instituto de Salud Pública de Chile.

Para efectuar el procedimiento ilustrado anteriormente se requiere de los siguientes materiales y equipos:

- Sistema extractor Soxhlet.
- Balanza Analítica.
- Papel Filtro o dedal de celulosa.
- Baño Termoregulado.

- Estufa de aire 103 + 2°C.
- Tamiz de malla de 1mm.
- Manto calefactor o rotavapor.
- Material usual de laboratorio.

Se utilizarán además los siguientes reactivos:

- Éter Etílico P.E. 40-60°C.
- Éter de Petróleo P.E. 40-60°C.

Para conocer en detalle, el proceso de extracción Soxhlet utilizado en el laboratorio del Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales (Véase en el Apéndice A).

CAPÍTULO 2

2. EL BIODIESEL

2.1. Definición y principales Fuentes de Obtención del Biodiesel

Históricamente el término Biodiesel, se ha empleado para referirse a toda clase de combustibles alternativos como: Aceites Vegetales, mezcla de aceites vegetales, con gasoleo, microemulsiones de aceites vegetales, productos de pirólisis de aceites vegetales, esteres etílicos y metílicos, preparados a partir de aceites vegetales o grasa de animales. Sin embargo con la creciente producción y desarrollo de los esteres metílicos y etílicos como combustible diesel, el término biodiesel se refiere cada vez más a estos esteres.

El biodiesel es un combustible renovable derivado de aceites o grasas de origen vegetal o animal. El prefijo bio hace referencia a su naturaleza renovable y biológica en contraste con el combustible

diesel tradicional derivado del petróleo; mientras que diesel se refiere a su uso en motores de este tipo. Como combustible, el biodiesel puede ser usado en forma pura o mezclado con diesel de petróleo.

La ASTM (American Society for Testing and Materials) define biodiesel como esteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga, derivados de lípidos renovables tales como aceites vegetales o grasa de animales y que se emplea en los motores de ignición por compresión.

La National Biodiesel Board (la Asociación de Productores norteamericanos de biodiésel) lo define como un combustible compuesto de ésteres mono-alquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de aceites o grasas, vegetales o animales.

Este biocombustible se obtiene mediante un proceso químico llamado transesterificación, en el cual los aceites orgánicos son combinados con un alcohol y alterados químicamente para formar un éster etílico o metílico, el cual recibe finalmente el nombre de biodiesel.

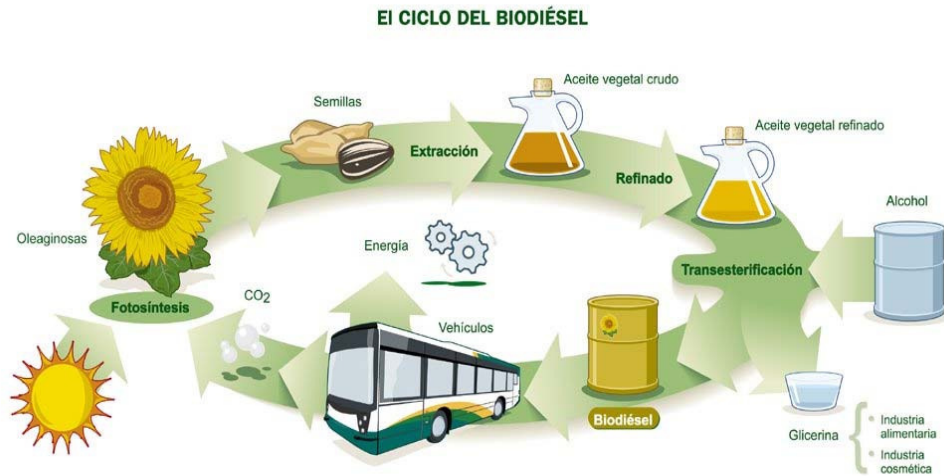
Estas moléculas resultantes están compuestas por un ácido graso de cadena larga y un alcohol.

El metanol es el alcohol de mayor uso en la producción de biodiesel (ésteres metílicos), debido a que la alcoholólisis o trans esterificación con este alcohol ha sido ampliamente estudiada desde la década de 1950 como una manera simplificada de obtener detergentes y jabones. Sin embargo, se considera que el etanol es el siguiente paso para el desarrollo de procesos de obtención de biodiesel por las ventajas que presenta en cuanto a renovabilidad y baja toxicidad.

En el ámbito mundial se han hecho grandes esfuerzos para aprovechar las diferentes fuentes de grasas y aceites presentes en cada región, con el fin de generar biodiesel con características similares al diesel del petróleo, e impulsar así mismo, su desarrollo agropecuario.

En Europa se producen principalmente ésteres metílicos de aceite de colza y en los Estados Unidos, la mayor producción está enfocada en el empleo de aceite de soya; en países con clima tropical (como Malasia), el enfoque está dado hacia el biodiesel de aceite de palma.

Junto con estos aceites, se presenta el uso de otras materias grasas recicladas y de origen animal como la de cerdo y pescado, para producción de biodiesel, que de acuerdo con algunos estudios presentan características muy similares a sus homólogos obtenidos con aceites vegetales refinados.



**FIGURA 2.1
EL CICLO DEL BODIESEL**

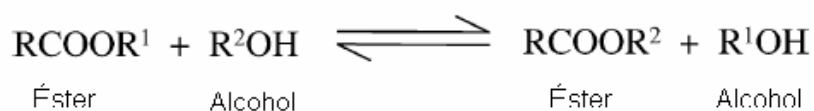
2.1.1 Proceso de Obtención del Biodiesel

Como ya se estableció anteriormente, el proceso estandarizado para la producción de Biodiesel es la Transesterificación que en forma resumida consiste en transformar recursivamente por métodos físicos y químicos, un aceite con contenido de Triglicéridos, en un Diglicérido, posteriormente en un monoglicérido y finalmente en biodiesel + glicerina, todo esto mediante una reacción química, que ocurre en un reactor de transesterificación, proceso de es explicado detalladamente a continuación.

2.1.1.1 El Proceso de Transesterificación

El proceso más reconocido para obtener biodiesel es sin duda la reacción de transesterificación de aceites y grasas utilizando un alcohol de bajo peso molecular, en la presencia de un catalizador adecuado. El proceso de transesterificación, es también llamado también alcoholólisis, cuando se usa metanol por ejemplo se le llama metanólisis.

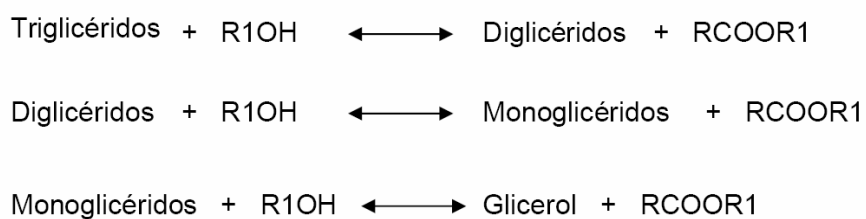
La reacción de transesterificación se resume en el desplazamiento de un alcohol de un éster por otro, en un proceso parecido a la hidrólisis, con la excepción de que el alcohol es usado en vez de agua. Este proceso se utiliza para reducir la alta viscosidad de los triglicéridos, en la ecuación adjunta se esquematiza el proceso de Transesterificación.



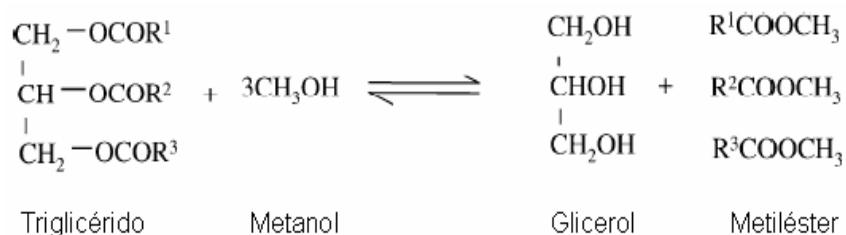
La reacción de transesterificación es reversible y se emplea un exceso de alcohol para desplazar el equilibrio hacia la formación de ésteres. El modelo que más se ajusta de cinética de reacción, es el de pseudo-segundo orden, en la etapa inicial de la reacción, seguido de un primer o cero órdenes.

Químicamente, el mecanismo de transesterificación consiste en tres reacciones consecutivas reversibles, el triglicérido es

convertido consecutivamente en diglicérido, monoglicérido y glicerol. En cada reacción se libera un mol de éster metílico. En la ecuación siguiente se presentan las etapas de la reacción de transesterificación, los productos finales que se obtienen son alquilésteres de los ácidos grasos del aceite o grasa y glicerol.



En la siguiente ecuación, se representa la metanólisis de los triglicéridos



Finalmente en la ecuación siguiente, se ilustra una de las reacciones secundarias que se puede presentar con la catálisis básica, como lo es la neutralización de los ácidos grasos libres.



Las tecnologías existentes, pueden ser combinadas de diferentes maneras variando las condiciones del proceso y la alimentación del mismo. La elección de la tecnología será función de la capacidad deseada de producción, alimentación, calidad y recuperación del alcohol y del catalizador. En general, plantas de menor capacidad y diferente calidad en la alimentación (utilización al mismo tiempo de aceites refinados y reutilizados) suelen utilizar procesos Batch o discontinuos. Los procesos continuos, sin embargo, son más idóneos para plantas de mayor capacidad que justifique el mayor número de personal y requieren una alimentación más uniforme.

En torno a la transesterificación, se puede mencionar dos procesos relevantes, estos son el proceso discontinuo y el proceso continuo:

- **Proceso Discontinuo:** Es el método más simple para la producción de biodiésel donde se han reportado ratios 4:1 (alcohol: triglicérido).

Se trata del uso de reactores con agitación, donde el reactor puede estar sellado o equipado con un condensador de reflujo. Las condiciones de operación más habituales son a temperaturas de 65°C, aunque rangos de temperaturas desde 25°C a 85°C también han sido publicadas. El catalizador más común es el NaOH, aunque también se utiliza el KOH, en rangos del 0,3% al 1,5% (dependiendo que el catalizador utilizado sea KOH o NaOH).

Es necesaria una agitación rápida para una correcta mezcla en el reactor del aceite, el catalizador y el alcohol. Hacia el fin de la reacción, la agitación debe ser menor para permitir al glicerol separarse de la fase éster, habiéndose registrado valores entre el 85% y el 94%.

En la transesterificación, cuando se utilizan catalizadores ácidos se requiere temperaturas elevadas y tiempos largos de reacción. Algunas plantas en operación utilizan reacciones en dos etapas, con la eliminación del glicerol entre ellas, para aumentar el rendimiento final hasta porcentajes superiores al 95%.

Temperaturas mayores y ratios superiores de alcohol: aceite pueden asimismo aumentar el rendimiento de la reacción. El tiempo de reacción suele ser entre 20 minutos y una hora.

En el grafico adjunto se puede ilustrar el Proceso Discontinuo de Producción de biodiesel.

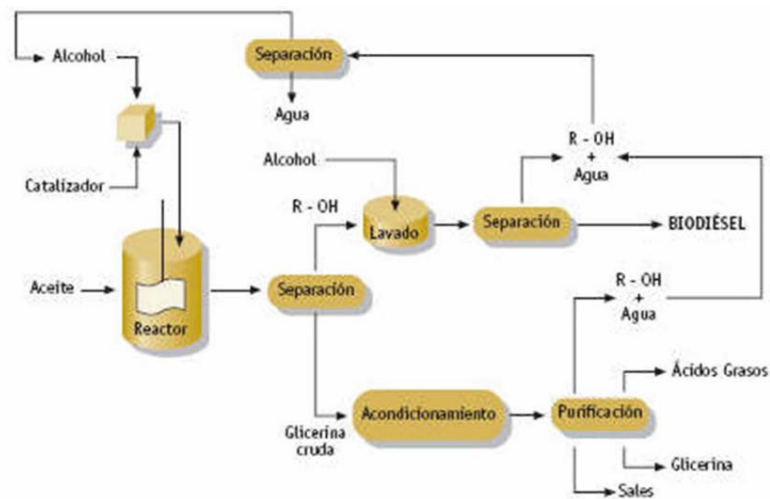


FIGURA 2.2
PROCESO DISCONTINUO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL

- **Proceso Continuo:** Una variación del proceso discontinuo es la utilización de reactores continuos del tipo tanque agitado, los llamados CSTR del inglés, Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR). Este tipo de reactores puede ser variado en volumen para permitir mayores tiempos de residencia y lograr aumentar los resultados de la reacción. Así, tras la decantación de

glicerol en el decantador la reacción en un segundo CSTR es mucho más rápida, con un porcentaje del 98% de producto de reacción. Un elemento esencial en el diseño de los reactores CSTR es asegurarse que la mezcla se realiza convenientemente para que la composición en el reactor sea prácticamente constante. Esto tiene el efecto de aumentar la dispersión del glicerol en la fase éster.

El resultado es que el tiempo requerido para la separación de fases se incrementa. Existen diversos procesos que utilizan la mezcla intensa para favorecer la reacción de esterificación. El reactor que se utiliza en este caso es de tipo tubular. La mezcla de reacción se mueve longitudinalmente por este tipo de reactores, con poca mezcla en la dirección axial. Este tipo de reactor de flujo pistón, Plug Flow Reactor (PFR), se comporta como si fueran pequeños reactores CSTR en serie. El resultado es un sistema en continuo que requiere tiempos de residencia menores (del orden de 6 a 10 minutos) con el consiguiente ahorro, al ser los reactores menores para la realización de la reacción. Este tipo de reactor puede operar a elevada temperatura y presión para aumentar el porcentaje de conversión.

Dentro de la catálisis heterogénea los catalizadores básicos se desactivan fácilmente por la presencia de ácidos grasos libres (FFA) y de agua que favorece la formación de los mismos. Para tratar alimentaciones con cierto grado de acidez, se prefiere la esterificación de los ácidos grasos libres con super ácidos que a su vez presenten una elevada velocidad de reacción de trans esterificación, lo que implica que se requiera de dos reactores con una fase intermedia de eliminación de agua. De este modo, alimentaciones con hasta un 30% en FFA se pueden esterificar con metanol, reduciendo la presencia de FFA por debajo del 1%. Esta etapa previa de esterificación se puede llevar a cabo con alcoholes superiores o glicerina que resulta atractiva en la producción de biodiesel puesto que es un subproducto del proceso.

En el gráfico adjunto se presenta un diagrama de bloques de un proceso de transesterificación mediante reactores de flujo pistón. En este proceso, se introducen los triglicéridos con el alcohol y el catalizador y se somete a diferentes operaciones (se utilizan dos reactores) para dar lugar al éster y el glicerol.

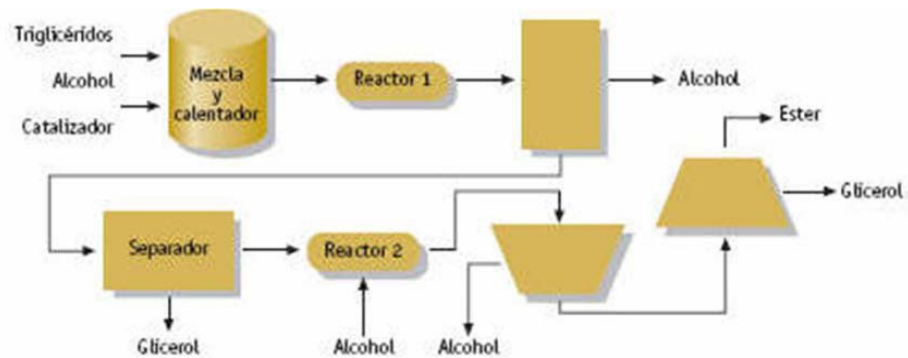


FIGURA 2.3
PROCESO CONTÍNUO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL

2.1.1.2 Composición Química del Biodiesel

El Biodiesel como tal, al provenir de grasas y aceites vegetales, presenta propiedades químicas y físicas, según sus propiedades físicas (densidad, viscosidad, punto de fusión, índice de refracción) o químicas (índice de acidez, índice de yodo, índice de peróxido, índice de saponificación, índice de éster).

A continuación se detallan las características más importantes involucradas en la producción de biodiesel:

Viscosidad

La viscosidad es una medida de la fricción interna entre moléculas, o de la resistencia a fluir de los líquidos. En general, la viscosidad de los aceites desciende con un incremento en la insaturación y con un decrecimiento del peso molecular de sus ácidos grasos.

Índice de acidez

El índice de acidez (IA) es el número de mg. de KOH necesario para neutralizar los ácidos grasos libres (es decir, que no se encuentran unidos a un glicérido) de 1 g de aceite. Se determina mediante la titulación o valoración del aceite disuelto en alcohol con una solución estándar de KOH. Un valor elevado para este índice muestra que el aceite contiene una alta cantidad de ácidos grasos libres, ya que ha sufrido un alto grado de hidrólisis. Puede expresarse también como porcentaje de ácido oleico, palmítico o láurico, según el ácido graso que predomine en la grasa en cuestión. Los aceites y grasas refinados deben tener un nivel de ácidos grasos libres inferior al 0,2% como ácido oleico para ser aptos para su uso en alimentación.

Sin embargo, los aceites crudos y los usados previamente en frituras, comúnmente tienen un contenido de ácidos grasos libres significativamente superior a éste (2% o más).

Este índice es particularmente importante para el proceso de producción de biodiesel (transesterificación), ya que los ácidos grasos libres reaccionan con el catalizador de la transesterificación (NaOH ó KOH) formando jabones (saponificación), lo cual lleva a un menor rendimiento en la producción de biodiesel. La saponificación no sólo consume el catalizador necesario para la transesterificación, sino que además los jabones producidos promueven la formación de emulsiones que dificultan la purificación de biodiesel.

Índice de peróxido

El índice de peróxido (IP) mide el grado de oxidación primaria que ha sufrido la grasa o aceite. Los peróxidos son los productos de descomposición primaria de la oxidación de las grasas, cualquiera sea su composición. Se forman en los puntos de insaturación de las cadenas de carbonos de los ácidos grasos.

Índice de yodo

El índice de yodo (IY) es el número de miliequivalentes o partes de yodo absorbido por 100 partes de peso de sustancia. Este valor da una idea del número de insaturaciones de los ácidos grasos en el aceite. Un aceite totalmente saturado poseerá un $IY = 0$, mientras que a mayor cantidad de insaturaciones se fijará en ellos una cantidad proporcional de yodo, incrementándose este índice.

Índice de Saponificación

El valor o índice de saponificación de un aceite es el número de miligramos de hidróxido de potasio (KOH) necesarios para saponificar 1g de aceite completamente. Dado que los aceites están formados por triglicéridos principalmente, y que cada triglicérido necesita 3 moléculas de KOH para saponificarse, el índice de saponificación puede ser usado para estimar aproximadamente el peso molecular promedio del aceite utilizado.

Material Insaponificable

El material insaponificable comprende todos los compuestos que contiene el aceite o grasa que no reaccionan con KOH para producir jabones, es decir, que no son ácidos grasos o glicéridos pero que son solubles en solventes orgánicos (y no en agua). Consiste principalmente en aceites minerales, pigmentos, esteroides, tocoferoles y fosfolípidos.

Entre las materias insaponificables más comúnmente encontradas en aceites y grasas están diferentes compuestos que contienen fósforo, como fosfolípidos y fosfatidos. El fósforo frecuentemente forma parte de moléculas de lecitina, que es un muy buen emulsificante (sustancia que favorece la formación de mezclas estables entre grasas o aceites y agua)

Insolubles y agua

El contenido de insolubles del aceite debe mantenerse lo más bajo posible (menor a un 0,8% para que el biodiesel cumpla con las especificaciones europeas). Estas sustancias no participan en el proceso de transesterificación, pero permanecen en el éster (biodiesel) y representan impurezas en el combustible.

El contenido de agua en un aceite es importante porque el agua produce la hidrólisis de los triglicéridos: reacciona con las uniones entre el glicerol y los ácidos grasos y las rompe, produciendo ácidos grasos libres, mono- y diglicéridos y/o glicerol. La hidrólisis resulta acelerada por las altas temperaturas y presiones y una excesiva cantidad de agua. Esta reacción es especialmente importante en la preparación de alimentos fritos en profundidad, donde la grasa de fritura puede estar a una temperatura de 177°C y el alimento que se fríe tiene un alto contenido de agua. Un buen ejemplo de esta situación es la fritura de las papas fritas. Las papas frescas tienen un contenido de agua elevado, sobre el 80% de su peso antes del cocinado, y durante la fritura pueden generarse ácidos grasos libres a una velocidad bastante rápida

El empleo del biodiesel puede ser puro, designado como B100 o mezclado con el combustible diesel, designado como BXX, donde XX representa el porcentaje de biodiesel en la mezcla. La proporción más frecuente es B20, que representa un 20% de biodiesel y un 80% de diesel.

2.1.1.3 Características relevantes del Biodiesel

El biodiesel no contiene azufre en proporciones significativas, el contenido de aromáticos es casi nulo y su toxicidad es muy baja. La biodegradabilidad de los ésteres etílicos y metílicos es muy superior a la presentada por los derivados del petróleo, encontrándose para las mismas condiciones, índices de biodegradabilidad del 90 - 99 % para los primeros frente a 25 – 40 % para los segundos; este aspecto es de gran relevancia si se tienen en cuenta los graves desastres ocasionados por derrames de petróleo al entorno.

La diversidad de aceites y grasas empleadas en la producción de biodiesel, tal como se describió con anterioridad, han llevado al establecimiento de normatividad de acuerdo con las materias primas empleadas en cada una de las regiones, por tanto, no existe una única norma que defina ó reglamente las propiedades para todos los ésteres empleados como biodiesel.

En la figura a continuación se muestran las especificaciones del Biodiesel.

TABLA 6
ESPECIFICACIONES DEL BIODIESEL

Biodiesel (B100)				
Propiedades	Método ASTM	Unidades	Especificaciones	
			Mínimo	Máximo
Punto de inflamación	D 93	°C	130.0	
Agua y sedimentos	D 2709	% masa		0.05
Viscosidad cinemática a 40°C	D 445	mm ² /s	1.9	6.0
Cenizas sulfatadas	D 874	% masa		0.02
Azufre	D 5453	%masa		0.05
Corrosión al cobre 3h a 50°C	D 130			3
Número de cetano	D 613		47	
Punto de fluidez	D 2500	°C	Reportar	
Micro-carbón residual (10% fondos)	D 4530	% masa		0.05
Número ácido	D 664	mg de KOH/g		0.8
Glicerina libre	D 6584	% masa		0.02
Glicerina total	D 6584	% masa		0.240
Contenido de fósforo	D 4951	% masa		0.001
Destilación	D 1180	°C		
Temperatura 90% destilado				360

En general puede decirse que el biodiesel en comparación con el diesel de petróleo, presenta las siguientes diferencias: i) viscosidad y densidad mayor, ii) aumento o disminución de los residuos de carbón, dependiendo del tipo de proceso que se lleva cabo para su obtención (relacionado con el contenido de mono di y triglicéridos), iii) el calor de combustión se reduce en aproximadamente 12% debido a la presencia de oxígeno dentro de la molécula, iv) reducción del torque y la potencia en cerca de 10 %, principalmente por la reducción en el calor de combustión; esto también repercute en un mayor consumo de combustible para lograr el mismo desempeño.

2.1.2 Aplicaciones del Biodiesel

Por sus características energéticas similares y en ocasiones superiores a las del diesel de petróleo, de entre muchas, se pueden mencionar las siguientes aplicaciones:

- **Funcionamiento de Vehículos de alquiler (taxis o furgones o furgonetas):** Ya se ha aplicado esta excelente idea, con los vehículos correctamente adaptados se pueden conseguir consumos mínimos que oscilan entre 400 y 800 millas por tanque.
- **Combustible de calefacción casero:** Cada vez más gente está usando Biodiesel como alternativa para calentar su hogar. La mayoría de los hornos oil-fired o de caldera pueden utilizar Biodiesel (B20), que es un combustible hecho de 80 por ciento de aceite de calefacción tradicional y de 20 por ciento Biodiesel. Alguna gente está consiguiendo sus hornos adaptados para poder quemarse B100, un combustible hecho enteramente de los aceites vegetales, que se quema mucho el limpiador que el aceite de calefacción tradicional.
- **Generación eléctrica:** Los generadores diesel que producen electricidad ahora están funcionando con Biodiesel como

combustible. Una alternativa superior a las plantas de generación de electricidad basadas en carbón típico que son utilizadas actualmente en los Estados Unidos. El funcionamiento con Biodiesel es un método más barato, limpio y sustentable para obtener electricidad.

- **Transporte Pesado:** Los camioneros están cambiando cada vez más del combustible diesel al combustible de Biodiesel. Las ventajas son numerosas sin mencionar la ventaja de ayudar al ambiente y de reducir la dependencia de importación de combustibles.
- **Agricultura:** No sólo los productores de Biodiesel se benefician, también los consumidores. Los que utilizan tractores, reapers, cosechadoras, transportadoras, generadores, bombas, y los sistemas de irrigación que utilizan normalmente el combustible diesel, ahora utilizan Biodiesel cerrando por completo el ciclo de producción agrícola.
- **Transportes marinos:** Las flotas comerciales, transbordadores, yates, trasatlánticos, y debas medios de transporte marino, ya han tomado agresivas políticas de implantación de Biodiesel en sus motores de impulsión.

- **Aditivos y lubricantes:** Dado que el Biodiesel es mejor lubricante que el petróleo debido a su bajo contenido de azufre y sulfuros, los inyectores de carburante pueden confiar en el combustible de Biodiesel para la lubricación, debido a su procedencia orgánica, son menos peligrosos, ya que no producen irritaciones y posibles intoxicaciones por ingesta o inhalación prolongada.
- **Limpiadores del medio Ambiente:** El Biodiesel reduce las emisiones del bióxido de carbono hasta en un 80%. Debido a esto, el Biodiesel tiene el potencial de reducir los tóxicos y demás componentes ambientales que pueden producir cáncer, y si se derrama, por ser biodegradable, se descompondrá sin contaminar ni dejar efectos residuales.

2.1.2.1 Aspectos Técnicos Generales en la producción

Como ya se mencionó, el biodiesel obtenido por el método de transesterificación, incluye importantes aspectos técnicos, a los cuales se ha denominado Variables de Transesterificación. Las variables de mayor influencia en la reacción de transesterificación son la pureza y calidad de los reactivos, la relación molar alcohol/aceite, el tipo de alcohol, tipo y cantidad

de catalizador, además de la temperatura, el tiempo de reacción y la agitación.

- **Pureza y calidad de los reactivos:** Para la obtención de un producto (biodiesel) de buena calidad es necesario que el aceite empleado sea lo más refinado posible, debe estar exento de material sólido libre y en suspensión; además poseer bajo contenido de ácidos grasos, en especial cuando se emplean catalizadores homogéneos, ya que el exceso de estos ácidos se puede ver reflejado en una baja eficiencia de reacción. Adicionalmente el contenido de gomas y material insaponificable debe ser bajo.

El aceite y las otras sustancias empleadas en la reacción (catalizador y alcohol) deben ser esencialmente anhidros, ya que el agua favorece la formación de jabones por saponificación, dificultando la purificación del biodiesel.

Cuando se emplean catalizadores básicos, como el hidróxido de sodio o de potasio, no se deben dejar expuestos al aire ya que absorbe humedad y dióxido de carbono de la atmósfera, volviéndose más húmedos y carbonatados.

- **Relación molar alcohol/aceite:** La relación molar alcohol/aceite es una de las variables de mayor importancia y mayor influencia en el rendimiento de la reacción de transesterificación. Según la estequiometría se requieren tres moles de alcohol y un mol de triglicérido, para obtener tres moles de ésteres alquílicos de ácidos grasos y un mol de glicerol, pero se debe utilizar un exceso de alcohol para desplazar el equilibrio hacia la formación de alquilésteres. La relación molar alcohol/aceite recomendada en la literatura varía desde 6:1 hasta 543:1, sin embargo, la alta relación molar dificulta la separación de la glicerina. La relación molar óptima, se debe determinar experimentalmente, ya que depende del tipo y calidad del aceite empleado como materia prima
- **Tipo de alcohol:** Los alcoholes más empleados para la reacción de transesterificación son el metanol y etanol; aunque suele emplearse más el metanol debido a sus ventajas químicas y a su bajo costo con respecto a los demás alcoholes.

El alcohol juega un papel muy importante en la transferencia de masa, en el caso de la metanólisis por ejemplo ni el

metanol es soluble en los triglicéridos, ni los ésteres metílicos en la glicerina. Sin embargo, el metanol es soluble en los ésteres metílicos y la glicerina. Por lo que durante los primeros minutos de reacción, se observa un sistema formado por dos fases, que se transforma en una fase homogénea al formarse los ésteres metílicos, pero vuelven a aparecer las dos fases, tan pronto se forman cantidades considerables de glicerina.

Es difícil comparar la formación de etilésteres con la formación de metilésteres, especialmente por la formación de emulsiones, que en el caso de la etanólisis son más estables.

- ***Tipo y cantidad de catalizador:*** El uso de catalizador normalmente mejora la reacción, la proporción y el rendimiento. Si no se empleara catalizador, la temperatura de reacción debería estar por encima de 250°C. La naturaleza del catalizador es primordial, pues determina los límites de composición con respecto a la materia prima. Adicionalmente, las condiciones y operaciones de separación posteriores a la reacción son determinadas por la naturaleza del catalizador usado.

Los catalizadores que se emplean comúnmente en el proceso de transesterificación son básicos tales como metóxidos e hidróxidos de sodio y potasio; aunque existen investigaciones en donde se emplean otro tipos de catalizador como MgO, CaO, ZnO, ZrO₂.

La cantidad de catalizador varía dependiendo del tipo de catalizador que se emplee. Para los catalizadores básicos se reportan valores desde 0.3 a 2%; porcentaje peso con respecto a la cantidad de aceite empleado.

- ***Temperatura y tiempo de reacción:*** La transesterificación puede ocurrir a diferentes temperaturas dependiendo del aceite que se emplee. A medida que la temperatura aumenta, también lo hace el rendimiento de la reacción, sin embargo, después de un determinado tiempo la diferencia entre temperaturas no afecta de manera considerable el rendimiento. Por lo general la reacción de transesterificación se lleva acabo cerca del punto de ebullición del alcohol (60-70 °C), sin embargo, esta reacción ha sido estudiada con temperaturas que varían desde 25 hasta 250°C.

En cuanto al tiempo de reacción, a medida que éste crece, se incrementa la conversión de la reacción; además puede

variar dependiendo del catalizador empleado. Los valores de tiempo reportados en la literatura varían en el rango de 30 minutos hasta 20 horas. Darnoko et al. encontró experimentalmente en la transesterificación básica del aceite de palma con metanol, que el avance de la reacción es casi nulo para tiempos superiores a una hora y media.

- **Agitación:** La agitación es una variable de mucho cuidado, ya que el aceite es inmiscible con el alcohol. Es necesario garantizar la agitación para que se dé el mezclado entre las dos fases y se pueda llevar a cabo la reacción sin limitaciones por transferencia de masa. La agitación debe garantizar un régimen turbulento, es decir, números de Reynolds mayores a 10.000. Los valores para la velocidad de agitación, empleados en diferentes investigaciones oscilan entre 150 y 600 rpm.

Finalmente se puede concluir con la esquematización gráfica del Proceso de Producción de Biodiesel, con la siguiente figura:

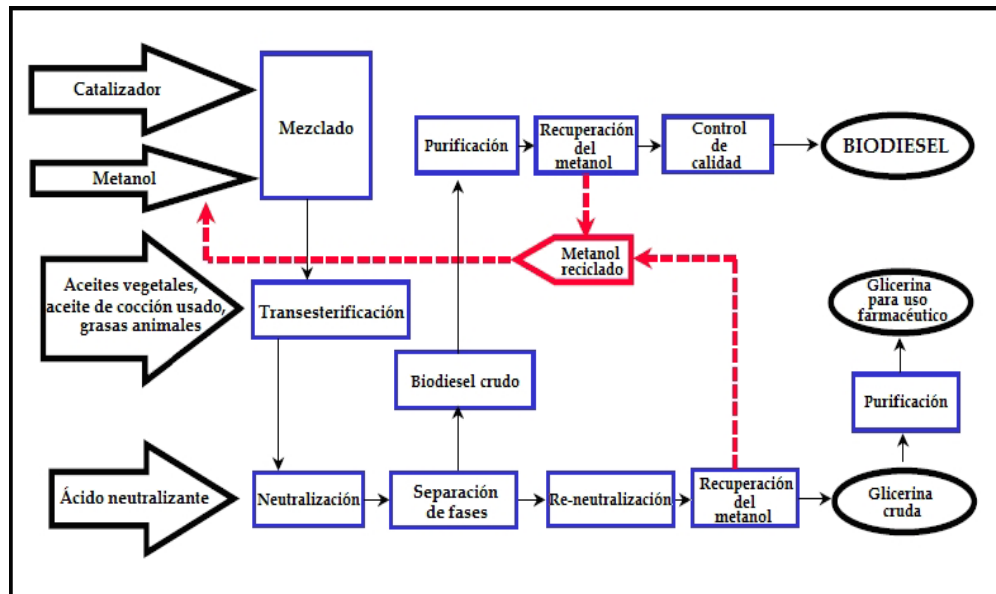


FIGURA 2.4

PROCESO DE OBTENCIÓN DE BIODIESEL

2.2 Historia del uso de Aceite Vegetal como Biocombustible.

Luego de importantes avances en la investigación de nuevas alternativas energéticas, fueron varios los investigadores, que intentaron con diferentes técnicas, producir energía, de fuentes no convencionales, uno de estos, fue el reconocido Rudolph Diesel, llamado el padre del Biodiesel.

2.2.1 Rudolf Diesel y su genial invento

La idea de usar aceites vegetales como combustible para los motores de combustión interna data de 1895, cuando el Dr. Rudolf Diesel desarrollaba su motor. En la presentación del

motor diesel en la Exposición Mundial de París, en 1900, el Ing. Diesel usaría aceite de maní como combustible, o, mejor dicho, como biocombustible.

Años después Diesel fue muy claro al señalar que “el motor diesel puede funcionar con aceites vegetales, esto podría ayudar considerablemente al desarrollo de la agricultura de los países que lo usen así”. Hacia 1912 afirmaría que “el uso de los aceites vegetales como combustibles para los motores puede parecer insignificante hoy en día, pero con el transcurso del tiempo puede ser tan importante como los derivados del petróleo y el carbón en la actualidad”.

Las predicciones de Diesel tomarían su tiempo para empezar a tomar a cuerpo y, en este lapso de, más o menos un siglo, los motores diesel evolucionarían y se perfeccionarían utilizando fundamentalmente destilados medios de petróleo con mucha menor viscosidad que los aceites vegetales. La principal razón por la que actualmente no se podría usar aceites vegetales directamente en los motores es, precisamente, su mayor viscosidad. La química proporciona una solución para disminuir esta viscosidad mediante la transesterificación como ya se ha mencionado.

Durante el siglo XX, algunos intentos se realizaron para utilizar aceites como combustible para vehículos. Antes de la segunda guerra mundial se introdujo el uso de aceites transesterificados como combustible en vehículos pesados en el África. Durante la década de los años 40, los franceses trabajaron con el aceite de piñón (*Jatropha curcas*) como combustible sin tener resultados positivos. Posteriormente se realizaron algunos ensayos en la República Federal de Alemania y Austria con aceite de colza (*Brassica napus*); y en Cabo Verde y en Malí también con aceite de piñón, obteniéndose excelentes resultados.



FIGURA 2.5
PENSAMIENTO VISIONARIO DE RUDOLPH DIESEL

2.2.2 El Primer Biodiesel

El uso por primera vez de aceites vegetales como combustibles, se remontan al año de 1900, siendo Rudolph Diesel, quien lo utilizara por primera vez en su motor de ignición - compresión y quien predijera el uso futuro de biocombustibles.

Durante la segunda guerra mundial, y ante la escasez de combustibles fósiles, se destacó la investigación realizada por Otto y Vivacqua en el Brasil, sobre diesel de origen vegetal, pero fue hasta el año de 1970, que el biodiesel se desarrolló de forma significativa a raíz de la crisis energética que se sucedía en el momento, y al elevado costo del petróleo.

Las primeras pruebas técnicas con biodiesel se llevaron a cabo en 1982 en Austria y Alemania, pero solo hasta el año de 1985 en Silberberg (Austria), se construyó la primera planta piloto productora de RME (Rapeseed Methyl Ester metil éster aceite de semilla de colza).

Hoy en día países como Alemania, Austria, Canadá, Estados

Unidos, Francia, Italia, Malasia y Suecia son pioneros en la producción, ensayo y uso de biodiesel en automóviles.

El biodiesel es un combustible líquido muy similar en propiedades al aceite diesel, pero obtenido a partir de productos renovables, como son los aceites vegetales y las grasas animales.

2.3 Usos del Biodiesel

El biodiesel, como una fuente energética renovable, vino a revolucionar el mundo, al incrementar la productividad de la industria, en la historia, existen usos importantes por destacar, los cuales menciono a continuación.

2.3.1 Usos destacados en la Historia

Como reiteradamente he mencionado, el primer Biodiesel provino del aceite de maní producido por el científico Rudolph Diesel, pero se generó una interrogante sobre el uso directo del aceite vegetal, el principal motivo por el cual los aceites vegetales no se pueden utilizar directamente como combustibles en los motores diesel de hoy en día es la viscosidad. Es así que históricamente y cronológicamente se puede detallar este proceso que ha tomado varias decenas de años.

- El procedimiento químico recomendado para disminuir la viscosidad a los aceites, la transesterificación, fue desarrollado en 1853 por los científicos E. Duffy y J. Patrick, cuarenta años antes que el Dr. Diesel desarrollara su motor de combustión interna.
- En 1937 se concede la primera patente a un combustible obtenido a partir de aceites vegetales (aceite de palma), a G. Chavanne, en Bruselas-Bélgica. (Patente número 422.877).
- La primera experiencia conocida de utilización de biodiesel en transporte público data del año 1938 en un ómnibus de la línea Bruselas-Lovaina en Bélgica.
- Antes de la segunda guerra mundial se introdujo el uso de aceites transesterificados como combustible en vehículos pesados en el África.
- Durante el transcurso de la 2ª Guerra Mundial (1939 – 1945) el biodiesel obtenido a partir de distintos tipos de aceites vegetales fue empleado en una parte importante de la flota de guerra.
- La crisis energética (1973 – 1979) disminuyó la oferta de petróleo y disparó su precio en forma exorbitante. Crisis que obligó a la mayoría de los países en desarrollo a reducir o retrasar sus programas de desarrollo para poder adquirir el

petróleo que necesitaban para mantener sus economías. Se planteó entonces la urgente necesidad de encontrar y desarrollar fuentes alternativas de energía, tales como el biodiesel que durante aquella época volvió a resurgir con fuerza.

- Las recientes preocupaciones por la preservación del medio ambiente y los compromisos asumidos por muchos países en el Protocolo de Kyoto, han provocado un resurgimiento del interés por este combustible en diferentes partes del planeta. Durante las últimas décadas, en los países industrializados, la tecnología de producción del biodiesel ha sido desarrollada satisfactoriamente y su uso en motores diesel ha sido probado con ostensible éxito. No obstante, aún persisten dos aspectos no resueltos que limitan una mayor expansión y difusión de su uso: por un lado, el alto costo de los aceites vegetales para la producción de biodiesel cuando se utilizan cultivos oleaginosos convencionales; y por el otro, la logística para el aprovisionamiento de los insumos en el caso de la utilización de aceites comestibles usados.

2.3.2 Utilización actual del Biodiesel

Es un combustible diesel producido a partir de materias primas de base renovable, como los aceites vegetales nuevos o usados, grasa de animal grasa de pollo , algas , aceite de pescado ,los cuales son procesados químicamente a fin de adaptar sus cualidades a las prestaciones que requieren los motores de hoy en día. El Biodiesel esta registrado como combustible y aditivo para combustible en la agencia de proteccion de medio ambiente (ENVIROMENT PROTECTION AGENCY-EPA -EEUU). Puede utilizarse puro al 100 % o en proporciones de 20 % ,30 %, etc. o como aditivo del 1% al 5%.

El resurgimiento de la idea de Diesel, de emplear aceites vegetales en sus motores, empieza a cobrar fuerza nuevamente hacia finales del siglo XX, esta vez bajo la forma de biodiesel, e impulsado, principalmente, por preocupaciones ambientales relacionadas con el cambio climático y la necesidad de encontrar alternativas al uso de combustibles fósiles. Hasta hace pocos años era posible identificar otras motivaciones, además de las ecológicas, para impulsar su uso en diferentes regiones; por ejemplo, los excedentes de la producción de soya en los Estados Unidos, o los excedentes de la producción agraria en Europa que

impulsaron la política de poner tierras en descanso para no afectar los precios de los productos agrícolas. En ambos casos, la producción de biodiesel, sea a partir de soya en los Estados Unidos, o de otros cultivos energéticos como la colza o el girasol en Europa, aparecía como excelente alternativa a estas situaciones específicas, a la vez que contribuía con la mitigación del cambio climático. No obstante, requería aún de importantes subsidios o exenciones tributarias para asegurar su viabilidad, ya que los precios de los aceites vegetales eran sustancialmente mayores que los del diesel.

Es con la espectacular subida de los precios del petróleo a partir del 2004, que los precios de los aceites vegetales y las grasas animales se empiezan a equiparar con los del diesel y generan este reciente boom de los biocombustibles líquidos a nivel mundial, que incluye también al bioetanol, que es básicamente etanol o alcohol etílico, que puede utilizarse como complemento o sustituto de la gasolina. Es justo luego de esta explicación que es conveniente referirnos al biodiesel y sus aplicaciones actuales como un complemento o sustituto del diesel pero obtenido a base de aceites vegetales o grasas de origen animal, obteniendo una matriz energética muy similar a la del diesel de petróleo pero con repercusiones ambientales mínimas, se puede resumir que el

Biodiesel está siendo y será usado en aplicaciones industriales, en automóviles, en locomoción de trenes, aeronaves, buques y toda la gama de usos convencionales de los derivados del petróleo.

2.4 Ventajas y desventajas con el Uso de Biodiesel en aplicaciones energéticas convencionales

Como todo Combustible, este maravilloso producto de origen vegetal y/o animal posee ventajas y desventajas muy importantes de destacar.

2.4.1 Ventajas

- El único combustible alternativo que puede utilizarse directamente en cualquier motor diesel, sin requerir ningún tipo de modificación es el Biodiesel. Hoy en día, dichos motores requieren un combustible que al ser sometido a distintas condiciones en las que opera, permanezca estable y por otra parte sea limpio al quemarlo.
- Al poseer propiedades similares al combustible diesel de petróleo, ambos se pueden mezclar en cualquier proporción, sin generar problema alguno.
- El biodiesel resulta un combustible ideal por sus bajas emisiones, en las áreas marinas, parques nacionales y

bosques y sobre todo en las grandes ciudades como por ejemplo Estados Unidos que lo utiliza en sus distintas mezclas para el transporte público.

- Está libre de sulfuros y bencenos carcinogénicos (que producen cáncer), dos elementos que la EPA (Environmental Protection Agency) regula legalmente por sus consecuencias medioambientales y sanitarias.
- En un estudio de la norteamericana National Biodiesel Board (NBB) muestra que el uso de biodiesel reduce en un 14% la emisión de hidrocarburos, un 9% el monóxido de carbono y en un 8% el material particulado
- El uso de biodiesel supone un ahorro de entre un 25% a un 80% de las emisiones de CO₂ producidas por los combustibles fósiles, constituyendo así un elemento importante para disminuir los gases invernadero producidos por el transporte.
- El uso de biodiesel alarga la vida útil del motor por ser más lubricante.
- Una ventaja al momento de comercializarlo, es ser menos inflamable que la gasolina. Además, no necesita tanques especiales para almacenarlo y se puede expender con los mismos surtidores que ya están en uso.

2.4.2 Desventajas

- Reducción de las prestaciones del motor, entre el 3% y el 5% promedio en la potencia máxima.
- Problemas de fluidez a bajas temperaturas (menores a 0 °C),
- Incremento del consumo específico.
- Incompatibilidad de algunos componentes de caucho y elastómeros (retenedores, mangueras) del motor, etc.
- Tendencia a aflojar cierto tipo de pinturas.
- Escasa estabilidad oxidativa (vida útil / período máximo de almacenamiento inferior a seis meses).
- Dilución del aceite del cárter por presencia de combustible, debiendo acortarse los períodos de cambio de aceite.
- Formación de mayores depósitos carbonosos en válvulas de admisión.
- Su producción causa potenciación de los monocultivos intensivos, con el consiguiente uso de pesticidas y herbicidas y la posible pérdida de biodiversidad.
- Causan mayores emisiones de óxidos de nitrógeno.
- Puede requerir la renovación de los filtros de combustible a intervalos más cortos en los motores con varios años de uso con diesel de petróleo, porque tiene un efecto diluyente que

hace despegar fácilmente la suciedad del tanque y sus cañerías.

Es posible demostrar por medio de un gráfico, las ventajas del biodiesel en cuanto a las emisiones, excepto la de óxido de nitrógeno donde compite en desventaja con el diesel convencional.

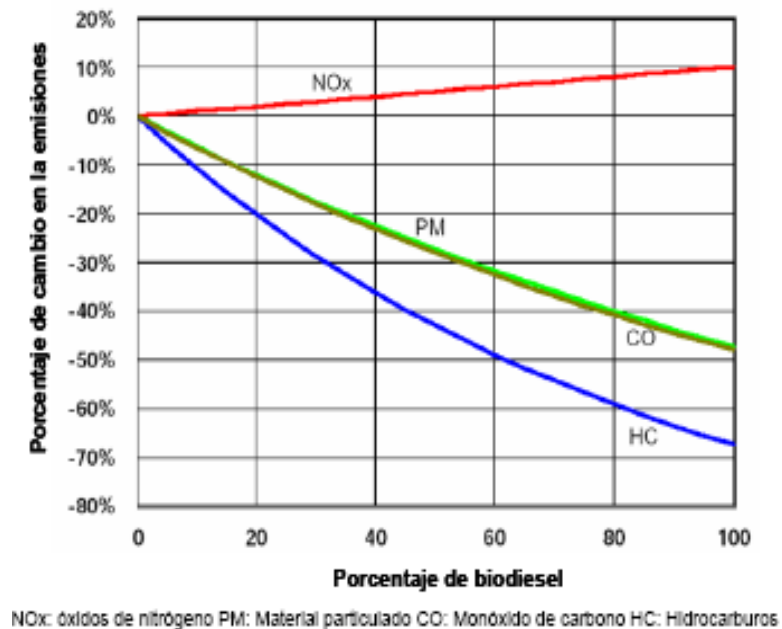


FIGURA 2.6
VENTAJAS EN EMISIONES DEL BIODIESEL FRENTE AL
DIESEL DE PETRÓLEO

2.5 Justificación del uso del biodiesel en maquinaria de uso común

Finalmente, a manera de resumen del capítulo, se puede justificar el uso de Biodiesel, con las siguientes razones:

- El biodiesel es un combustible renovable que reemplaza ventajosamente al diesel de petróleo.
- Se elabora a partir de cualquier aceite vegetal virgen o usado o de grasas animales.
- Su energía específica es ligeramente menor que la del diesel de petróleo, pero su elevada lubricidad compensa esta diferencia. Es por esto que el rendimiento energético de ambos combustibles sea esencialmente el mismo.
- Puede usarse puro, o mezclado en cualquier proporción con diesel de petróleo, y no requiere modificación alguna de los motores.
- La lubricidad del biodiesel es notable, al punto de duplicar la vida útil de los motores. Es por ello que se le adiciona biodiesel al diesel de petróleo con bajo tenor de azufre, devolviéndole la lubricidad perdida por el bajo contenido de azufre.
- La fabricación de biodiesel es sencilla, y no responde a economías de escala: Se parte de un aceite vegetal, o grasa animal, a los que se somete a un proceso de transesterificación. Como resultante de este proceso se obtiene biodiesel, y un subproducto conocido como glicerina.
- La transesterificación se logra mezclando el aceite vegetal, o la grasa animal, con un alcohol liviano y un catalizador. Al cabo de un tiempo de reposo, se separan por decantación el biodiesel, y la

glicerina. Si fue correctamente elaborado, el biodiesel que se obtiene solo requiere filtrado antes de ser usado. Se lo puede almacenar igual que el diesel de petróleo.

- El biodiesel reduce la contaminación.

Las emisiones netas de dióxido de carbono (CO₂) y de dióxido sulfuroso (SO₂) se reducen un 100 %. La emisión de hollín se reduce un 40-60%, y las de hidrocarburos (HC) un 10-50 %. La emisión de monóxido de carbono (CO) se reduce un 10-50%.

Se reduce igualmente la emisión de hidrocarburos policíclicos aromáticos (PAHs), y en particular de los siguientes derivados, de comprobada acción cancerígena: Fenantrén 97%; Benzofluorantren 56%; Benzopirenos - 71%.

Finalmente, la emisión de compuestos aromáticos y aldehídos se reduce un 13%, y las de óxidos nitrosos (NO_x) se reducen, o aumentan, 2-5% de acuerdo al desgaste del motor, y a la calibración de la bomba inyectora.

El biodiesel es 100% biodegradable, y su toxicidad es inferior a la de la sal de mesa. Su combustión genera, de acuerdo al precursor que se utilice, un olor similar al de las galletas dulces, o al de las papas fritas.

Los litros de biodiesel por hectárea que se obtengan dependerán del cultivo que dé origen al aceite vegetal. Los ejemplos a continuación dan una idea del potencial de cada cultivo.

TABLA 7
PRODUCCIÓN EN LITROS DE ACEITE SEGÚN VARIEDADES DE OLEAGINOSAS

Variedad Oleaginosa	Producción de aceite en litros
Algodón (<i>Gossypium Hirsutum</i>)	270
Arroz (<i>Oriza sativa</i>):	770
Girasol (<i>Helianthus annuus</i>):	890
Colza (<i>Brassica napus</i>): litros	1100
Jatropa (<i>Jatropha curcas</i>):	1590
Coco (<i>Cocos nucifera</i>):	2510
Palma (<i>Elaeis guineensis</i>):	5550
Soja (<i>Glicine max</i>):	420
Maní (<i>Arachis hipogaea</i>):	990
Ricino (<i>Ricinus communis</i>):	1320
Aguacate (<i>Persea americana</i>):	2460
Cocotero (<i>Acrocomia aculeata</i>):	4200

El alcohol se utiliza en una proporción del 15 al 25% y el catalizador es menos del 1.5% del volumen procesado. Preferentemente se utilizan alcoholes metílicos o etílicos, e hidróxidos de sodio o de potasio.

La glicerina que se obtiene puede venderse tal cual, transformarse en otros productos de mayor valor agregado, como se menciono al principio de este, o ser refinado para obtener glicerina. La venta de glicerina generalmente cubre el costo del alcohol, catalizador, la electricidad y la mano de obra.

CAPÍTULO 3

3. PROCESO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL

3.5 Métodos para la obtención de Biodiesel

Existen varios métodos para obtener Biodiesel, los más importantes y que mencionaré son: Mezcla con Petrodiesel, Pirólisis, Microemulsificación y Transesterificación.

3.5.1 Mezcla con Petrodiesel

El biodiesel se puede utilizar, tanto puro (B100) como mezclado con Diesel de origen fósil (petrodiesel) en cualquier proporción.

La forma de realizar las mezclas puede ser:

- Mediante simple vertido en un depósito o recipiente de uno sobre otro de ambos componentes. En este caso, conviene poner primero el "petrodiesel" y añadir el Biodiesel sobre él. Aquí se hace necesario un mínimo de agitación posterior, con el fin de conseguir la necesaria homogeneización de la mezcla.
- Mediante la operación que es típica a la hora de cargar una cisterna, operación que al tener lugar por la parte baja de la misma, aconseja incorporar primero el Biodiesel y añadir después el "petrodiesel" para que éste "borbotee" a través del primero (que es más denso que el segundo). Con esto y el movimiento del líquido mezclado en la carga durante el viaje a destino, más la operación de descarga, debe ser suficiente para conseguir la deseada homogeneización de la mezcla.
- A través de la inyección (continua o a por medio de impulsos) de la proporción de Biodiesel que se desee añadir al "petrodiesel" en el brazo de carga o tubería de vertido de éste, con lo que la propia turbulencia provocada por el flujo al que discurre el producto por dichos conductos

logra una buena mezcla. Este último es el método más típico y extendido en la práctica.

Aparte estaría el que se practica en las refinerías, mediante simple vertido de uno y otro componente a un tanque (aquí da igual el orden en que se haga) y posterior homogenización, mediante los potentes y eficaces sistemas de recirculación que poseen estas instalaciones.

Porcentajes crecientes de biodiesel, a partir del 20%, en mezclas con "petrodiesel", podrían llegar a dar algún problema relacionado con:

- Su comportamiento a bajas temperaturas y/o en almacenamientos prolongados.
- Su comportamiento frente a diversas partes de los aparatos surtidores, depósitos y equipos de inyección del carburante, tales como: juntas, racores, mangueras, etc., por la incompatibilidad del Biodiesel con algunos materiales específicos, como el cobre y ciertos tipos de caucho.
- El rendimiento del motor se verá afectado negativamente a medida que se incremente la presencia del Biodiesel en la mezcla con "petrodiesel" (por el menor poder calorífico del primero frente al segundo) y en cuanto a las

emisiones a través del escape, en éstas irán disminuyendo los valores de CO, Partículas e Hidrocarburos no quemados, mientras los NOx no ofrecen una tendencia claramente definida.

Como las propiedades de frío del Biodiesel (aunque varían según los aceites de los que provengan) son, generalmente, peores que las del "petrodiesel", se debe tener especial atención a este parámetro a la hora de planear el uso de mezclas de ambos carburantes.

En base a esta propiedad y al hecho de que la densidad del Biodiesel es mayor que la del "petrodiesel", es muy conveniente tratar de realizar la mezcla, procurando la máxima homogeneización de ambos componentes de la misma.

Es de hacer notar que, tanto para corregir las deficientes propiedades de frío de un Biodiesel como su estabilidad a la Oxidación, existe la posibilidad de incorporarle aditivos específicos para cada uno de esos parámetros. Ello evitará la formación de cristales (por congelación) y sedimentos (por oxidación), que obstruirían los filtros e

impedirían un buen manejo del carburante sobre todo en los sistemas de inyección de los vehículos, donde es vital la consecución de la dosificación y atomización correcta del producto para lograr el óptimo rendimiento del motor.

3.5.2 Pirolisis

La Pirólisis, también conocida como Craqueamiento térmico, es la conversión de una sustancia en otra por medio de su calentamiento a altas temperaturas (superiores a 450°C) en ausencia de oxígeno.

En algunas situaciones se utilizan, además, catalizadores que ayudan a romper los enlaces químicos de las moléculas, de manera que se forman moléculas de menor tamaño.

La pirólisis de las grasas, con ayuda de óxido de silicio o de aluminio como catalizador, es una manera de obtener combustibles químicamente similares al diésel de petróleo. Sin embargo, es un proceso caro. Además, al remover el oxígeno del proceso se pierden los beneficios ambientales de ser un combustible oxigenado (como la mejor combustión y menores emisiones contaminantes). Este combustible obtenido del craqueamiento térmico de las grasas no es biodiésel (no está compuesto por ésteres de ácidos grasos), pero es

también un combustible renovable semejante al diesel de petróleo.

3.5.3 Microemulsificación

Las microemulsiones son dispersiones de aceite y otras sustancias líquidas, termodinámicamente estables, isotrópicas, claras o traslúcidas. Debido a su naturaleza de mezcla el poder calorífico es más bajo y por lo tanto tiene los inconvenientes de mayor consumo de combustible y caída en la potencia en el eje del motor.

3.1.4 Transesterificación

La idea del proceso de transesterificación es reemplazar el glicerol de los triglicéridos por alcoholes simples, como el metanol o etanol, (1 triglicérido + 3 alcohol <catalizador alcalino > 3 biodiesel + 1 glicerol).

De esta manera, se obtienen moléculas en forma de cadena larga, muy similares en su forma y sus características físicas a las moléculas de los hidrocarburos. La principal ventaja que se logra con este proceso es reducir la viscosidad del aceite hasta un nivel muy cercano al del diésel

En la práctica se necesita más de 3 alcoholes por cada triglicérido para que la reacción ocurra completamente. Si no se usa este exceso de alcohol, el producto obtenido no será biodiesel puro: consistirá en una mezcla de biodiesel, triglicéridos sin reaccionar, y productos intermedios como los monoglicéridos y diglicéridos. Estas impurezas pueden afectar las características del combustible, de manera que no cumpla con las normas técnicas de calidad, además de tener efectos indeseados como producir depósitos carbonosos en el motor, taponamiento de los filtros, combustión incompleta, etc.

Igualmente, para que la reacción se lleve a cabo, también se sabe que se necesita la presencia de un catalizador y de ciertas condiciones de reacción (tiempo, temperatura, agitación). Asimismo, se ha visto que la calidad del aceite es uno de los condicionantes más importantes para que la transesterificación se lleve a cabo adecuadamente y que debe asegurarse con un análisis químico previo y, si es necesario, con un pretratamiento adecuado.

Los siguientes pasos de la transesterificación alcalina, tal como se aprecian en la figura (Véase el Apéndice B).

- La primera operación consiste en disolver el catalizador sólido (hidróxido de sodio o potasio – NaOH o KOH) en el alcohol (metanol o etanol). La cantidad de catalizador a utilizar depende de la acidez del aceite, pero suele variar entre un 0,5 y 1%. Se necesita aproximadamente media hora de agitación constante para lograr una disolución completa. Si se trabaja con un catalizador líquido (metilato de sodio) no se requiere este paso.
- Luego se realiza la transesterificación propiamente dicha. Para ello, se necesita un reactor cerrado herméticamente, con agitación constante y calor. En plantas de producción pequeñas este proceso se realiza por lotes, pero en plantas de gran escala se realiza en reactores de flujo continuo. En este reactor se mezclan el aceite y el metanol con el catalizador disuelto y se agita durante una hora. Para que la reacción sea completa se requiere un tiempo de reacción de 1 hora a 60°C de temperatura, o de 4 horas a 32°C de temperatura.
- La transesterificación resulta en la separación de dos fases: una fase más viscosa y densa, que consiste en una mezcla de glicerol, jabones, catalizador, metanol y agua

(denominada glicerol crudo (Véase Apéndice B) y una fase más liviana, que consiste en los metil-ésteres (el biodiésel), también con metanol, una menor proporción de catalizador y jabones, y mono y diglicéridos (en caso que la reacción no haya sido completa). Se requiere de un tanque decantador donde ambas fases se puedan separar por gravedad, o con la ayuda de una centrifuga para separarlas más rápidamente. Asimismo, se puede añadir agua luego de la transesterificación para mejorar la separación del glicerol. A partir de este punto, se separan dos líneas de proceso: una para purificarlos metilésteres, y otra para purificar y recuperar el glicerol.

Transesterificación en dos etapas

Muchas plantas de producción, sobre todo en Europa donde los estándares de calidad para el biodiésel son más exigentes, realizan la transesterificación del aceite en dos etapas. El objetivo de este método es reducir la cantidad de metanol que interviene en la transesterificación, y mejorar la eficiencia de la reacción, consiguiendo altas tasas de transformación del aceite en biodiésel y una mayor pureza del producto.

Este proceso consiste en agregar sólo una parte de la mezcla de alcohol y catalizador en cada etapa y separar el glicerol después de cada etapa. Usualmente, se agrega primero un 80% del alcohol y catalizador al aceite, se realiza la transesterificación, se separa el glicerol, y el producto se lleva a una segunda reacción con el 20% de alcohol y catalizador restante.

Su fundamento reside en una característica importante de la reacción química de transesterificación: que es una reacción de equilibrio. Las reacciones de equilibrio pueden ocurrir en los dos sentidos. En el caso de la transesterificación, el aceite y el alcohol reaccionan para producir ésteres metílicos y glicerol, pero igualmente los ésteres metílicos pueden reaccionar con el glicerol para producir triglicéridos y alcohol nuevamente. Cuando se mezclan el aceite, alcohol y catalizador, la reacción transcurre hasta que alcanza un punto de equilibrio en el que ya no se generan más productos. La reacción ocurre en ambos sentidos al mismo tiempo y está en un equilibrio dinámico.

Como el objetivo del proceso es obtener la mayor cantidad de ésteres, lo ideal es desplazar lo más posible este equilibrio hacia la derecha de la reacción (es decir, hacia los productos).

Hay dos maneras de hacerlo: agregar más insumos (es por esto que se utiliza una razón molar alcohol: aceite de 6:1 en lugar de 3:1), o quitar parte de los productos. Al realizar la reacción en dos etapas se está justamente quitando uno de los productos (la glicerina o glicerol) y forzando a la reacción a avanzar aún más para producir ese glicerol faltante para reestablecer el equilibrio.

Transesterificación alcalina con etanol

En muchos países se está experimentando con la transesterificación utilizando etanol en lugar de metanol. Las ventajas de este proceso serían la procedencia renovable del alcohol (caña de azúcar, remolacha, maíz, etc.) y su mucha menor toxicidad.

Sin embargo, la producción de ésteres etílicos es difícil en comparación con la de ésteres metílicos, debido principalmente a la fácil formación de emulsiones estables

que dificultan severamente la separación del biodiésel y el glicerol y la purificación del biodiésel.

Se requiere mucho mayor cuidado con la pureza de los insumos así como con los parámetros de reacción – tiempo, temperatura, agitación – para asegurar el éxito. En Brasil, se ha experimentado con un método que usa dos catalizadores para permitir la transesterificación con etanol, con un tiempo de reacción de sólo 30 minutos.

3.6 Procesos Catalíticos de Transesterificación

Dentro de los procesos Catalíticos a mencionar, se destacan la Catálisis Ácida, Catálisis Básica, Catálisis Enzimática

3.6.1 Catálisis Ácida

Los catalizadores ácidos son efectivos pero requieren un intervalo de tiempo extremadamente largo y temperaturas superiores a 100°C para su acción. Se usan en transesterificación, cuando los aceites poseen grados de acidez muy altos y que perjudican la acción de los catalizadores alcalinos (acidez mayor a 10 %). La humedad de las materias primas no restringe su uso como en la catálisis

básica, aún cuando los rendimientos de la reacción se ven favorecidos si el agua no está presente.

Se emplean ácido sulfúrico, clorhídrico y ácidos sulfónicos; recientemente en los procesos con aceites crudos de acidez muy alta, se están empleando resinas ácidas que permiten altas conversiones de los ácidos libres y adicionalmente ayudan a la transesterificación de los triglicéridos; esta operación corresponde a una etapa inicial de preesterificación, seguida de una transesterificación con catalizador básico.

3.6.2 Catálisis Básica

Los catalizadores básicos o alcalinos son los más usados, y dentro de estos, el KOH, NaOH, Carbonatos de sodio y potasio, así como alcóxidos metálicos (metilato, etilato, propilato ó butilato de sodio o potasio), son los más estudiados. Los hidróxidos poseen la mayor aplicación industrial pues son económicos y muy efectivos cuando las materias primas lo permiten. Dan buenos resultados siempre y cuando el contenido de agua en el medio de reacción sea mínimo y la acidez para los aceites sea menor al 1 %, ya que contenidos superiores tienden a formar jabones y geles que

inhiben la capacidad catalítica de las bases, y evitan la separación del glicerol de la mezcla reactante.

Los catalizadores como KOH y NaOH se emplean en proporciones variadas, que oscilan entre 0.5 y 1.5 % w. del aceite, encontrándose para la mayoría de las reacciones de transesterificación con aceites refinados 1 % como la cantidad óptima, sin embargo, con aceites de elevada acidez se recomienda ajustar este valor aún cuando esta práctica puede llevar a formación de jabones y emulsiones que reducen el rendimiento de la reacción.

Para el metilato de sodio se recomiendan valores entre 0.3 y 0.5 % w. con respecto al aceite, este catalizador es altamente efectivo aunque más costoso que los hidróxidos, las condiciones de reacción deben ser cuidadosas ya que con aceites no refinados puede generar subproductos que disminuyen la calidad y rendimiento de la reacción.

El metanol y etanol suelen emplearse en excesos de 6:1 molar, aunque excesos mayores se pueden aplicar cuando las condiciones de reacción lo requieran, como por ejemplo, en los aceites de palma que tienden a formar glicéridos parciales al final de la reacción y un exceso mayor favorece la

conversión de estos. Adicionalmente a mayores excesos los subproductos y reacciones indeseadas disminuyen; se ha comprobado que el uso de elevados excesos de alcohol (relaciones 12:1 hasta 40:1 alcohol/aceite), son adecuados cuando se emplean aceites con alto contenido de ácidos grasos libres; a pesar de estas ventajas los excesos mayores a 6:1 impiden la decantación de la glicerina y se hace necesario retirar el alcohol en exceso por destilación para que se presente la separación.

La literatura presenta diferentes condiciones de temperatura en las cuales puede llevarse a cabo la transesterificación; las temperaturas recomendadas van desde la ambiente, hasta la de ebullición del alcohol empleado, y aún mayores dependiendo del catalizador; sin embargo, la mayoría de autores coincide en afirmar que esta última es la más apropiada, ya que se aumenta la velocidad y disminuye el tiempo de reacción ostensiblemente.

El proceso de obtención de biodiesel por la vía alcalina consta principalmente de 6 etapas básicas, las cuales son:

- **Mezcla alcohol y/o catalizador:** La base empleada como catalizador es previamente disuelta en el alcohol con ayuda de agitación, para posteriormente mezclarse con el aceite. La reacción de mezclado es exotérmica.
- **Reacción de transesterificación:** La mezcla alcohol–catalizador y el aceite, son mezclados y con ayuda de agitación se promueve el contacto entre los reactivos y de esta manera dar lugar a la reacción de transesterificación. Esta reacción se lleva a cabo a una temperatura determinada y generalmente a presión atmosférica.
- **Separación:** Al finalizar la reacción hay una mezcla de glicerina y alquilésteres (biodiesel), los cuales son separados por decantación al cabo de varias horas. La glicerina por su mayor densidad queda en el fondo del tanque.
- **Lavado del biodiesel:** Cuando ya se ha separado el biodiesel de la glicerina, ambos son lavados con agua con el fin de retirar los residuos de metanol y jabones formados por las reacciones secundarias. En ocasiones se agrega un ácido para neutralizar los alquilésteres.

- **Secado del biodiesel:** Una vez lavado el biodiesel este debe ser secado con el fin de eliminar el remanente de agua. El secado tiene un tiempo y temperatura determinada.
- **Purificación de la glicerina:** Las características y propiedades que tiene la glicerina una vez se separa del biodiesel, no permiten su aplicación directamente debido a su alta alcalinidad y contenido de metanol, por lo que debe someterse a un proceso de purificación.

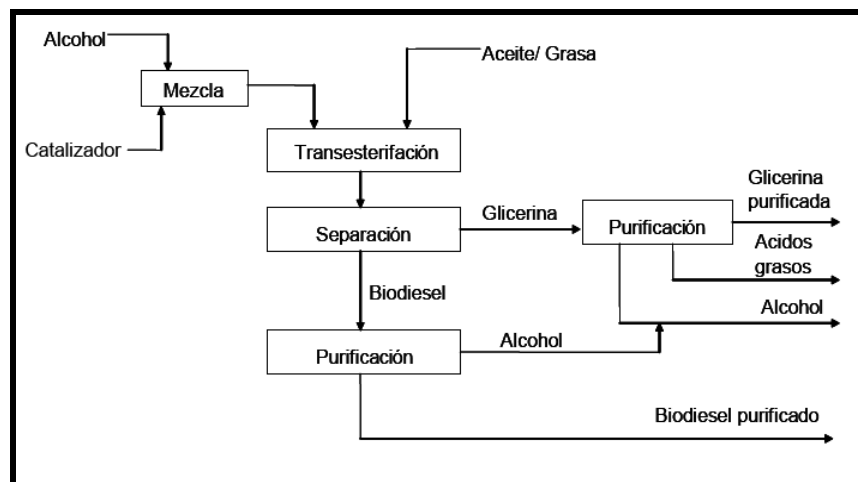


FIGURA 3.1
ESQUEMA DE CATÁLISIS BÁSICA

3.6.3 Catálisis Enzimática

La catálisis enzimática es llevada a cabo normalmente con lipasas; las enzimas más empleadas en los estudios realizados

son obtenidas de microorganismos como la candida antártica, mucor miehei, Rhizopus delemar y pseudomona cepacea. La reacción suele llevarse a cabo con aceite o grasa, alcohol, un solvente orgánico poco polar (como hexano o éter de petróleo), que solubiliza las fases y una enzima que es inmovilizada sobre resinas de intercambio aniónico macroporosas.

Este tipo de catálisis tiene la ventaja de permitir el uso de alcohol con altos contenidos de agua (mayor a 3%) y en relación estequiométrica, bajas temperaturas (50 °C), lo que supone un ahorro energético, elevados grados de acidez en los aceites (25 %) y la posibilidad de recuperar el catalizador que se encuentra inmovilizado.

Sin embargo, el costo de la enzima y las condiciones de reacción, hace prohibitivo este tipo de procesos para la obtención de un producto cuyo valor agregado no es muy alto, ya que se requiere lipasa en una proporción 10 – 12 % w. del aceite, tiempos de 5 a 10 horas y un procesos de purificación del producto final para remover el solvente orgánico empleado, lo que aumenta el costo del proceso.

3.7 Equipos y reactivos para la reacción de Transesterificación

3.7.1 Detalle de los equipos utilizados en el laboratorio para el proceso

Los equipos principalmente utilizados durante el proceso de transesterificación se pueden resumir en: Reactor de Transesterificación, Catalizadores, Neutralizadores y Metóxidos

3.7.1.1 Reactor de Transesterificación

La reacción de Transesterificación o Alcoholisis de esteres mediante la cual se obtiene el biodiesel, requiere de elevadas temperaturas (evitando pérdidas de alcohol por evaporación) y un sistema mecánico de agitación o mezclado, ya que la transformación química se da en los primeros minutos del proceso.

El reactor debe permitir que las moléculas de reactivos se confronten entre sí para que el glicerol se desprenda de los ésteres y el alcohol se adhiera para formar el nuevo compuesto (biodiesel).

Las condiciones operacionales deben permitir llevar a cabo la transesterificación en un periodo de tiempo muy

corto, ya que el metóxido es sumamente inestable y se degrada rápidamente, estando inutilizado para la reacción.

A la hora de llevar a cabo un proceso de orden químico, el diseño de los reactores está orientado a maximizar los porcentajes de conversión de reactivos a productos. Los reactores de gran capacidad NO permiten alcanzar índices de conversiones respetables superiores al 97% - de aceites y/o grasas a biodiesel.

Los bajos índices de conversión hacen que sea necesario incorporar al proceso una etapa de lavado para “corregir” un biodiesel ineficazmente elaborado, generando efluentes que a su vez requerirán tratamiento.

El índice de conversión es inversamente proporcional a la capacidad del reactor.

El tamaño del reactor está íntimamente relacionado con la velocidad de homogenización de la mezcla. El diseño de este, dependerá principalmente de dos parámetros: la temperatura de elaboración y el tipo de mezclado.



FIGURA 3.2
FOTO FRONTAL DE REACTOR DE
TRANSESTERIFICACIÓN

3.7.1.2 Catalizadores

Como ya se mencionó anteriormente, la transesterificación de los triglicéridos puede ser realizada mediante diferentes procesos catalíticos. Los catalizadores utilizados pueden ser clasificados detalladamente, de la siguiente manera:

- **Catalizadores alcalinos:** Hidróxido de sodio (NaOH), hidróxido de potasio (KOH), metilato de sodio (NaOMe).
- **Catalizadores ácidos:** Ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido clorhídrico, ácido sulfónico.
- **Catalizadores enzimáticos:** Lipasas
- **Catalizadores heterogéneos:** Catalizadores en fase sólida.

El proceso más conocido, utilizado y hasta el momento más efectivo es el que emplea catalizadores alcalinos). Sin embargo, si el aceite tiene un alto contenido de ácidos grasos libres, la catálisis alcalina no es apropiada debido a que los hidróxidos reaccionan con los ácidos grasos formando jabones, lo cual reduce el rendimiento de producción de biodiesel. En este caso, se requiere otro tipo de transesterificación, o un pretratamiento con catalizadores ácidos.

- **Catalizadores alcalinos**

En el caso de la catálisis alcalina, es muy importante que los catalizadores se mantengan en un estado anhidro. Debe evitarse su contacto prolongado con el aire, pues éste disminuye su efectividad debido a la interacción con la humedad y con el dióxido de carbono. Los tres catalizadores cáusticos tienen ventajas y desventajas, que se mencionaran mas adelante, y su elección depende de cada caso concreto.

Hidróxido de sodio (NaOH): el NaOH viene en forma de cristales que deben ser disueltos en el metanol antes de la transesterificación. Es un producto muy barato y fácil de conseguir, pero es cáustico e irritante, y su manipulación directa sin protección respiratoria y para la piel debe evitarse.

Al igual que en el caso del KOH, la manipulación de este insumo sólido puede ser complicada (especialmente en plantas de producción grandes, donde se quieren evitar operaciones manuales). Además, el NaOH es muy higroscópico (absorbe humedad del ambiente), lo cual hace que los cristales se peguen entre sí y sean más difíciles de manipular, y además reduce su eficacia. Finalmente, la reacción con el metanol es exotérmica, genera calor, y el tanque donde se realiza esta disolución debe mantenerse refrigerado para evitar que se evapore el alcohol (causando pérdidas de este insumo y riesgos de incendio y para la salud de los trabajadores).

Hidróxido de potasio (KOH): muy similar al hidróxido de sodio, el hidróxido de potasio viene también en forma de cristales que deben ser disueltos en el metanol antes de la transesterificación. Es un producto barato y disponible en la mayoría de lugares. Debido a su mayor peso molecular, se necesita mayor cantidad de KOH que de NaOH para hacer el mismo trabajo, lo cual puede elevar costos. Las dificultades de operación y riesgos son similares a los que existen con NaOH, sin embargo, algunos estudios han demostrado que utilizando KOH se obtienen mejores rendimientos de

transformación que con NaOH. Además, el KOH se disuelve más fácilmente que el NaOH en el metanol, lo cual facilita el primer paso previo a la transesterificación. Los jabones de potasio son líquidos, a diferencia de los de sodio que son sólidos. Esto hace que la glicerina cruda sea más fácil de drenar luego de la separación del biodiesel cuando se trabaja con KOH. Por otra parte, las sales de potasio obtenidas como subproducto de la purificación de la glicerina pueden ser utilizadas como fertilizante agrícola, lo cual no es el caso con las sales de sodio.

Metilato de sodio: El metilato de sodio no está disponible en estado puro, debido a que es muy inflamable. Se presenta entonces comercialmente como una solución al 30% en metanol. Esta solución es un líquido, lo cual constituye la principal ventaja: su manipulación (pese a su alta inflamabilidad y toxicidad) es sencilla, puede ser adaptada a un proceso continuo y realizarse mecánicamente sin necesidad de intervención de los operarios. Algunos estudios arrojan que el metilato es un catalizador más efectivo que los anteriores, pero otros indican que NaOH es mejor que NaOMe. Igualmente, algunos autores indican que al utilizarse menor cantidad de metilato, al final quedan menos sales de

sodio disueltas en la glicerina, lo cual hace su purificación más sencilla. Otros, en cambio, mencionan que este catalizador causa la formación de diferentes subproductos, principalmente sales de sodio, que deben ser tratados como residuos, y que además requiere utilizar aceite de alta calidad.

En conclusión, el metilato de sodio parece ser un muy buen catalizador con materias primas adecuadas, pero su costo es alto y su disponibilidad limitada.

- **Catalizadores ácidos**

Los catalizadores ácidos pueden ser utilizados tanto para la esterificación de ácidos grasos libres con el fin de convertirlos directamente en ésteres o para la transesterificación de los triglicéridos. Cuando la materia prima es un aceite con alto contenido de ácidos grasos libres (AGL), la esterificación ácida está recomendada como un primer proceso para tratar estos AGL, pero debe ser seguida por la transesterificación alcalina (con NaOH o KOH como catalizadores) para convertir los triglicéridos subsistentes.

Los catalizadores ácidos también pueden ser utilizados directamente para la transesterificación, pero esta reacción es extremadamente lenta y requiere de un exceso aún mayor de alcohol, lo cual la torna poco económica.

- **Catalizadores enzimáticos**

A pesar de que la transesterificación utilizando catalizadores alcalinos permite una alta tasa de conversión en tiempos de reacción lentos, este proceso tiene algunos inconvenientes: consume alta energía (calor y agitación constantes durante todo el proceso), la recuperación del glicerol es difícil, ya que es contaminado por las sales producidas por los catalizadores, el catalizador (ácido o básico) debe ser removido del combustible, requiriendo un proceso de purificación y lavado posterior a la transesterificación, se producen efluentes (aguas residuales) alcalinos, que deben ser tratados antes de verterlos a los desagües, la presencia de ácidos grasos libres y/o agua interfiere con la reacción.

Los catalizadores enzimáticos como las lipasas (enzimas que en los seres vivos están encargadas de descomponer las grasas para permitir su digestión y asimilación) son capaces de catalizar la transesterificación de los triglicéridos superando los problemas mencionados anteriormente. Especialmente, la glicerina puede ser removida fácilmente, los ácidos grasos libres pueden ser convertidos totalmente en ésteres, y la presencia de agua no es problemática. Sin embargo, los costos de producción de las lipasas aún son mucho más caros que los de los catalizadores alcalinos. Existen dos tipos de catalizadores enzimáticos:

Enzimas extra celulares: Son las que han sido extraídas de las células vivas que las producen y posteriormente purificadas

Enzimas intracelulares Son las que aún están dentro de las células que las producen. En este caso, son organismos vivos como ciertas bacterias los que estarían realizando la catálisis.

Algunas ventajas de utilizar lipasas como catalizadores para la producción de biodiesel que pueden mencionarse son que se pueden regenerar y reutilizar luego de la reacción, simplemente el residuo sólido se deja en el reactor. , lo que permite una alta concentración de la enzima, lo cual ayuda a una mejor reacción, produciendo una separación y purificación del biodiesel más sencilla, ya que no deben eliminarse ningún componente alcalino o ácido.

Algunas desventajas son, por ejemplo, el mayor costo de este catalizador además que algunos estudios han reportado que la reacción con lipasas no llega a ser lo suficientemente completa como para cumplir con los estándares de calidad del biodiesel. En este caso, los Sistemas de inmovilización de la enzima y/o el uso de múltiples enzimas en secuencia podrían mejorar este aspecto existe también el riesgo de que el metanol inactive a las enzimas. Esto se supera añadiendo el alcohol por partes, o utilizando co-solventes que ayuden a disolver el metanol en el aceite

- **Catalizadores heterogéneos**

Los catalizadores heterogéneos son aquellos que se encuentran en una fase diferente a la de los reactantes. Es decir, que no se encuentran disueltos en el alcohol o aceite, sino que son sólidos, y por lo tanto fácilmente recuperables al final de la reacción.

Este tipo de catalizadores permiten superar algunos de los principales problemas de los catalizadores homogéneos como el hidróxido de sodio o potasio, o el metilato de sodio, los procesos de purificación del biodiesel para separar los restos de catalizador, y los de tratamiento de efluentes contaminados con los catalizadores.

Algunos de los primeros catalizadores sólidos probados fueron óxidos de estaño, magnesio y zinc, pero ellos actúan finalmente de forma similar a los catalizadores homogéneos, pues terminan convertidos en jabones metálicos o gliceratos metálicos. El uso de un óxido mixto de zinc y aluminio permite la transesterificación sin que haya pérdida del catalizador. Durante esta reacción, se requiere mayor temperatura y presión que en la transesterificación alcalina convencional, y además se

realiza en dos etapas para alcanzar niveles de reacción máximos.

El biodiesel obtenido cumple con las especificaciones de calidad de la norma europea. Como ventajas del proceso, la purificación del biodiesel sólo requiere la evaporación del metanol sobrante y la adsorción de la glicerina, sin necesidad de lavado con agua.

Asimismo, la glicerina producida es incolora, de una pureza del 98%, sin presencia de cenizas u otros componentes inorgánicos. Las principales impurezas en la glicerina normalmente son agua, metanol y ésteres orgánicos. Esta mayor calidad otorga un valor agregado a este subproducto, que puede ayudar a mejorar la rentabilidad de la producción de biodiesel.

3.7.1.3 Neutralizadores

Los Neutralizadores se utilizan para eliminar los catalizadores, ya sean ácidos o básicos de la mezcla final de biodiesel y glicerina, si se usa un catalizador básico, se usa un neutralizador ácido y viceversa. Si el biodiesel se encuentra en proceso de lavado, el neutralizador debe ser

añadido en el agua de enjuague, ejemplos prácticos establecen que el Acido Clorhídrico es el mas comúnmente usado para neutralizar catalizadores básicos, pero si en cambio se decide usar ácido Fosforico para neutralizar un catalizador básico, se tiene una muy útil Sal, que tiene propiedades químicas fertilizantes.

3.7.1.4 Metóxidos

Químicamente, el metóxido se define como la molécula obtenida al hacer reaccionar alcohol con un catalizador. Para el proceso de transesterificación, generalmente la cantidad de metanol necesario es del 20% en masa respecto de la cantidad de aceite. Las densidades de los dos líquidos son bastante parecidas; también debería funcionar con el 20% en volumen. Para estar completamente seguros, se debe medir medio litro de cada líquido, pesarlos y calcular exactamente el 20% en masa. Distintos aceites pueden tener distintas densidades dependiendo de su procedencia y de cómo hayan sido utilizados.

Por ejemplo: para 100 litros de aceite hacen falta 20 litros de metanol.

Cuando se mezcla el metanol con el hidróxido de sodio (NaOH) se produce una reacción exotérmica (desprende calor), cuyo resultado es el METÓXIDO DE SODIO. Los utensilios que entren en contacto con la lejía deben estar totalmente secos.

Se debe tratar al metóxido de sodio con extremo cuidado, no se debe respirar sus vapores. Si cae sobre la piel, produce una quemadura que muchas veces no se nota porque va matando los nervios. Hay que lavar la zona con muchísima agua.

Cuando se manipula metóxido de sodio se debe tener siempre cerca agua corriente. El metóxido de sodio también es muy corrosivo para las pinturas. El hidróxido de sodio reacciona con el aluminio, el estaño y el zinc. Para la manipulación de estos elementos se pueden utilizar recipientes de vidrio, acero inoxidable, o esmaltados, siendo los mejores los de acero inoxidable.

3.8 Productos de la Reacción de Transesterificación

Luego del Proceso de transesterificación es necesario dejar que la mezcla repose y se enfríe, como mínimo, ocho horas. La glicerina forma una masa gelatinosa y más oscura en el fondo y los metilésteres (biodiesel) flotan encima.

Otra alternativa consiste en dejar que la mezcla repose al menos durante una hora después de la reacción, manteniendo la temperatura por encima de 38° C (100° F). De esta forma la glicerina se mantiene semilíquida (solidifica por debajo de 38° C) y se hunde antes. Después hay que decantar el biodiesel con cuidado.

Se pueden separar la glicerina y el biodiesel por un agujero del fondo del reactor a través de un tubo transparente. La glicerina semilíquida es de color marrón oscuro; el biodiesel es del color de la miel. Primero saldrá la glicerina y cuando empiece a salir biodiesel se cambia la salida del tubo a otro recipiente. Si cae algo de biodiesel en el recipiente de la glicerina es fácil recuperarlo cuando la glicerina se espesa.

Si la glicerina se solidifica antes de separarla del biodiesel, se puede calentar nuevamente para licuarla, pero evitar agitarla para que no se vuelva a mezclar con el biodiesel.

3.8.1 La Glicerina como un residuo de la Transesterificación del Aceite Vegetal

La glicerina se puede compostar después de un período de ventilación de tres semanas. En ese tiempo se evapora el metanol, que es malo para el compostaje. Pero como el metanol también es malo para el ambiente, se puede utilizar otro método para evaporarlo. Calentando hasta 66° C (150° F), el metanol se evapora a 64,7° C (148,5° F). Con este método se puede reutilizarlo haciendo que pase a través de un condensador para que se vuelva nuevamente líquido.

Lo que queda después de la transesterificación no es sólo glicerina, sino una mezcla de glicerina pura, metanol y cera. Estas tres sustancias pueden separarse por destilación, pero es difícil porque para evaporar la glicerina hace falta mucho calor. La glicerina pura tiene muchas aplicaciones: medicamentos, tintes, cremas, etc.



FIGURA 3.3
FOTOGRAFÍA ILUSTRATIVA DEL PROCESO DE DECANTACIÓN
DE GLICERINA LUEGO DE LA TRANSESTERIFICACIÓN

3.8.2 Usos Alternativos de la Glicerina.

La glicerina procedente de la transesterificación es un estupendo desengrasante industrial. Una manera de purificarla es calentarla para que se evapore el metanol, haciéndola segura para el contacto con la piel. Cuando se enfría, las impurezas se hunden hasta el fondo y queda de un color marrón oscuro más uniforme. Añadiendo agua queda del color de la canela, más diluida, y es más fácil para utilizarla como jabón desengrasante para las manos.

Otra forma de aprovechar la glicerina es transformarla en gas metano en un digestor de metano, o mejor aún, mediante pirólisis.

La pirólisis se empleó mucho durante la Segunda Guerra Mundial para que los automóviles funcionaran con leña. El reactor calienta la materia prima (madera o glicerina) en un recipiente hermético sin oxígeno.

En estas condiciones la materia prima no arde, sino que desprende metano. El metano se almacena en una bolsa inflable o comprimido en un depósito.

CAPÍTULO 4

4. REACTOR DE TRANSESTERIFICACIÓN

4.7 Reactor

Una de las preguntas más frecuentes que se presenta a la hora de diseñar un reactor, gira principalmente en torno a la capacidad de producción de los mismos. A continuación expongo algunas de las razones más lógicas por las cuales se prefieren los reactores de menor capacidad cuando el proceso se realiza por carga (batch) el cual es el caso que me corresponde analizar.

- La reacción de Transesterificación o Alcoholisis de ésteres mediante la cual se obtiene el biodiesel, requiere de elevadas temperaturas (evitando pérdidas de alcohol por evaporación) y

un sistema mecánico de agitación o mezclado, ya que la transformación química se da en los primeros minutos del proceso.

- El reactor debe permitir que las moléculas de reactivos se confronten entre sí para que el glicerol se desprenda de los ésteres y el alcohol se adhiera para formar el nuevo compuesto (biodiesel).
- Las condiciones operacionales deben permitir llevar a cabo la transesterificación en un periodo de tiempo muy corto, ya que el metóxido es sumamente inestable y se degrada rápidamente, quedando inutilizado para la reacción.

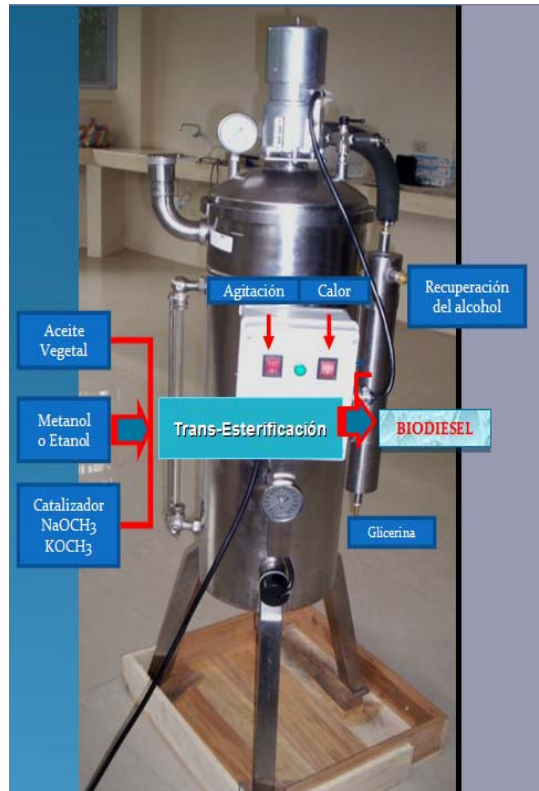
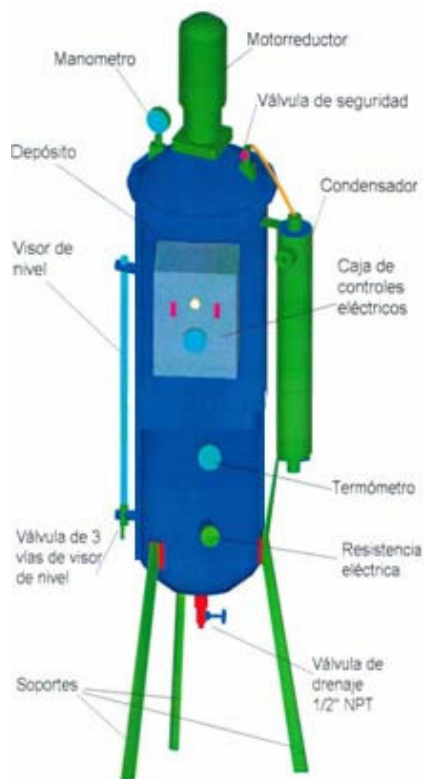


FIGURA 4.1
REACTOR ILUSTRANDO PARTES PRINCIPALES Y PROCESO DE
TRANSESTERIFICACIÓN

4.8 Capacidad del Reactor

El tamaño ideal o límite para el reactor de transesterificación dependerá de la demanda de generación o la cantidad de insumo a procesarse. Sin embargo, aquellos que superan los 1000 litros de capacidad, se vuelven ineficaces por múltiples razones, explicadas a continuación:

- Al momento de concretar un proceso químico, el diseño de los reactores está orientado a maximizar los porcentajes de conversión de reactivos a productos.
- Los reactores de gran capacidad no permiten alcanzar índices de conversiones respetables (superiores al 97%) de aceites y/o grasas a biodiesel.
- Los bajos índices de conversión hacen que sea necesario incorporar al proceso una etapa de lavado para “corregir” un biodiesel ineficazmente elaborado, generando efluentes que a su vez requerirán tratamiento.
- El índice de conversión es inversamente proporcional a la capacidad del reactor.
- El tamaño del reactor está íntimamente relacionado con la velocidad de homogenización de la mezcla. El diseño de este, dependerá principalmente de dos parámetros: la temperatura de elaboración y el tipo de mezclado.
- A mayor capacidad del reactor, mayor será la dificultad de mantenerlo a la temperatura de operación y requerirá un mezclador externo mayor.

- A mayor capacidad del reactor mayor será la cantidad de energía requerida por este para operar en un intervalo de tiempo reducido.
- Los reactores de gran tamaño son más imprecisos, presentando diferencias considerables en cuanto a las condiciones de operación entre el fondo y la parte superior del mismo. Esto hace se que sean mayores las “zonas muertas”, que son aquellas donde los reactivos están fuera del área de mezclado, normalmente esta zona muerta es la zona cónica inferior.
- Este tipo de reactores requieren mayor tiempo de residencia de la mezcla o caldo, por lo que mayor será la cantidad de moléculas de reactivos que no podrán interactuar.

En general, es recomendable, si lo que se desea es un proceso eficaz, disponer por ejemplo de 10 reactores de 1000 litros operando paralelamente y no un reactor de 10.000 litros.

En el caso del Reactor de transesterificación motivo de estudio, posee una capacidad total de almacenamiento de 50 litros, mientras que el volumen de operación segura es de 30 litros.

4.9 Condiciones de Operatividad.

El diseño del reactor experimental debe permitir flexibilidad en la operación y el uso de materias primas variadas, como catalizadores ácidos y básicos en baja concentración (no superior a 3 % de la masa total reactante), aceites con diferentes niveles de acidez y etanol en diferentes excesos; por esto, se consideran temperaturas de operación desde 20 a 120°C, una presión máxima recomendada de 40 PSIG, presiones de trabajo de hasta 18 PSIG y una presión de seguridad de 20 PSIG. El reactor debe contar con los sistemas de agitación y control de temperatura respectivos, contar con salida de vapor, reflujo de condensado, acoples para los sistemas de calentamiento y control de temperatura, acoples para tubería de alimentación y descarga, etc. Además de un intercambiador de calor que permita la recuperación de los productos volatilizados o en exceso.

4.10 Detalle de las partes y factores constitutivos principales del Reactor de Transesterificación.

Para la correcta selección de las partes constitutivas del reactor, es conveniente hacer un desglose de las mismas, en este caso particular describiré las características mecánicas y eléctricas del mismo.

4.10.1 Sistemas Mecánicos del Reactor

El Reactor de Transesterificación es un sistema completo que permite producir en su interior la reacción alcoholisis de esteres, está estructurado por sistemas mecánicos fáciles de obtener en el mercado, los cuales detallo a continuación:

4.10.1.1 Materiales del Reactor

La selección del material a emplear en la construcción de un equipo requiere tener en cuenta aspectos como corrosión, condiciones de operación del equipo, facilidad en su consecución y mecanizado, así como costo del material y mantenimiento del equipo.

Comparado con metales como el acero al carbón, los aceros inoxidables son mucho más costosos; sin embargo, para un servicio óptimo del primero a las condiciones establecidas, es necesaria la preparación y recubrimiento de las superficies para evitar la corrosión y arrastre de materiales por parte de los productos (especialmente la glicerina y ácidos considerados), por lo cual los costos se incrementan y se hacen comparables frente al acero inoxidable que

no requiere de ningún tratamiento. Su adquisición en el mercado nacional es fácil.

Dado que el reactor motivo de estudio es experimental, he planificado un tiempo mayor a cinco años para su funcionamiento, por ende se seleccionó para la construcción del tambor cilíndrico del reactor y otras partes más, un acero inoxidable tipo AISI 304, de 3 mm. de espesor, exceptuando el uso de este material por factor precio en los otros elementos conectados al reactor como el tanque de recuperación de metanol condensado, además que por el diferente tipo de insumos utilizados (agua potable principalmente) que no representan un riesgo para materiales como el plástico o el PVC.

Existen en el mercado, para la venta, reactores que permiten producir biodiesel de forma casera, los mismos que pueden no cumplir normas de seguridad y están fundamentalmente elaborados en materiales poliméricos de poca durabilidad, solo con fines comerciales. En base a lo expuesto puedo afirmar que

se escogió el acero inoxidable AISI 304 por las siguientes razones fundamentales:

- Corrosión.- A continuación se enlistan las posibles sustancias en contacto con el acero AISI 304 y su corrosión estimada por año para condiciones de operación continua (pulgada/año):
 - Aceites vegetales Excelente < 0.002
 - Ácidos grasos Bueno < 0.02
 - Etanol anhidro Excelente < 0.002
 - Soluciones de KOH diluidas Bueno < 0.02
 - Glicerol Buena < 0.02
 - Agua (medio ambiente) Excelente < 0.002
 - Acido cítrico Bueno < 0.02
 - Acido fosfórico Bueno < 0.02

La corrosión es inferior a la de otros materiales como acero al carbón, por los cuales, el acero inoxidable presenta ventajas.

- Costos y facilidad de adquisición.- Comparado con metales como el acero al carbón, los aceros inoxidables son mucho más costosos; sin embargo,

para un servicio óptimo del primero a las condiciones establecidas, es necesaria la preparación y recubrimiento de las superficies para evitar la corrosión y arrastre de materiales por parte de los productos (especialmente la glicerina y ácidos considerados), por lo cual los costos se incrementan y se hacen comparables frente al acero inoxidable que no requiere de ningún tratamiento. Su adquisición es igualmente sencilla.

4.10.1.2 Acoples del Reactor

Para unir las partes que conforman al reactor y demás equipos involucrados en el proceso, se necesitan acoples de diferentes materiales, tales como: Acero AISI 304, bronce y PVC.

Para el reactor solamente, se utilizaron acoples de Acero, Bronce, mientras que para el equipo de enfriamiento se utilizó Bronce y PVC debido a que principalmente el segundo maneja bajas temperaturas y no confronta procesos excesivamente corrosivos y su mantenimiento resulta mucho mas económico y sencillo.

Es importante establecer que se debe colocar teflón alrededor de todos los acoples y uniones roscadas del tanque del reactor para evitar escape de los gases, y líquidos involucrados en la reacción como el metanol, hidróxido de potasio y aceite

A continuación enlisto los acoples más importantes utilizados en el reactor:

- Unión bridada para tubo de vidrio con acceso visual
- Válvula de 3 vías (visor de nivel) para la medición de muestras, drenar y mantener el nivel.
- Unión de 1/4 pulg. en la tapa para manómetro,
- Niple de 3/4 pulg. para válvula de alivio de presión
- Unión de 1/2 pulg. para salida de vapores,
- Unión de 1 pulg. para conectar la resistencia de calentamiento,
- Unión de 1/2 pulg. para el indicador de nivel,
- Unión de 1/2 pulg. para conexión de termocupla.
- Abrazadera de acero, sella herméticamente la tapa

- Tubo curvo de Φ 2 pulg. para alimentación de metóxido (metanol + Soda o Potasa Cáustica).
- Válvula de salida de bola de 1/2 pulg NPT

4.10.1.3 Sistema de Calentamiento

El calentamiento de la masa reactante se efectúa con un termostato, que minimiza la inercia térmica presentada por otro tipo de configuraciones como las chaquetas o serpentines; además, su bajo costo y facilidad de control de temperatura con respecto a los otros sistemas, lo hace accesible para los propósitos requeridos.

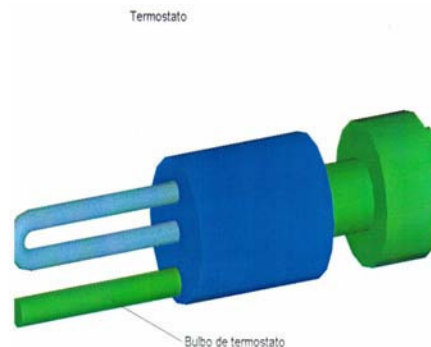


FIGURA 4.2
GRÁFICA DEL TERMOSTATO DEL REACTOR

4.10.1.3.1 Calor requerido por la reacción

El calor requerido por el medio de reacción está dado por el calor sensible de la mezcla reactante, dado que ésta se calienta desde una temperatura de 24 °C hasta 76 °C, el calor consumido por la reacción dado que es endotérmica y el calor requerido para calentar el acero AISI 304 del equipo de reacción desde 24 °C hasta 76 °C. El calor de reacción se toma como global durante las dos horas aproximadas de reacción completa, puesto que no se conoce la velocidad de la reacción, entonces el calor total requerido esta dado por la siguiente ecuación mostrada a continuación:

$$Q_r = Q_{\text{cal mezcla}} + \Delta H_{rT} + Q_{\text{cal metal}}$$

La cantidad de calor requerida finalmente para la reacción de transesterificación completa involucra los siguientes factores:

El calor sensible viene dado por la ecuación que se muestra en la siguiente ecuación:

$$Q_{cal\ mezcla} = m_m C_{p_m} \Delta t_r$$

El calor específico de la mezcla ponderado de acuerdo a su ponderación en peso y dado por la ecuación;

$$C_{p_m} = X_A C_{p_{AC}} + X_E C_{p_E}$$

El calor específico del aceite se aproxima por convención al de un aceite mineral de 24 API = (1.93 kJ/kg),

El calor específico del etanol se selecciona según la tabla de calores específicos (Véase el Apéndice C).

$$C_{p_E} = 0.181(33.87 - 0.1726T + 3.49 * 10^{-4} T^2) \text{ kJ/kg K}$$

Entonces, con estos parámetros termodinámicos mostrados es posible calcular el $Q_{cal\ mezcla}$ para una mezcla determinada según la producción requerida, será cuestión de cada caso el cálculo respectivo.

4.10.1.3.2Control de Temperatura

El control de temperatura forma parte de los controles de variables más estrictos de este sistema, estableciendo de antemano que la operación segura del mismo establece el control permanente del equipo experimental por parte del operador.

En puntos anteriores se estableció que la reacción no deberá exceder jamás los 76°C, esta temperatura es seleccionada manualmente con dial que regula el termostato unido a la resistencia eléctrica, reflejándose este valor en el termómetro instalado en el reactor, el termómetro utilizado es uno de carátula de 3 pulgadas de diámetro.

En el caso no consentido que se llegue a temperaturas superiores a los 100°C de manera sostenida por periodos mayores a 25 minutos debido a un descuido del operador, o reacciones típicas de los elementos reactantes, la válvula de alivio se abrirá, dejando escapar los gases que se

generen como producto de la reacción evitando así un accidente.

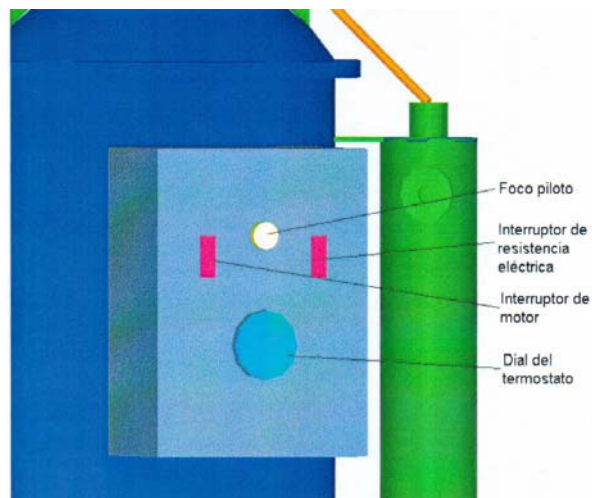


FIGURA 4.3
VISTA DEL SISTEMA DE CONTROL DE TEMPERATURA

4.10.1.4 Sistema de Agitación Mecánica

En el reactor experimental, motivo de análisis se decidió implementar un sistema de agitación diferente al de los convencionales que se encuentran en el mercado, con un motor reductor que alimenta a un sistema de impulsión mecánica unido a paletas agitadoras. Todos los reactores convencionales poseen una sola aspa o aleta, mientras que el agitador motivo de mi trabajo posee dos aletas, lo que genera un mayor volumen en contacto con las

mismas, que al estar en movimiento produce una mezcla más homogénea y una reducción de áreas muertas (sin agitación)

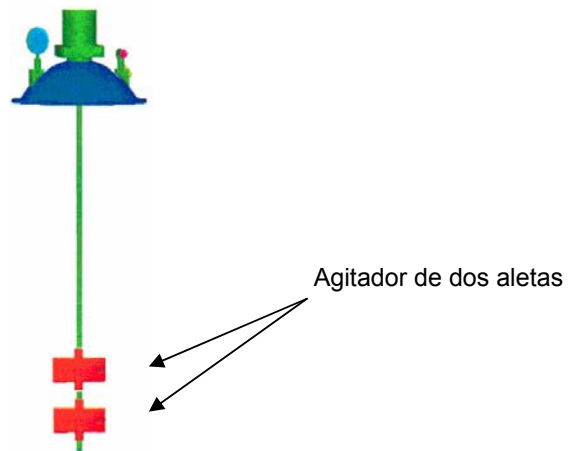


FIGURA 4.4
VISTA DEL SISTEMA DE AGITACIÓN MECÁNICA

4.10.1.4.1 Moto Reductor

El sistema de alimentación mecánica del reactor motivo de análisis se fundamenta en la selección de un pequeño sistema motor, moto-reductor colocado en la parte superior del reactor, este pequeño sistema provee de las revoluciones por minuto, requeridas para el proceso de mezclado, el mismo que debe ser estableciéndolo en un valor fijo de 650 RPM para todo el proceso, el motoreductor es alimentado con

corriente eléctrica alterna de 110V y con las características siguientes:

- Moto reductor Dayton para trabajo continuo
- 1/15HP
- Hasta 1580 RPM.
- 110 V
- 2.15 A
- Temperatura ambiental máxima de operación: 40°C

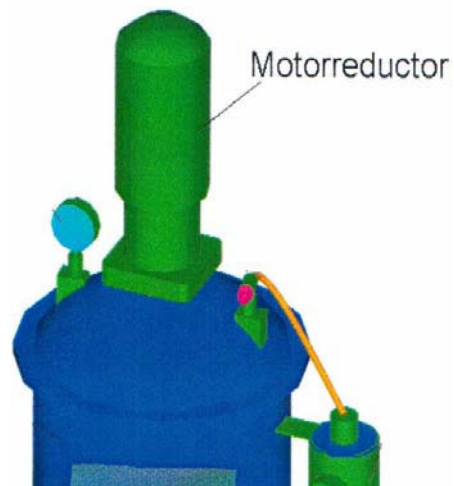


FIGURA 4.5

VISTA DEL MOTOREDUCTOR

4.10.1.4.2 Impulsor Mecánico

El impulsor mecánico, dentro del sistema es parte vital del mismo, ya que es el encargado de transmitir el

movimiento hacia las paletas o agitadores, se escogió el mismo acero AISI 304 para la elaboración de este transmisor de potencia directa al fluido, es recomendable lavarlo periódicamente luego de usarlo para evitar problemas como la corrosión

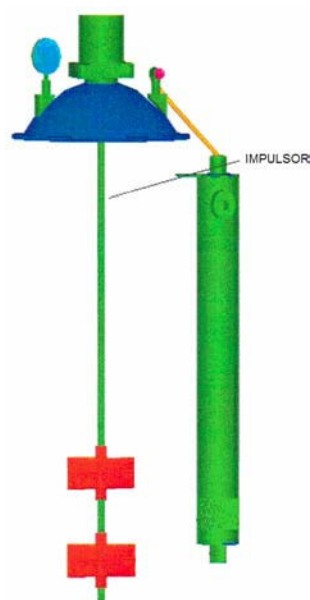


FIGURA 4.6
VISTA DEL IMPULSOR MECÁNICO

4.10.1.4.3 Potencia Consumida por el Impulsor

Es deseable que al interior del equipo de reacción el régimen de flujo dado por el agitador sea turbulento, esto se logra generalmente cuando el número de Reynolds (Re) es superior a 10.000; experimentalmente

se determinó que un buen grado de agitación y mezclado se obtiene con velocidades de agitación superiores a 600 RPM.

El cálculo de la potencia requerida por el motor para agitar al fluido, se hace eligiendo las condiciones más exigentes bajo las cuales puede operar el reactor a fin de asegurar que el motor entrega la potencia total requerida. Estas condiciones son: carga en relación estequiométrica de aceite MPG20, o en su defecto RBD y etanol (donde la viscosidad es mayor), temperatura de 50 °C para el cálculo de propiedades y 700 RPM.

Entonces se detallan a continuación, las ecuaciones con las que se puede calcular la potencia consumida por el impulsor mecánico.

$$Re_m = \frac{D_a^2 n \rho_m}{\mu_m}$$

$$\rho_m = (\rho_{AC} * X'_{AC}) + (\rho_E * X'_E)$$

$$\mu_m = (\mu_{AC} * X'_{AC}) + (\mu_E * X'_E)$$

Las propiedades para el aceite se definen por:

$$\mu_{AC} = 57.206 \text{EXP}(-0.0243 * t)$$

$$\rho_{AC} = -0.6821 * t + 926.94$$

Las propiedades del metanol se definen por:

$$\mu_E = 1.7788 \text{EXP}(-0.018 * t)$$

$$\rho_E = -0.8709 * t + 806.86$$

De las relaciones anteriores se obtienen los criterios para el cálculo de la potencia requerida para 50°C los mismos que se ilustran en la tabla a continuación:

TABLA 8
DATOS OBTENIDOS PARA EL CÁLCULO DE LA
POTENCIA CONSUMIDA

Reactivo	X` (frac. Vol.)	Densidad (Kg/m ³)	Viscosidad(Pa*s)
Aceite	0.84	892.84	0.017
Etanol	0.16	763.32	0.00072

Como ya se mencionó anteriormente, un número de Reynolds, superior a 10000 ofrece la turbulencia requerida para un buen grado de agitación.

Luego de esto, la forma para calcular la potencia consumida viene dada por la ecuación mostrada en la siguiente figura:

$$P = \frac{N_p \rho_m n^3 D_a^5}{g_c}$$

Donde N_p es un número empírico que básicamente viene dado por el número de Reynolds

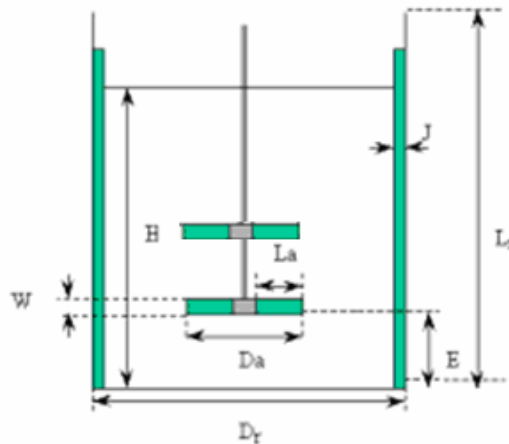
4.10.1.4.4 Agitador Mecánico

El material seleccionado para el agitador fue acero AISI 304 por las razones mencionadas en el numeral 4.1.1. Los patrones de agitación y la turbulencia en las etapas iniciales de la transesterificación deben ser tales que permitan una adecuada interacción de los reactantes, para esto, se escoge un impulsor tipo turbina abierta con dos aspas y ángulo de inclinación de 45° .

Esta configuración es útil cuando se desea realizar mezclas de sustancias inmiscibles o sólidas que precipitan, pues favorece un flujo tanto radial como axial que garantiza turbulencia y mezclado; adicionalmente el consumo de potencia para este tipo de agitadores es inferior al de otras configuraciones. Se descartan las turbinas de disco, pues

éstas interfieren con los flujos axiales que permiten el mezclado de las fases

Existe un criterio establecido por Mc.Cabe que se ilustra a continuación que permite la selección de la dimensión adecuada del agitador:



$$\frac{D_a}{D_r} = \frac{1}{3} \quad \frac{J}{D_r} = \frac{1}{12} \quad \frac{E}{D_a} = 1 \quad \frac{W}{D_a} = \frac{1}{5}$$

FIGURA 4.7
CRITERIO DE MC. CABE PARA EL CÁLCULO DE LAS
DIMENSIONES DEL AGITADOR

Dependiendo de las dimensiones del reactor, con el uso de las ecuaciones arriba mostradas, se establece las dimensiones de las aletas.

4.10.1.5 Control de Velocidad del Sistema

El sistema de agitación cuenta con un sistema de reducción de velocidad mecánico, con lo cual la velocidad nominal del conjunto motor motoreductor es de 650 RPM, la misma que se mantiene fija durante todo el proceso de transesterificación, si las condiciones del fluido lo permiten.

4.10.1.6 Control de Presión del Sistema

La presión de nuestro sistema es controlada en primer lugar por inspección visual, por el operador gracias al manómetro de aceite, colocado justo sobre la tapa del reactor, la presión es uno de los mas importantes indicadores del proceso, dado que de esta depende la eficiencia y seguridad del mismo, y está ligada directamente a la temperatura, otra variable de cuidado, esta no debe de sobrepasar de los 20 PSIG.

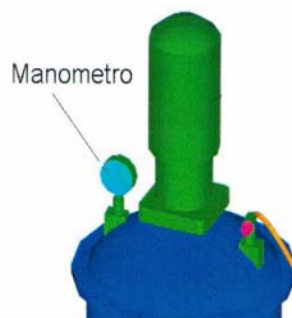


FIGURA 4.8
VISTA DEL PUNTO DE CONTROL DE PRESIÓN

4.10.1.7 Control de Nivel de Aceite

En esta parte como mecanismo de control se ha instalado un tubo de vidrio templado con una unión triple bridada, que permite visualizar el nivel de la mezcla reactante en litros, para obtener una aproximación del numero de litros aproximados presentes en el reactor, se vertió recurrentemente medidas de 5 litros y se identificó con un marcador indeleble los puntos de llenado, estableciendo incrementos de 5 litros, dado que para esta producción experimenta no se requiere mayor precisión.

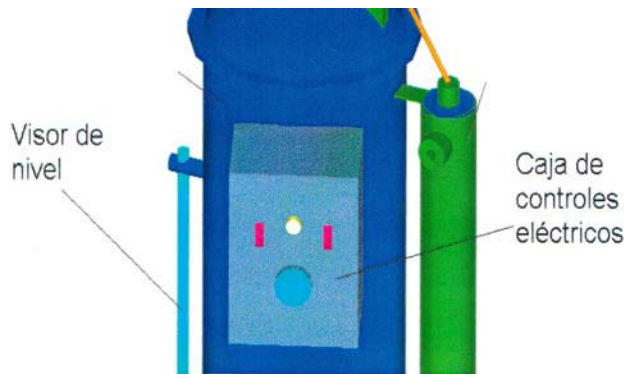


FIGURA 4.9
VISTA DEL PUNTO DE CONTROL DE NIVEL DE ACEITE

4.10.1.8 Sistema de Seguridad

El aspecto de seguridad es muy importante en sistemas que manejan reactivos volátiles y altamente combustibles como el metanol y los álcalis utilizados en este caso, por este motivo, además del control visual y auditivo que debe mantener el operador que en este caso particular no debe alejarse del equipo mientras dura el proceso, el reactor dispone de una válvula de alivio, a la cual se le hizo ensayos previos, determinando 18 PSIG, como presión de trabajo, luego de vencer este valor, en cualquier momento, hasta llegar a la presión de 20 PSIG, la válvula de seguridad colocada sobre la tapa del reactor, se abrirá, dejando escapar los gases, liberando así el sistema de la presión peligrosa. Según información proporcionada por el

constructor del reactor, el mismo está diseñado con un factor de seguridad de 2

Adicional a un sistema de seguridad, es necesario establecer que los factores presión y temperatura van de la mano en las consideraciones de seguridad y que en todas la juntas y acoples se debe colocar teflón para evitar fugas y asegurar las partes unidas y previamente por mayor seguridad. Es importante precautelar que todos los cierres y sellos del reactor sean herméticos en el proceso, en la gráfica se puede observar el tipo de válvula de seguridad, la cual debe ser testeada con el reactor operando en vacío, con agua, con restos de metanol y demás posibles combinaciones de casos, revisando su funcionamiento, luego de la activación de la válvula se deberá resetear la misma, tratando de seleccionar el tipo de válvulas que permita esto.



FIGURA 4.10
VÁLVULA DE SEGURIDAD

4.10.2 Sistema de Recuperación de condensado

El sistema de recuperación de metanol condensado y enfriamiento del sistema se construye utilizando un tubo de unos 76 mm (3 pulg), que puede ser de acero inoxidable o de PVC, si es que el tubo es de acero se le debe hacer un par de agujeros de $\frac{1}{2}$ pulg y se le suelda dos de uniones, a las cuales se les colocará una espiga para luego poder conectar la manguera por donde entrará y saldrá el agua de refrigeración, que a su vez por motivos económicos se escogió para almacenar el agua de enfriamiento, un tanque plástico cualquiera de entre 5 a 10 galones de capacidad, el cual contiene casi la mitad de agua con hielo para mejorar el proceso.



FIGURA 4.11
SISTEMA DE RECUPERACIÓN DE METANOL CONDENSADO

Para el caso del tubo, de ser éste de acero, los bordes se deben roscar, luego se prepara una tapa roscada también, con un agujero en el medio del diámetro exacto del exterior del tubo de cobre que se vaya a utilizar. En las tapas se prepara un sistema de retención para evitar la pérdida del agua, que se puede conseguir en las ferreterías.

Se calcula la distancia que habrá entre la salida del reactor y el condensador, se deja esa medida libre en el tubo de cobre y el resto se enrolla en un tubo de menor diámetro hasta llegar al largo del tubo de 3 pulg. donde irá colocado. El tubo enrollado se coloca dentro del tubo de acero de 3pulg. después se colocan las tapas y se aseguran al tubo de cobre con los retenes. Al tubo se le sueldan dos orejas para luego colocarlo en la base del

reactor, en el caso que me compete por maniobrabilidad y costos decidí usar un tubo de PVC.

Para el proceso de recuperación de condensado en base a enfriamiento se utiliza una bomba monofásica Mariolo con las siguientes características:

- Potencia: ½ HP
- L/min: 8/40
- Voltaje: 110V.
- Amperaje: 4.6 A.
- RPM max: 3400
- Tipo de servicio: continuo



FIGURA 4.12
BOMBA MONOFÁSICA PARA CIRCULACIÓN DEL AGUA DE
ENFRIAMIENTO

Una lista de los Sistemas Mecánicos del Reactor se muestra en el Apéndice D.

4.10.3 Sistemas Eléctricos

En el diseño de cualquier sistema se debe considerar el abastecimiento de energía para el funcionamiento de los diferentes elementos y equipos que constituyen en este caso, el equipo de transesterificación, el requerimiento de potencia está relacionado directamente con la dimensión del sistema, considerando esto y definiendo el punto de alimentación mas cercano, observamos que lo mas común es encontrar instalaciones eléctricas de 110V. a las cuales se conectarán el motor, motor-reductor, resistencias eléctricas, botoneras y demás, las mismas que enlisto la tabla a continuación:

TABLA 9
ELEMENTOS ELÉCTRICOS DEL SISTEMA

Elemento	Descripción
Motor Eléctrico	con variador, genera la potencia para el impulsor
Bomba de agua	Mantiene circulando el agua de enfriamiento y asiste en el proceso de recuperación de condensado
Termostato	Regula la temperatura de 0 a 90°C
Resistencia eléctrica: 100 W, 110V, 10A.	Monofásica, proporciona el calor
Fusibles	Protegen motor, resistencia
Botoneras	Accionan el arranque y parada del encendido y agitación
Caja de Metal	Encierra los circuitos del sistema
Interruptor para resistencia eléctrica	Elemento térmico que acciona el sistema de calentamiento
Contactares 30 A	Protegen la resistencia
Luz Piloto	Advierte del funcionamiento del sistema
Disyuntor (Breaker) 20 A	Protege las conexiones eléctricas de variaciones drásticas de voltaje

Es importante tener un sistema eléctrico adecuado y seguro, usando cables y accesorios que den garantía en la instalación, a fin de evitar posibles accidentes.

4.11 Manual de Operación del Reactor de Transesterificación

Una vez que se ha expuesto en detalle la forma como está constituido el reactor con todas sus partes más importantes, procedo ahora con este conocimiento previo a presentar el manual de operación del reactor experimental de transesterificación, que puede aplicarse de forma similar a cualquier otro reactor comercial, variando los parámetros dependiendo del nivel de producción requerido.

El proceso de producción de biodiesel se resume en un flujograma (Véase el Apéndice E), en base a ese proceso, se fundamenta el presente manual.

Describiré a continuación un resumen de los insumos utilizados en el proceso.

Aceite

El aceite es el principal insumo para la producción. Puede provenir de cualquier origen orgánico, sea animal o vegetal, incluso aceites residuales utilizados en la industria alimentaria obtenidos mediante

captura en trampas de grasa o directamente de los depósitos de cocción colocados en depósitos adecuados.

Sin embargo, de la calidad de este insumo dependerá la necesidad de un tratamiento previo con mayor o menor complejidad, lo que encarecerá el proceso, establezco como imposible, la elaboración de biodiésel a partir de aceites minerales como aceites lubricantes.



FIGURA 4.13
MUESTRA DE ACEITE DE HIGUERILLA EN UN BALÓN

Metanol

Para la operación del reactor se utiliza alcohol metílico o metanol con una pureza de 95%. El volumen necesario para la elaboración de biodiésel es de un aproximado del 15% ó 20% del volumen del total de aceite a procesar. Hay que tener mucho cuidado con esta sustancia ya

que es tóxica cuando se ingiere, se inhala o se contacta con la piel, es altamente inflamable y puede arder con llama incolora.

La manipulación de este tipo de insumos se debe hacer tomando todas las precauciones del caso. Es posible también utilizar alcohol etílico o etanol, siempre y cuando sea anhidro o tenga una pureza de 99.5%, se recomienda almacenarlo en un recipiente oscuro.



FIGURA 4.14
FRASCO CON METANOL

Catalizador

El catalizador a utilizar puede ser hidróxido de sodio (NaOH, soda cáustica) o hidróxido de potasio (KOH, potasa cáustica), de uso industrial, ya sea en escamas o en perlas. En este caso en particular se ha preferido el hidróxido de potasio en forma de escamas, pues presenta

notables ventajas al momento de disolverlo en el alcohol, favoreciendo una transformación más completa del aceite en biodiésel.

En el caso que se desee purificar la glicerina para algún otro uso posterior, se permite obtener un subproducto utilizable como fertilizante (fosfato de potasio); en caso de trabajar con grasas, la glicerina se mantiene en estado líquido al momento de enfriarse, mientras que el NaOH se solidifica y hace difícil su separación del biodiesel por decantación en el reactor.

La cantidad a aplicar de catalizador es dependiente de la acidez del aceite a tratar. Tanto el NaOH como el KOH son corrosivos para diversos materiales, y resultan irritantes para la piel y las mucosas, por este motivo el acero AISI 304, con su característica de inoxidable es el medio idóneo para la reacción.



FIGURA 4.15
MUESTRA DE HIDRÓXIDO DE POTASIO EN ESCAMAS

Agua

Se requiere agua corriente del caño para el lavado del biodiésel. El efluente que resulta de este lavado es de naturaleza alcalina con un alto contenido de jabones, grasas y trazas de metanol.

Energía

Se necesita energía eléctrica monofásica (110V-120V) AC para poner en funcionamiento el motoreductor, resistencias eléctricas, bomba y todos los equipos eléctricos usados en la producción, de preferencia se recomienda tomas aterrizadas de energía, pueden ser utilizadas además, fuentes de 220V, dependiendo si los aparatos a conectar soportan esta variación.

Insumos optativos.

Si de acuerdo con las regulaciones nacionales, sean estas constitucionales, o normas, se hiciera necesario tratar el efluente antes de desecharlo por las vías convencionales, se recomiéndale uso de sulfato de magnesio como floculante. Además se puede utilizar trampas de grasa para separar las emulsiones formadas durante el proceso de purificación.

De la misma manera, para el proceso de neutralización y parcial purificación de la glicerina se requiere ácido fosfórico. Este ácido también es utilizado para facilitar y mejorar los resultados de la etapa de lavado

del biodiésel, aunque no es del todo imprescindible, solo tiende a mejorar los resultados.

Detalle del procedimiento de producción de biodiesel

Una vez descritos de manera rápida los insumos utilizados en el proceso de producción de biodiesel, procedo a detallar los pasos a seguir para la producción de este importante biocarburante.

Recepción de la materia prima

Como primer paso del procedimiento está la recepción de la materia prima, la misma que tal como se estableció en capítulos anteriores puede ser cualquier aceite, sea de origen vegetal o animal, aunque por motivos del proyecto para el cual se está desarrollando el presente tema de tesis, tomaré como base, el aceite de semilla de higuera o Ricinus Communis.

En este caso, el aceite que se recibe proviene de una empresa particular, la misma que lo entrega en condiciones optimas para la producción, de no ser este el caso, el aceite deberá ser filtrado por filtros gruesos y finos, tantas veces como sea necesario hasta que no queden partículas extrañas visibles al ojo humano, este proceso de filtrado se realiza con una bomba manual

El aceite debe ser recibido en depósitos plásticos o metálicos, de preferencia en volúmenes de máximo 20 litros para una fácil manipulación y transporte.

Es recomendable poseer un registro o bitácora de las cantidades, calidades y precios de los diferentes aceites utilizados para posteriormente realizar comparaciones entre los diferentes proveedores en factores como rendimiento y calidad del producto final, en este caso biodiesel.

No es el caso particular del presente proyecto, el uso de aceites usados o de desecho, pero en caso de utilizarlo se recomienda pasar el aceite a través de una malla metálica y un filtro grueso, lo cual sirve para separar las partículas gruesas que se encuentran en suspensión en el aceite, y se coloca el aceite filtrado al cilindro de almacenamiento.

Si el aceite es muy viscoso, el filtrado se facilita calentándolo ligeramente, los sólidos se almacenan en baldes para ser usado como compostaje o como alimento para animales.

Determinación de la humedad en el aceite

Se toma con un matraz, una muestra pequeña de aceite de no más de 500 ml., se coloca en una estufa eléctrica y se calienta la muestra hasta

alcanzar 100 °C. Si el aceite empieza a bullir, con un burbujeo, crepitar o crujir, esto es un indicador de presencia de agua; entonces se deberá secarlo antes de transformarlo en biodiesel.

Secado del aceite

En el caso de que exista humedad en el aceite es imprescindible en secado del mismo, este procedimiento es fácil de lograr con implementos de laboratorio, el secado del aceite se puede realizar de dos maneras:

- Se emplea un cilindro de 50 galones abierto. Se calienta hasta 90°C y se deja que concluya el proceso de burbujeo y crujido; es importante un cuidadoso control de la temperatura para evitar que se queme el aceite, se acidifique o se rancie. No se recomienda utilizar el secador de biodiesel ya que quedaría sucio con aceite; es preferible emplear un recipiente que tenga base cónica, con un desfogue en el centro del cono, con la finalidad de ir purgando el agua que se vaya separando del aceite cuando se calienta. Este mecanismo ahorra tiempo y energía.
- Empleando el mismo reactor de biodiesel, se calienta hasta aproximadamente 60 ó 70 °C y después se deja sedimentar. Por diferencia de densidades, el agua se depositará al fondo y se podrá

separar manualmente por la válvula de drenaje inferior. Después de esto, el aceite está listo para la transesterificación.

De entre las dos opciones presentadas, se recomienda la segunda, dado que no implica el uso de materiales, equipos o insumos adicionales a los que se utiliza en el proceso.

Determinación de la acidez

Este paso es bastante importante para saber qué cantidad de catalizador se necesita para la reacción. Se utiliza un equipo de laboratorio básico para medir pesos y volúmenes exactos.

Materiales necesarios:

- Equipo para titulación: bureta, soporte, vaso pequeño, matraz.
- Pipetas de 1 ml y 10 ml.
- Solución al 0.1% de KOH en agua destilada (1 gr de KOH diluido en 1 l de agua destilada).
- Fenolftaleína.
- Etanol.
- Muestra de aceite.

Procedimiento:

- Tomar 1 ml de muestra de aceite con la pipeta y ponerlo en el matraz.
- Diluir con 10 ml de etanol. Mezclar bien. Si no se diluye totalmente, calentar ligeramente.
- Aplicar 5 gotas de fenolftaleína y volver a mezclar.



FIGURA 4.16
SOLUCIÓN DE FENOLFTALEINA Y VASO PARA
MEDICIÓN DE PH

- Llenar la bureta con una solución de KOH al 0.1%.
- Dejar caer por goteo la solución de la bureta a la mezcla de aceite y metanol hasta que el color del contenido cambie a rosado, a este procedimiento se lo llama titulación.



FIGURA 4.17
REACCIÓN DE TITULACIÓN

- Anotar la cantidad gastada de KOH, a este valor se lo denominará X para cálculos posteriores.
- Repetir la prueba un mínimo de tres veces para asegurar que los resultados sean exactos.

Un método adicional para determinar la acidez, usando las mismas fracciones de reactivos, es midiendo por medio de la escala de colores, en un papel indicador, si se posee una tabla de colores, se podrá ver que un color verde azulado en el papel representa un PH de entre 8 y 9 (básico), valor ideal para la transesterificación del aceite

Objetivo y significado de la prueba

El objetivo de esta prueba es conocer principalmente la cantidad de insumos adecuada para la producción de biodiesel.

La cantidad X de KOH gastado en la titulación indica la acidez del aceite, causada por la presencia de ácidos grasos libres, liberados cuando reacciona en exceso. Este valor obtenido luego de la titulación es también la cantidad de catalizador que se necesita para neutralizar la acidez del aceite, la cual se expresa de esta manera: "X gramos de KOH / litro de aceite".

Si X resulta menor a 2 gr KOH/litro, entonces se puede hacer la transesterificación directamente. En este caso, la cantidad de catalizador a utilizar sería de $7+X$ por cada litro de aceite que se vaya a procesar.

Si en cambio, X resulta mayor a 2 gr KOH/litro, puede haber problemas de formación de jabones, lo cual interferiría en la producción de biodiesel. Se requerirá entonces neutralizar el aceite.

Neutralización del aceite

Se coloca el aceite en un recipiente grande, preferentemente de acero inoxidable, ya que los otros materiales pueden resultar corroídos con mucha rapidez, con elementos como el KOH o el NaOH.

Por cada litro de aceite que se vaya a procesar, se debe disolver X gramos de KOH en 20 ml de agua. Este procedimiento debe hacerse con sumo cuidado, utilizando guantes y lentes protectores, dado que el KOH es irritante y podría quemar las manos.

Cuando la solución esté completamente disuelta, se le agrega muy despacio y cuidadosamente el aceite, procurando remover constantemente, este proceso se deberá realizar entre dos personas como mínimo.

Como reacción inmediata a este procedimiento se podrá observar la aparición de pequeños grumos, los cuales son normales, estos son jabones producidos por la reacción del KOH con los ácidos grasos libres.

Después de que todo esté bien mezclado, se deberá filtrar nuevamente el aceite para separar el jabón que se formó.

Finalmente se debe volver a titular el aceite para observar si disminuyó la acidez. Si esta es menor a 2 gr KOH/litro, se procederá a la transesterificación.

Transesterificación

A partir de este momento comienza el proceso en si, de operación del reactor, se recomienda seguir de manera exacta los pasos enunciados en esta etapa.

- Asegurarse de que todas las válvulas de entrada y salida del reactor están cerradas.

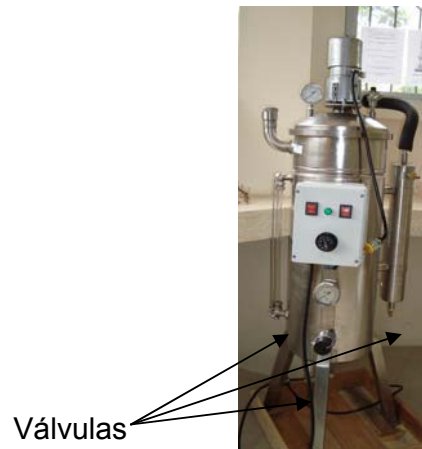


FIGURA 4.18
CONTROL DE CIERRE DE VÁLVULAS

- Retirar la tapa superior principal del reactor y transferir el aceite desde el tanque de almacenamiento hasta el reactor manualmente, este proceso si se realizar a mayor escala implica el uso de una bomba manual.



FIGURA 4.19
APERTURA DE TAPA Y LLENADO DE ACEITE

- Abrir la llave de paso que conecta al tanque con el tubo de cristal del visor y así observar el nivel de aceite del tanque. Completar el volumen requerido de aceite, observando en el tubo medidor de nivel, recordando que la capacidad segura del tanque es de 30 litros y que la proporción de los elementos de la reacción es de 3-1 (3 partes de aceite x 1 parte de reactivos = metanol + KOH titulados), es importante verificar que el aceite sobrepase el nivel de la resistencia para evitar inconvenientes como un calentamiento de vapores de aceite



FIGURA 4.20
OBSERVACIÓN DE NIVEL DE ACEITE

- Una vez lleno el reactor con la parte correspondiente de aceite, proceder a taparlo, sellar con la abrazadera de contorno, conectarlo a una toma de 110V AC polarizada y protegida por el disyuntor de 20 A y encender la resistencia eléctrica (calor) con el botón derecho, setear la temperatura con la perilla en 50°C, hasta calentar el aceite y que el termómetro de carátula registre.



FIGURA 4.21
CIERRE DE REACTOR Y PRECALENTAMIENTO DEL ACEITE

- Encender el sistema de agitación, para homogenizar la temperatura (botón izquierdo) y dejar el sistema operando, controlando periódicamente las variables presión y temperatura.
- Pesar en la balanza previamente tarada, la cantidad necesaria de Potasa Cáustica (KOH) para la reacción, medir la proporción adecuada de metanol en un elemento graduado, con el cual se definirá la proporción correcta de volumen de metanol.



FIGURA 4.22
MEDICIÓN DE REACTIVOS

- Mezclar en un deposito a parte, los reactivos, metanol + potasa cáustica (catalizador) para conseguir el metóxido, todo esto se deberá realizar en las proporciones calculadas con el método de la titulación, mencionado en este mismo capítulo en la sección neutralización.



FIGURA 4.23
MEZCLA DE REACTIVOS, OBTENCIÓN DE METÓXIDO

- Evitar respirar vapores del alcohol o la potasa, ni tocarlos con las manos, ya que ambos son dañinos, es obligatorio realizar este procedimiento con la protección completa de ojos, manos, boca y mucosa nasal, de preferencia dentro de una campana de extracción de gases.
- Evitar dejar la potasa cáustica en contacto con el aire mucho tiempo porque se humedece y carbonata, perdiendo su actividad catalítica.

- Registrar las cantidades de insumos utilizados (aceite, metanol y catalizador) y cualquier otro parámetro que afecte la reacción.
- Cuando el aceite llegue a los 50°C, se debe abrir la tapa que comunica el tubo curvo para ingreso de reactivos, con el tanque del reactor, verter el metóxido (preparado de metanol y potasa cáustica), luego de esto, cerrar la tapa del tubo inmediatamente, encender el sistema de agitación del reactor (motor+agitador mecánico), con agitación fija de 650 RPM, no olvidar usar las protecciones adecuadas, recomendadas para la mezcla de reactivos tóxicos.



Figura 4.24
ADICIÓN DEL METÓXIDO AL ACEITE PRECALENTADO

- Incrementar la temperatura de la reacción, regulando con la perilla del termostato, hasta un valor que oscile entre los 76°C. y 80°C



Figura 4.25
PERILLA DE REGULACIÓN DE TEMPERATURA DEL
TERMOSTATO

- Poner en funcionamiento el equipo de enfriamiento y recuperación de metanol condensado, conectar la manguera (común de jardín) a la salida lateral superior del reactor que llega al condensador, efecto que permitirá que gracias a la bomba, el agua de enfriamiento circule por el serpentín, no olvidar que se debe colocar hielo en el depósito que contiene el agua, para mejorar el proceso de enfriamiento.



FIGURA 4.26
PUESTA EN OPERACIÓN DEL SISTEMA DE RECUPERACION DE
CONDENSADO

- Dejar la mezcla en agitación por 1 hora manteniendo la temperatura constante.



FIGURA 4.27
REACTOR DE TRANSESTERIFICACIÓN EN OPERACIÓN

- Observar periódicamente las variables principales del proceso, como son presión y temperatura, en el manómetro y termómetro respectivamente, esto permitirá un manejo seguro del proceso.



FIGURA 4.28
REVISIÓN PERIÓDICA DE TEMPERATURA Y PRESIÓN

- Luego de cumplirse 1 hora de agitación, apagar el equipo y dejar reposar hasta el día siguiente (preferiblemente), aunque con 4 horas de reposo, es suficiente para tener una muestra representativa de biodiesel. En caso de hacer varios lotes (batchs) al día, pasar la mezcla utilizando una bomba.
- Luego del reposo, se habrán separado dos productos: el biodiésel (arriba) y la glicerina (abajo) por diferencia de densidades, entonces se deberá drenar primero la glicerina abriendo la válvula inferior, dejándola correr hasta que se comience a observar un fluido de una tonalidad distinta, se distingue a la glicerina por su color

característico que es marrón oscuro porque es bastante viscosa, al drenar y no forma espuma.

- En el proceso de drenaje de la glicerina, usar una máscara protectora para vapores y evitar respirar cualquier emanación, ya que la glicerina sigue conteniendo cantidades significativas de metanol. Es preciso utilizar guantes.
- Luego de que se produzca el cambio de tonalidad del fluido cuando el líquido se empieza a aclarar y hacer menos espeso, es que ya está saliendo una mezcla de glicerina y biodiésel. En este momento, se debe cerrar la válvula, esperar unos segundos a que el contenido del reactor se asiente y, luego, volver a abrirla ligeramente, para drenar lo último que quede de glicerina.
- Finalmente, extraer todo el resto del contenido del reactor que en definitiva es biodiesel, el cual puede ser sometido a otros procesos posteriores o post-tratamientos, para una mejor calidad del mismo, estos procesos no son objetivo de la presente tesis, pero aún así se detallan (Véase el Apéndice F)

4.12 Puesta en operación del Reactor experimental de Transesterificación.

La puesta en marcha del reactor y componentes adicionales está compuesta de una evaluación preliminar, donde se verifica el comportamiento de cada uno de los componentes de la misma, posteriormente se realiza una limpieza química de la tubería, acoples, revisión de hermeticidad y finalmente se lo pone en marcha para llevar a cabo el proceso experimental.

Para la limpieza de tubería acoples y equipos antes de iniciar la producción del reactor, se debe retirar la suciedad y contaminantes que puedan afectar la calidad del producto final. La limpieza se realiza por vía química en dos etapas: La primera, es un lavado con una solución ácida de decapado con propiedades desengrasantes, que retira grasas, polvo y óxido adherido a la superficie interna de la tubería y equipos; la segunda es un lavado con una solución alcalina que remueve la suciedad remanente y neutraliza la solución ácida.

La solución ácida es una mezcla de ácido clorhídrico, fosfórico, un inhibidor de corrosión que evita el ataque del hierro por parte del ácido clorhídrico y un tensoactivo que actúa como desengrasante; la solución básica es una mezcla de hidróxido de sodio, pasivador que retarda la corrosión del acero después de la limpieza y tensoactivo como

desengrasante. Además es importante considerar como ineludibles los siguientes aspectos.

Manejo de insumos químicos

Es de vital importancia, tomar en cuenta que se está trabajando con insumos químicos peligrosos: el metanol es altamente inflamable y tóxico por inhalación, ingestión y contacto; el KOH es corrosivo, irritante si se inhala el polvo y quema la piel si se toca. Por ello, la adecuada selección de ropa y equipamiento de seguridad, así como de los materiales que estarán en contacto con estos químicos, es fundamental.

Ropa y equipamiento de seguridad

Guantes: Se deberá emplear guantes de jebe (o de preferencia de nitrilo) todo el tiempo que se trabaje con metanol y con KOH o NaOH.

Enjuagar los guantes de jebe inmediatamente con abundante agua luego de manipular el KOH o NaOH, porque estas sustancias atacan el caucho.

Emplear guantes de cuero cuando se trabaje con superficies calientes.

Máscara: Usar máscara con respirador para gases orgánicos y para partículas. Utilizarla obligatoriamente cuando se trabaje con metanol y con KOH o NaOH.

Lentes protectores: Usar lentes de protección cuando se trabaje con metanol y con KOH o NaOH.

Mandil: Uso obligatorio todo el tiempo.

Botas: Usar botas de jebe.

Extintores: Se debe contar con extintores de espuma o de polvo seco en todo lugar donde se almacene y/o manipule metanol, aceite y biodiesel, o mezclas de ellos. Ubicarlos en lugares de fácil acceso y adecuadamente marcados.

Saco de arena: Como medida extra para casos de incendio, contar con un saco o barril lleno de arena en un lugar visible y adecuadamente marcado.

Ducha de emergencia: Contar con ducha de emergencia para casos de derrame o salpicadura con metanol o con soluciones concentradas de KOH, NaOH o ácidos.

Asimismo, contar con dispositivo de lavado de ojos para los mismos casos.

Compatibilidad de materiales

En el Apéndice G se presenta una relación de materiales comunes según su compatibilidad con las sustancias utilizadas en la producción de biodiesel.

Tener en cuenta este listado para fines de compra de repuestos y envases, modificación del sistema, entre otros.

Luego de conocer todo lo expuesto en este capítulo es segura la operación del reactor experimental para la producción de biodiesel utilizando aceites vegetales o animales.

Finalmente es importante recalcar los siguientes detalles respecto a la puesta en operación del sistema.

- El moto-reductor y la resistencia eléctrica trabajan de manera independiente.
- La válvula de seguridad está montada sobre una válvula de 3 vías y dos posiciones. Una posición para conectar directamente a la válvula de seguridad y la otra posición conecta al condensador para recuperación de componentes como el metanol principalmente, en esta operación la válvula de seguridad no está operativa, ya que la presión hace que los vapores pasen directamente al condensador.

- La válvula de seguridad está calibrada para abrirse a 20 PSIG, esto es como medida de protección que todo recipiente hermético y sometido a presión y calentamiento debe tener.
- El recuperador de metanol condensado lleva una manguera con aislante para evitar que los vapores que salen del tanque se condensen hasta llegar al condensador.

CAPÍTULO 5

5. RESULTADOS DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR

Luego de haber culminado de manera detallada el manual de puesta en marcha del Reactor Experimental para transesterificación de Aceite, es necesario resumir los resultados obtenidos en este proceso.

5.1. Caracterización del Producto Final mediante pruebas de laboratorio

En el presente punto de este trabajo de tesis, cabe mencionar que el biodiesel obtenido luego del proceso seguido en el capítulo anterior fue comparado mediante normas especialmente diseñadas para combustibles, las cuales se encuentran en el laboratorio de Hidrocarburos del Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales, el

Dr. Víctor del Rosario, proporcionó las normas específicas para estos análisis (INEN), las mismas que pueden ser observadas, mas adelante en el Apéndice H.

La American Society for Testing and Materials (ASTM) ha especificado para asegurar el correcto funcionamiento de los combustibles, distintas pruebas como las que se detallan a continuación:

Flash Point: Resulta importantísimo por los requerimientos legales en lo que respecta a la seguridad en el manejo y almacenamiento del mismo.

Punto de enturbiamiento (Cloud Point): Se define así el comportamiento del combustible en condiciones climáticas a baja temperatura reconociéndose los grados a partir de los cuales comienzan a formarse dentro del combustible, pequeños cristales.

Viscosidad: Para algunos motores la especificación de un mínimo de viscosidad que puede generarse debido a la pérdida de potencia por parte de la bomba inyectora y pérdidas de combustible en el inyector, puede llegar a ser un gran beneficio. Por cuestiones de diseño y tamaño de los motores, y las características propias del sistema de inyección resulta necesario un límite admisible máximo

que el del gas oil, por lo que las mezclas de este último con Biodiesel, reducen la viscosidad del mismo.

Sulfuros: Afectan principalmente a la performance de los sistemas de control de emisiones. Los efectos de la presencia de sulfuros pueden variar considerablemente dependiendo en gran medida de las condiciones de operación.

Cenizas Sulfatadas: La formación de cenizas puede presentarse en tres formas diferentes, estas son; Sólidos abrasivos, Jabones metálicos solubles y Catalizador remanente. Es importante rescatar que los sólidos abrasivos y el catalizador remanente pueden provocar un desgaste prematuro del inyector, la bomba inyectora, pistones y aros y la formación de depósitos en el motor.

Corrosión al Cobre: Es importante ya que indica la presencia de ácidos o contenido de sulfuros que puedan provocar corrosión en el motor.

Residuo Carbonoso: Es un indicador de la tendencia del combustible a formar depósitos de carbono.

Número ácido: Determina el nivel de ácidos grasos libres que se encuentran en el combustible. Los depósitos y la corrosión son evitables con la eliminación de los mismos.

Número de Cetanos: Para evaluar la calidad de ignición del combustible y la presencia de humos negros y rudeza de marcha, es imprescindible observar el número de cetanos que se requiera mayor o menor número de cetanos depende por un lado del diseño, tamaño, variación de carga y velocidad y por otro lado de las condiciones atmosféricas.

Glicerina libre: Un alto contenido de la misma dentro del combustible bloquea los inyectores y obstruye los conductos del mismo combustible.

Glicerina Total: Es una señal del total de glicerina en el combustible, tanto libre como no libre. Si su nivel es bajo, asegura que ha habido una alta conversión de aceites o grasas en esteres monoalquílicos. Si su nivel de mono (VWER), di- y triglicéridos es alto, puede bloquear los inyectores y afectar la performance en climas fríos.

Luego de conocer el significado de las pruebas y parámetros a medir para determinar la calidad de un combustible, es necesario advertir que habiéndose utilizado aceite de Higuierilla de un

proveedor local, para el proceso de transesterificación, el resultado obtenido para los parámetros analizados en hidrocarburos se muestra en la gráfica adjunta:

TABLA 10

PROPIEDADES DEL BIODIESEL DE HIGUERILLA

Análisis	B100	B60	B30	B15
Agua por Destilación, % por volumen	0.8	0.5	0.1	0.0
Cenizas, % por peso	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Color Saybolt	2.5	2.5	2.0	2.0
Corrosión Lámina Cobre	1A	1A	1A	1A
Destilación (T en °C)				
Punto Inicial de Ebullición	204.3	191.1	190.1	171.8
50% recobrado	333.3	327.2	319.1	299.8
90% recobrado	345.5	347.5	352.6	350.6
Punto Final de Ebullición	353.6	351.6	362.8	362.8
Densidad a 60°F (kg/m ³)	926.05	901.85	882.17	871.30
Índice de Cetano	38.0	45.0	49.0	50.5
Poder Calorífico, MJ/kg	37.52	40.0	42.95	44.2
Punto de Inflamación, °C	84.3	64.3	64.3	62.3
Punto de Fluidez, °C	-18.0	-12.0	-13.0	-18.0
Punto de Nube, °C	-4.0	4.0	3.0	2.0
Residuo Carbonoso, % por peso	<0.05	<0.1	<0.1	<0.1
Viscosidad Cinemática a 40 °C, mm ² /s	14.89	8.75	6.11	5.02

Estos valores son estándar para biodiesel proveniente de la higuierilla, se puede ver que se ha analizado con diferentes porcentajes de mezcla (biodiesel-diesel de petróleo), desde un 15% hasta un 100% que es el caso de países como Estados Unidos y varios de la Unión Europea y corresponden al análisis de cualquier

tipo de biodiesel producido con aceite de Higuera, que haya seguido los pasos enunciados en el manual.

Es importante resaltar las variaciones en las propiedades, existiendo ciertos parámetros que varían de manera casi drásticas y otros con cambios no tan grandes, los investigadores sabrán respecto al país de aplicación y según lo que diga la Norma local, cual es el porcentaje ideal de mezcla de biodiesel con Diesel de Petróleo, e incluso si es factible el uso del 100% de biodiesel en el tanque de combustible. No hay que olvidar que las condiciones atmosféricas de cada país definen los porcentajes adecuados de biodiesel.

Mas adelante, estos valores serán motivo de discusión al momento de compararlos con el natural competidor del Biodiesel, es decir el Diesel de petróleo

5.2. Comparación de las propiedades Físicas y Químicas del Biodiesel producido de diferentes tipos de oleaginosas con un diesel común de estación de servicio.

El patrón a seguir en el Ecuador para determinar las propiedades mas representativas de los Carburantes son las Normas INEN, en este caso, tratándose de hidrocarburos, las especificaciones de calidad y propiedades más importantes para el Diesel 2, según la Norma INEN, se ilustran en la tabla adjunta:

TABLA 11

ESPECIFICACIONES DE CALIDAD NORMA INEN PARA DIESEL DE PETRÓLEO

Análisis	Norma	Valor
Temperatura de Destilación (90°C)	NTE INEN 926	Max 360
Azufre (%peso)	NTE INEN 1490	Max 0,7
Cenizas (%peso)	NTE INEN 1492	Max. 0,01
Residuo Carbonoso sobre 10%	NTE INEN 1491	Max 0,15
Agua y sedimento (%Volumen)	NTE INEN 1494	Max 0,05
Punto de Inflamación (°C)	NTE INEN 1047	Min. 51
Corrosión de lámina de cobre	NTE INEN 927	Max N° 3
Viscosidad Cinemática a 37.8°C	NTE INEN 810	2,5 a 6
Índice de Cetano Calculado	NTE INEN 1495	Min. 45

Ahora que he mostrado las normativas nacionales que regulan los carburantes, en este caso específico para el Diesel 2, es evidente la diferencia de resultados en comparación con las normas ASTM que son tomadas como base internacional para el estudio y comercialización de los Biocombustibles, el detalle de los procedimientos químicos a seguir para los diferentes análisis de las propiedades y especificaciones del Diesel 2 según el INEN, se encuentra en el Apéndice H.

A continuación, en base a las normas ASTM, comparo los resultados del Biodiesel con el Diesel de Petróleo. (Diesel 2), común de estación de servicio.

TABLA 12
PROPIEDADES BIODIESEL DE HIGUERILLA Vs. DIESEL DE
PETRÓLEO

Análisis	B100	B60	B30	B15	B5	Diesel	Especificación ASTM D-975	
							Min.	Máx.
Agua por Destilación, % por volumen	0.8	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0	N/A (No Aplica)	
Cenizas, % por peso	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01		0.01
Color Saybolt	2.5	2.5	2.0	2.0	2.0	1.5		3.0
Corrosión Lámina Cobre	1A	1A	1A	1A	1A	1A		2.0
Destilación (T en °C)								
Punto Inicial de Ebullición	204.3	191.1	190.1	171.8	174.9	182.0	Reportar	
50% recobrado	333.3	327.2	319.1	299.8	298.8	297.8		300
90% recobrado	345.5	347.5	352.6	350.6	354.6	357.7		360
Punto Final de Ebullición	353.6	351.6	362.8	362.8	372.9	380.0		390
Densidad a 60°F (kg/m³)	926.05	901.85	882.17	871.30	868.63	865.97	Reportar	
Índice de Cetano	38.0	45.0	49.0	50.5	51.0	50.0	45	
Poder Calorífico, MJ/kg	37.52	40.0	42.95	44.2	45.01	45.43	N/A	
Punto de Inflamación, °C	84.3	64.3	64.3	62.3	62.3	62.3	52	
Punto de Fluidez, °C	-18.0	-12.0	-13.0	-18.0	-14.0	-14.0		4
Punto de Nube, °C	-4.0	4.0	3.0	2.0	1.0	1.0	N/A	
Residuo Carbonoso, % por peso	<0.05	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1		0.2
Viscosidad Cinemática a 40 °C, mm²/s	14.89	8.75	6.11	5.02	4.79	4.66	1.9	5.0

Es evidente que existe una diferencia radical, en su mayor parte para bien, entre el Diesel de Petróleo, y el Biodiesel, considerando que este último procede de una fuente ambientalmente sustentable, y es un recurso renovable, obviamente se observa que mientras menor es el porcentaje de biodiesel en la mezcla con Diesel de Petróleo, mas parecidos son ambos combustibles, en cambio que si se considera independencia total del derivado del Petróleo, se puede observar una gran reducción en emisiones de Carbono, aun cuando el poder calorífico del Biodiesel es inferior al del Diesel común, es meritorio conocer que en rendimiento, el biodiesel es mucho mejor y por sus bajos contenidos de azufre, mejora sin duda la vida de los elementos del motor expuestos al contacto con este combustible de origen orgánico.

Existen ya en el Ecuador, vehículos “Flex” que pueden recibir en sus tanques un combustible del tipo B15 (85% Diesel 2, 15% Biodiesel), si un mayor numero de ensambladoras de vehículos pusieran a disposición de los ecuatorianos, la tecnología Flex, la matriz energética del país cambiaría notablemente, con una reducción de hasta un 20% de emisiones de gases de efecto invernadero a la atmósfera.

A continuación ilustro los resultados obtenidos en los parámetros de calidad para el caso del Biodiesel de aceite de Palma bajo la norma ASTM

TABLA 13

PROPIEDADES Y ESPECIFICACIONES BIODIESEL DE PALMA

Parámetro	Unidades	Biodiésel de palma
Punto de inflamación	°C, mín.	154
Punto de escurrimiento	°C, máx.	n.d.
Agua y sedimentos	% vol, máx.	0,07
Carbón Conradson	% masa, máx.	0,41
Cenizas	% masa, máx.	0,006
Temperatura de destilación	al 90%, °C	343
Viscosidad cinemática a 40°C	cSt	4,0
Corrosión en lámina de cobre	máx.	n° 1A
Número de cetano	mín.	48,6
Azufre	% masa, máx.	n.d.
Poder calorífico bruto	kJ/kg	40 346
Poder calorífico neto	kJ/kg	39 054

En la siguiente figura, se pueden observar las propiedades del biodiesel proveniente de aceite de Jatropha Curcas o Piñón.

TABLA 14

**PROPIEDADES Y ESPECIFICACIONES BIODIESEL DE
JATROPHA CURCAS O PIÑÓN BAJO NORMA ASTM**

ASTM D-6751 Tests			
Property	ASTM Method	Limits	Units
Flash Point	93	130 min	Degree C
Water & Sediment	2709	0.05 max	Vol %
Carbon Residue (100% sample)	4530	0.05 max	Weight %
Sulfated Ash	874	0.02 max	Weight %
Kin. Viscosity, 40 C	445	1.9 — 6.0	mm ² / sec
Sulfur	5453	0.05 max	Weight %
Cetane	613	47 min	
Cloud Point	2500	By customer	Degree C
Copper Corrosion	130	# 3 max	
Acid Number	664	0.80 max	mg KOH/g
Free Glycerin	6854	0.020	Weight %
Total Glycerin	6854	0.240	Weight %
Phosphorous	4951	10 max	ppm
Distillation, T90 AET	1160	360 max	Degree C

Además de las propiedades como combustible, se caracterizó el biodiesel de Higuera mediante pruebas de Control Cromatográfico, arrojando el espectro de manchas mostrado en la figura 5.4.

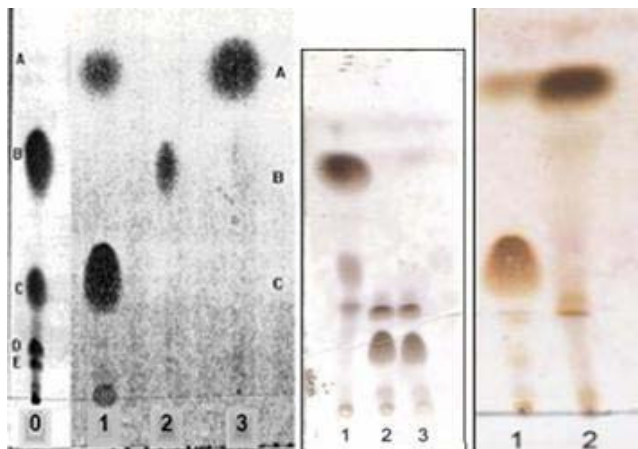


FIGURA 5.1
EXAMEN DE CONTROL CROMATOGRÁFICO DE ACEITE DE
HIGUERILLA

En el espectro de manchas cromatográficas se identifican los compuestos detallados en la tabla adjunta:

TABLA 15
COMPUESTOS ENCONTRADOS EN EL EXAMEN
CROMATOGRÁFICO DE BIODIESEL DE HIGUERILLA

Compuesto Identificado	Mancha Cromatográfica
Éster Metílico (EM)	A
Triglicérido (TG)	B
Ácido Graso (AG)	C
Diglicérido (DG)	D
Monoglicérido (MG)	E

Finalmente es útil observar que luego de las comparaciones, entre los diferentes tipos de biodiesel provenientes de variadas especies oleaginosas, resulta una opción muy buena para reemplazar al Diesel de Petróleo, incluso con el tipo B100, existen muchos reportes favorables en el Internet de usuarios de biodiesel en sus vehículos, que hablan de las virtudes del biodiesel B100 donde se afirma que la única diferencia con este biocombustible como situación anecdótica es que por el tubo del escape no hay emisiones de humo y solo se consigue un hedor parecido al proceso de freír papas.

5.3. Optimización del proceso de Producción de Biodiesel en el reactor experimental.

Como mencioné en los capítulos anteriores, el Instituto de Ciencias Químicas solicitó la construcción de un reactor para transesterificación de aceites, el mismo que fué fabricado por un constructor local, el mismo que se basó en ideas de reactores producidos en el exterior.

Por este motivo y debido a la ausencia de un procedimiento claro para la operación del mismo, se requirió analizar los procesos involucrados en la transesterificación para poner regulaciones prácticas apegadas a la realidad del reactor en mención, la mayoría de modificaciones fueron producto de experimentaciones y observación de cumplimiento de normas (Véase apéndice H), en base a lo mencionado, expongo las

modificaciones realizadas al reactor para la optimización del proceso en cuanto a rendimiento y seguridad.

Adición de una paleta al agitador

Al conocer por la literatura, que una de las desventajas en el proceso de transesterificación era el “espacio muerto” (parte del fluido sin agitar), se identificó la zona problemática (base combada del reactor), una vez conocido esto, se informo al constructor, sobre la necesidad de realizar una mejora al diseño original de 1 paleta agitadora, sugiriendo añadir una segunda paleta, cumpliendo el mismo criterio de Mc.Cabe ilustrado en el capítulo 4, además se sugirió extender el brazo impulsor 2.5 cm más que la longitud del diseño original, esta modificación se muestra en la figura adjunta.



FIGURA 5.2
ANTES Y DESPUÉS DE LA ADICIÓN DE 1 PALETA AL
IMPULSOR DEL REACTOR

Con esta adición se consigue una mejora en el proceso de transesterificación, al existir un mayor volumen de reactivos en agitación y una reducción en el “espacio muerto”.

Cambio de posición y revisión de la Válvula de seguridad.

En el modelo original del reactor motivo de análisis, se había localizado a la válvula de seguridad en la parte derecha de la tapa, junto a la manguera de paso de metanol condensado. Luego de una operación no adecuada del reactor, por parte de una persona no autorizada, que

desconocía el manejo del mismo se produjo un accidente que culminó con el sobrepaso de la presión máxima de 40 PSIG, sin la activación de la válvula de seguridad, llevando a la explosión y voladura de la tapa.

Esto conllevó a un análisis y se observaron algunas posibilidades para el fallo:

Un posible error en el diseño; al haberla colocado en un lugar cercano a la manguera por donde circulan los reactivos en transesterificación, además de tener una inclinación incorrecta, al colocarla de manera horizontal y no vertical como es común, inclusive no se excluyó un posible fallo de fábrica de la válvula de seguridad.

Por este motivo se sugirió al constructor del reactor, fabricar una nueva tapa, hacer cambio de conexiones, comprar una nueva válvula, realizar el cambio de posición e inclinación de la misma, tal como lo muestra la figura siguiente:



FIGURA 5.3
ANTES Y DESPUÉS DEL CAMBIO DE POSICIÓN E INCLINACIÓN
DE LA VÁLVULA DE SEGURIDAD

Luego de estos cambios en el diseño, se probó el reactor con las condiciones más extremas de funcionamiento, siendo estas: en vacío, con agua, con metanol puro (500 ml), con metóxido en varias proporciones de los reactivos hasta que las mezclas alcanzaron 100°C y a presiones superiores a los 40 PSIG.

En todos los casos en los que se sobrepaso el límite de 20 PSIG de presión, la válvula de seguridad, se activó, teniendo que ser reseteada luego de cada operación, con esto se comprobó que la válvula está en condiciones de operación y de ofrecer seguridad.

Para certificar la optimización del proceso de producción, se realizó una medición de Acidez, y Rendimiento de la reacción de transesterificación en el reactor modificado, para lo cual se adjunta un informe técnico, elaborado por el Químico Industrial Jonathan Castillo Calderón, investigador de la Universidad de Chile (Véase el Apéndice I), en el informe se muestran los resultados de transesterificación de aceite de Higuierilla y de Aceite usado de Frituras, observándose que el rendimiento para el aceite de higuierilla es del 98% (casi todo el aceite se transformó en biodiesel).

CAPÍTULO 6

7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones:

- El Biodiesel es un biocombustible que se produce a partir de una reacción química denominada transesterificación, partiendo de una base de materias primas agrícolas, y otras químicas, que van desde el aceite vegetal, hasta el metanol y Potasa Cáustica (KOH), es un recurso renovable, lo que garantiza un producto con una gran contribución al medio ambiente.
- Luego de realizar diferentes análisis, caracterizaciones y medición de eficiencia, se concluye que el biodiesel posee las mismas propiedades que el combustible diesel refinado de petróleo, pudiendo ser usado

sin ningún inconveniente en automóviles y demás vehículos con motores Diesel o turbodiesel particulares, camionetas, camiones, buses y demás vehículos de servicio público urbano y rural, maquinarias agrícolas, motores estacionarios de generadores, motores marinos, entre otros.

- El Biodiesel es más seguro que el Diesel de petróleo, resulta mucho menos inflamable y de menor impacto tóxico, es biodegradable, inocuo para el medio ambiente, es una fuente pura de energía renovable.
- El dióxido de carbono (CO_2) generado en la combustión es reabsorbido por las mismas plantaciones que posteriormente se usarán para la nueva fabricación del producto.
- Las mediciones demostraron que la emisión de monóxido de carbono (CO) en la combustión del biodiesel es 50% menor en comparación con diesel de petróleo, dado que el Biodiesel no contiene azufre, tampoco se produce la emisión del dióxido de azufre (SO_2).
- Con la producción de reactores de transesterificación y el montaje de industrias de producción de biocombustibles, se pueden generar fuentes de trabajo con inclusión de mano de obra nacional, una disminución drástica de los niveles de polución y un desahogo a la

economía nacional dependiente de los precios del petróleo que se caracterizan por variaciones que a veces resultan desconcertantes.

- Añadir una paleta extra e incrementar la longitud del impulsor del reactor de transesterificación genera una mejora en el proceso de producción dado que hay un mayor volumen del preparado en agitación y una reducción del espacio muerto.
- Con el cultivo de plantas oleaginosas no comestibles para producir aceite vegetal para su transformación en biodiesel se consigue la reactivación del sector agrícola, el interés de inversionistas extranjeros y la participación de profesionales ecuatorianos de múltiples áreas en asesoría a campesinos nacionales.

Recomendaciones:

- Es aconsejable seguir al pie de la letra los pasos establecidos en el manual, ya que un mal uso de los elementos o manipulación inadecuada mientras se produce la reacción puede producir graves consecuencias como la explosión del reactor, en el peor de los casos.
- Se recomienda estrictamente el uso de Acero Inoxidable AISI 304, para la construcción del reactor, pudiendo usarse otro de mejor calidad, dado que en el mercado se encuentran reactores con tanques

de plástico que no garantiza inocuidad en los procesos o durabilidad, exponiendo a los operadores a graves daños personales.

- Evitar el contacto de piel, ojos y mucosas, con los reactivos y productos presentes en la reacción tanto la Potasa Cáustica (KOH), metanol, glicerina, glicerol y aceite, pueden ser irritantes, por eso se recomienda el uso de mandil elementos de protección para ojos, manos, boca y nariz.
- Se recomienda realizar un lavado químico del reactor luego de cada operación, revisando que no queden restos de aceite, grasa u otros reactivos que podrían taponar cañerías o generar depósitos.
- El equipo deber ser parado cada 3 meses para una limpieza exhaustiva de cañerías y revisión de uniones para revisar el estado de las mismas, y verificar la hermeticidad del tanque.
- Mantener tapados los contenedores de los reactivos, ya que algunos por su volatilidad pueden evaporarse mientras que otros pueden adquirir humedad indeseable.
- Recordar que tanto la soda como la potasa cáustica y el metanol son considerados por las leyes ecuatorianas como precursores químicos, por ende tomar en consideración el tiempo y documentos necesarios

para el proceso de autorización de los organismos pertinentes como el CONSEP.

- En el caso de no conseguir Soda o Potasa cáustica, se recomienda el reemplazo de estos reactivos por lejía comercial, de la cual debe conocerse previamente la pureza, que debe ser superior al 98%, confirmando que aún así no se producen resultados óptimos de producción, solo utilizable de preferencia con fines didácticos.
- Se recomienda no utilizar aceites provenientes de especies vegetales oleaginosas comestibles, dado que puede existir una competencia innecesaria con los alimentos, situación que no es compatible con el concepto de preservación alimentaria, se prefiere el uso de aceite de Higuera y de Piñón, que son especies no alimenticias.

APÉNDICES

APÉNDICE A

PROCESO DE OBTENCIÓN EXPERIMENTAL DE ACEITE DE

HIGUERILLA POR EL MÉTODO SOXHLET

Proceso Experimental de Obtención de Aceite Vegetal con el método Soxhlet

Equipos Implementos y reactivos utilizados

Los equipos e a utilizar son los siguientes:

- Sistema extractor Soxhlet
- Balanza Analítica
- Papel Filtro o dedal de celulosa
- Baño Termoregulado
- Estufa de aire $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$
- Tamiz de malla de 1mm.
- Manto calefactor o rotavapor
- Material usual de laboratorio
- Pinzas
- Probeta graduada

Se utilizarán además los siguientes insumos y reactivos:

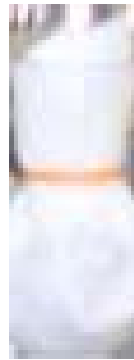
- Éter Etílico P.E. $40-60^{\circ}\text{C}$
- Éter de Petróleo P.E. $40-60^{\circ}\text{C}$
- Semillas oleaginosas

El método de extracción Soxhlet para obtener aceite vegetal con la finalidad de caracterizarlo y luego producir Biodiesel, se puede enunciar en los siguientes pasos:

1. Tarar la balanza electrónica



2. Pesar 10 gramos de semillas de oleaginosas, envolverlas en papel filtro grueso y atar con una tira de plástico



3. Medir 170ml de Éter con la probeta graduada



4. Armar el equipo Soxhlet colocando en el lugar indicado por la gráfica, el paquete de semillas envuelto en papel filtro y posteriormente verter el éter en el sistema



5. Encender la estufa, regulándola hasta 70°C de temperatura (temperaturas superiores implicarían evaporación excesiva de éter durante el proceso).



6. Observar el proceso por un periodo de 1 $\frac{1}{2}$ horas en promedio hasta que casi todo el éter se haya evaporado, se calcula necesario de 6 a 10 sifonadas para obtener aceite con una reducida cantidad de éter.
7. Verter la mezcla de aceite y éter en un balón para que por medio de decantación y evaporación finalmente obtener solamente aceite con un alto grado de pureza.

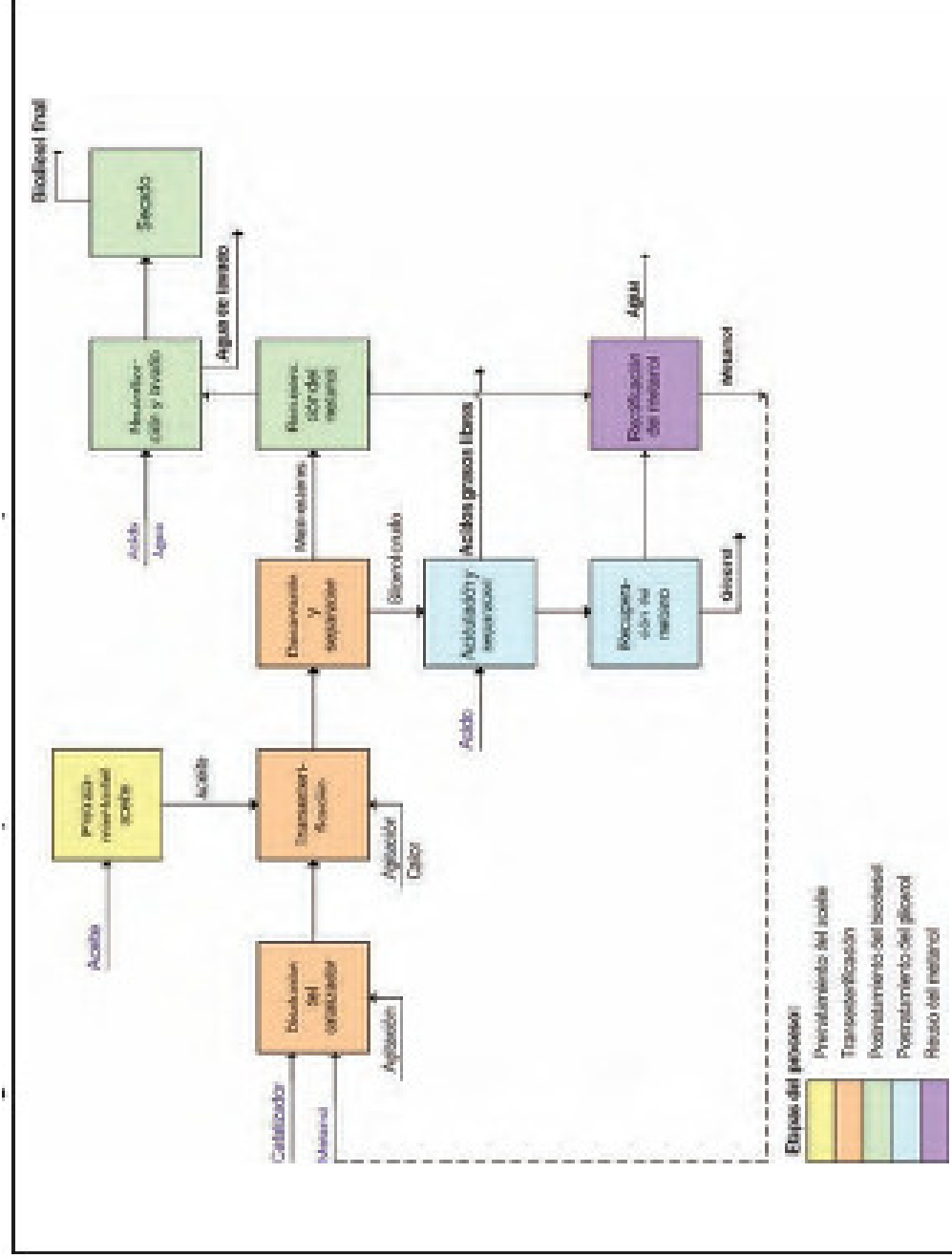


Debemos considerar que en el caso ilustrado, se trabajó con semillas de Higuierilla de varias procedencias y especies, obteniendo aceites de diferentes tonalidades y densidades, en la figura mostrada se ilustra la diferencia de tonalidad y densidad de los aceites, con variedades de Manta, Portoviejo y Jipi Japa



APÉNDICE B

PROCESO DE TRANSESTEIFICACIÓN ALCALINA



APÉNDICE C

TABLA DE CALORES ESPECÍFICOS DE VARIOS ELEMENTOS

Tabla de calores específicos de varios elementos

Sustancia	Fase	c_p (másico) kJ Kg^{-1} K^{-1}	c_p (molar) kJ mol^{-1} K^{-1}	c_v (molar) kJ mol^{-1} K^{-1}	Capacidad calorífica volumétrica $\text{J cm}^{-3} \text{K}^{-1}$
Gas monoatómico (Ideal)	gas		$\frac{5}{2}R = 20.8$	$\frac{3}{2}R = 12.5$	
Helio	gas	5,1932	20,8	12,5	
Argón	gas	0,5203	20,8	12,5	
Gas diatómico (Ideal)	gas		$\frac{7}{2}R = 29.1$	$\frac{5}{2}R = 20.8$	
Hidrógeno	gas	14,30	28,82	20,4	
Nitrógeno	gas	1,040	29,12	20,8	
Oxígeno	gas	0,918	29,4	21,1	
Aire (en condiciones típicas de habitación ^[3])	gas	1,012	29,19		
Aluminio	sólido	0,897	24,2		2,422
Amoniaco	líquido	4,700	80,08		3,263
Antimonio	sólido	0,207	25,2		1,386
Arsénico	sólido	0,328	24,6		1,878
Berilio	sólido	1,82	16,4		3,367
Cobre	sólido	0,385	24,47		3,45
Diamante	sólido	0,5091	6,115		1,782
Etanol	líquido	2,44	112		1,925
Gasolina	líquido	2,22	228		
Agua	gas (100 °C)	2,080	37,47	28,03	
Agua	líquido (25 °C)	4,1813	75,327	74,53	4,184
Agua	sólido (0 °C)	2,114	38,09		1,938
Todas las medidas son a 25 °C a menos que se indique lo contrario, Los mínimos y máximos notables se muestran en negrita.					

APÉNDICE D

SISTEMAS MECÁNICOS DEL REACTOR

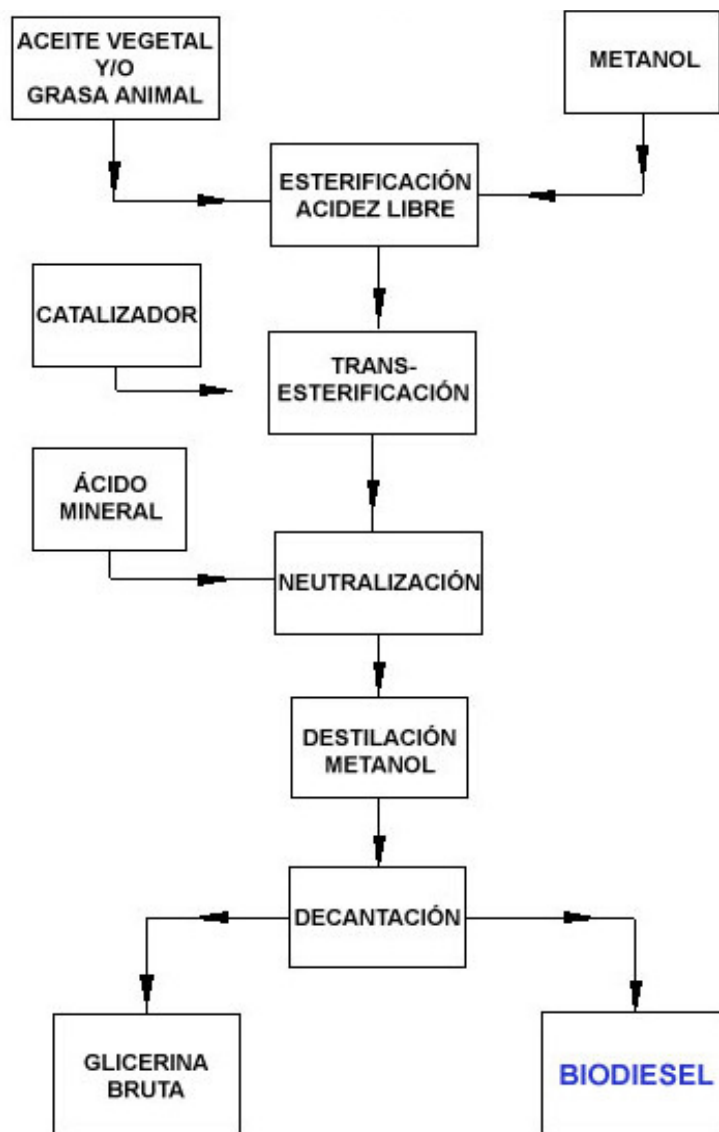
Sistemas Mecánicos del Reactor

Lista de los Sistemas Mecánicos del Reactor:

- Tanque Depósito Acero AISI 304, fondo y tapa combada
- Volumen total de almacenamiento del tanque: 50 litros
- Volumen de producción: 30 litros
- Tubo visor de vidrio con Φ 5/8 pulg, Long: 50cm con valvula triple que permite, visualización de muestra, drenaje y mantenimiento de nivel
- Abrazadera de acero AISI 304, cierra la tapa herméticamente
- Tubo curvo para entrada lateral de reactivos.
- Termómetro de Carátula Φ 3 pulg. T max 300°C
- Manómetro de carátula Φ 2 ½ pulg., P max 60Psig.
- Válvula de Seguridad de Acero Inoxidable
- Agitador, Potencia: 1/15 HP, 110V, 2A
- Condensador, recuperador de componentes con entrada y salida de agua ½ pulg. NPT, unido al tanque por una manguera aislada por caucho para evitar la condensación en el camino del metanol al reactor.

APÉNDICE E

PROCESO DE TRANSESTERIFICACIÓN CONVENCIONAL



APÉNDICE F

CONTROL DE CALIDAD DEL PROCESO DE TRANSESTERIFICACIÓN

Control de calidad del proceso de transesterificación

Para verificar que la transesterificación se haya realizado con éxito, se deben controlar dos puntos:

- Se debe observar una separación de fases marcada de biodiésel y glicerina. Si no hay separación, entonces no ha habido reacción. En este caso se debe evaluar cuál es el motivo de este problema.
- Observar que la prueba de lavado del biodiésel sea exitosa. La prueba de lavado consiste en tomar una pequeña muestra de biodiésel (100 a 200 ml), ponerla en una botella limpia de vidrio o plástico, agregar aproximadamente la misma cantidad de agua, agitar por 10 a 15 segundos hasta que el agua y el biodiésel se mezclen completamente, y dejar reposar por algunos segundos. Si se da una separación rápida de ambos líquidos (30 minutos aproximadamente), significa que el biodiésel es de buena calidad. Si se separan, pero entre ambas fases hay una capa de espuma o jabón, se puede continuar con el lavado de todo el lote añadiendo ácido fosfórico al agua para facilitar la separación, y se debe procurar mejorar el proceso de transesterificación. Si el agua y el biodiésel no se separan adecuadamente, sino que permanecen mezclados formando una emulsión lechosa, quiere decir que el proceso de transesterificación no ha sido completo.

Postratamiento del biodiésel (lavado, secado y filtrado)

Se realizarán tres lavados durante los tres días posteriores a la transesterificación. La metodología para cada lavado es la siguiente:

- Agregar 25 litros de agua al tanque de lavado al que previamente se ha transferido el biodiésel.
- Soltar la piedra aireadora hasta el fondo del tanque de lavado y conectar la bomba de aire con las mangueras destinadas a tal fin.
- Prender la bomba de aire y dejar funcionar por lo menos durante 6 horas.
- A última hora de la tarde o a primera hora del día siguiente desconectar la bomba de aire.
- Dejar reposar por varias horas hasta que el agua se asiente al fondo.
- Drenar el agua sucia por la válvula y desechar.
- Cuando se haya drenado toda el agua de lavado, volver a echar otros 25 litros de agua al tanque y conectar de nuevo la bomba de aire. En la tarde volver a desconectar.
- Al siguiente día drenar el agua, volver a echar 25 litros de agua limpia y conectar la bomba de aire. En la tarde volver a desconectar.
- Cuando se separa el agua de lavado, en algún momento empezará a salir una mezcla de biodiésel con agua, posiblemente en forma de emulsión (color blanco a amarillo lechoso). Colectar esta emulsión en un balde o recipiente aparte y dejar reposar por 2 a 3 días. Lentamente, se separará una capa de biodiésel en la parte superior.
- Recuperar este biodiésel y mezclarlo con el que se esté lavando. Desechar el agua con el jabón restante.

Secado

El secado se realizará una vez se hayan terminado los tres lavados y se haya dejado tiempo suficiente (mínimo 6 a 8 horas) para que el agua y el biodiésel se separen completamente. En este momento se transferirá el biodiésel al tanque usado para el secado por medio de una manguera conectada a la válvula de salida

- Primero verificar que salga biodiésel y no agua, y que el biodiésel esté relativamente transparente, no mezclado con agua.
- Si esto no es así, puede deberse a dos causas:
 - Demasiada agua en el tanque y por lo tanto aún estamos drenando la capa de agua en lugar de drenar la capa de biodiésel. En este caso, utilizando la válvula de salida, drenar un poco de agua de lavado (aprox. 5 litros) y descartar.
 - Una capa de emulsión, es decir mezcla de biodiésel con agua, que se produce por la presencia de impurezas. Esta emulsión (líquido de color lechoso, amarillento o blancuzco) se debe separar del biodiésel limpio. En este caso, drenar la emulsión en un balde por la válvula de purga, hasta que empiece a salir biodiésel limpio y dejar reposar durante unos días para que el biodiésel se vaya separando en la parte de arriba. Este biodiésel se recupera y el resto se puede descartar.
- Una vez que se tenga buen biodiésel saliendo por la válvula de salida, entonces habrá concluido el proceso.
- Después de realizar el lavado, se prende la resistencia eléctrica y se calienta el biodiésel manteniendo una temperatura constante

de 90 °C, evitando llegar a temperaturas mayores a 100 °C pues el biodiésel se degrada y acidifica. Mientras se va calentando, hay que purgar poco a poco el secador abriendo la válvula para eliminar el agua que se vaya acumulando en la base, con esta operación se ahorra tiempo y energía.

- El biodiésel estará totalmente seco cuando:
 - No se vea formación de burbujas ni se oigan crujidos del agua hirviendo.
 - El líquido esté totalmente translúcido (y se pueda ver el fondo). Si está un poco turbio, es que aún tiene agua o jabón.

Filtrado

- Luego del secado, el biodiésel se filtra para evitar todo tipo de impurezas.
- Asegurarse de que el biodiésel no esté demasiado caliente antes del filtrado (la temperatura no debe superar los 50 °C).
- Se abren todas las válvulas y se filtra el biodiésel utilizando una bomba una vez filtrado está listo para ser utilizado puro o mezclado con diésel de petróleo.

APÉNDICE G

TABLA DE COMPATIBILIDADES DE MATERIALES

Material	KOH	NaOH	Etanol	Metanol	Glicerina	Ácidos grasos	Aceite de soya	Ácido fosfórico	Ácido sulfúrico	Diésel 2
Acero inoxidable 316	Excelente	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Efecto severo	Efecto severo	Excelente
Acero inoxidable 304	Buena	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Excelente	Efecto severo	Regular	Excelente
Acero al carbono	Efecto severo	Efecto severo	Buena	Excelente	Excelente	Regular	Buena	Efecto severo	Efecto severo	Excelente
Hierro forjado	Buena	Efecto severo	Buena	Excelente	Excelente	Regular	Excelente	Efecto severo	Efecto severo	Excelente
Latón	Efecto severo	Efecto severo	Excelente	Excelente	Buena	Regular	N/A	Efecto severo	N/A	Excelente
Aluminio	Efecto severo	Efecto severo	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Regular	Efecto severo	Excelente
Bronce	Efecto severo	Efecto severo	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Buena	Excelente
Cobre	Buena	Buena	Excelente	Buena	Excelente	Efecto severo	N/A	Efecto severo	Efecto severo	Excelente
Titanio	Efecto severo	Buena	Excelente	Buena	Excelente	Buena	Excelente	Regular	Efecto severo	Buena
Grafito	Regular	N/A	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Regular	Excelente
Magneto cerámico	Excelente	N/A	N/A	Excelente	N/A	N/A	N/A	Regular	Excelente	N/A
PVC	Buena	Excelente	Regular	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Efecto severo	Excelente
CPVC	Excelente	Excelente	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Regular	Excelente
Polipropileno	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Regular	Excelente
Polietileno de baja densidad	Excelente	Efecto severo	Buena	Excelente	Excelente	Efecto severo	Excelente	Buena	Buena	Regular
Policarbonato	Efecto severo	Efecto severo	Buena	Buena	Excelente	Buena	N/A	Excelente	Efecto severo	Excelente
Poliuretano	Efecto severo	Buena	Efecto severo	Efecto severo	Efecto severo	Buena	Buena	Efecto severo	Efecto severo	Regular
Caucho natural	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Regular	Efecto severo	Buena	Efecto severo	Efecto severo
Nitrilo (Buna N)	Buena	Excelente	Regular	Excelente	Excelente	Buena	Excelente	Efecto severo	Regular	Excelente
Teflón ®	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente
Neopreno	Buena	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Regular	Regular	Buena	Efecto severo	Buena
Silicona	Regular	Excelente	Buena	Excelente	Excelente	Regular	Excelente	Efecto severo	Efecto severo	Efecto severo
PVDF (Kynar®)	Excelente	Efecto severo	N/A	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Excelente	Excelente
Epoxy	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Regular	Excelente
Nylon	Regular	Excelente	Excelente	Buena	Excelente	Excelente	Excelente	Buena	Efecto severo	Excelente
Viton®	Buena	Buena	Excelente	Regular	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente	Excelente

APÉNDICE H

NORMAS DE CALIDAD INEN PARA HIDROCARBUROS (DIESEL 2)

Especificaciones de Calidad - NORMAS INEN

PARAMETROS	METODO	ESPECIF.	PARAMETROS	METODO	ESPECIF.
SPRAY OIL (ACEITE AGRICOLA) - NTE INEN 2147:99					
D RELATIVA A 15.6°C/15.6°C	ASTM D-1298	0.83 - 0.90	TEMPERATURA DE DESTILACION (90%)	NTE INEN 926	Max 288
DAD CINEMATICA A 37.8°C (cSt)	NTE INEN 810	8.8 - 22.5	AZUFRE (%PESO)	NTE INEN 1490	Max 0.3
IE ESCURRIMIENTO (°C)	NTE INEN 1982	Max 15	CENIZAS (%PESO)	NTE INEN 1492	Max 0.01
IE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 1493	Min 115°C	RES. CARBON SOBRE EL 10% DEL R (%PESO)	NTE INEN 1491	Max 0.15
ACION AL 5%	NTE INEN 926	Max 310	AGUA Y SEDIMENTO (%VOL)	NTE INEN 1494	Max 0.05
ACION AL 50%	NTE INEN 926	Min 325	PUNTO DE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 1047	Min 40
ACION AL 90%	NTE INEN 926	Min 357	CORROSION LAM COBRE	NTE INEN 927	Max No 2
TOTAL (mg KOI/g)	ASTM D 974	Max 0.15	VISCOSIDAD CINEMATICA A 37.8 °C (cSt)	NTE INEN 810	1.3 a 3.0
SULFONARIOS (%VOL)	ASTM D-483	Min 65	INDICE DE CETANO CALCULADO	INEN 1495	Min 40
(%PESO)	NTE INEN 1490	Max 0.75	SPRAY OIL DIESEL TIPO 2 - NTE INEN 1489:99		
IDO DE AROMATICOS (%VOL)	NTE INEN 2146	Max 35	TEMPERATURA DESTILACION 90% (°C)	NTE INEN 926	Max 350
ALTOS DILUIDOS GRADO I (RC-250) - NTE INEN 2061:96					
IE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 808	Min 27	AZUFRE (%PESO)	NTE INEN 1490	Max 0.7
DAD SAYBOLT FUROL A 60°C (SSF)	NTE INEN 1981	125-250	CENIZAS (%PESO)	NTE INEN 1492	Max 0.01
DAD CINEMATICA A 60°C (cSt)	ASTM D 2170	250 a 500	RESIDUO CARBONOSO SOBRE EL 10%	NTE INEN 1491	Max 0.15
ACION	NTE INEN 921		AGUA Y SEDIMENTO (%VOL)	NTE INEN 1494	Max 0.05
ADO A 225 (°C)	NTE INEN 921	Min 35	PUNTO DE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 1047	Min 51
DO A 260 (°C)	NTE INEN 921	Min 60	CORROSION LAM COBRE	NTE INEN 927	Max No 3
DO A 315 (°C)	NTE INEN 921	Min 80	VISCOSIDAD CINEMATICA A 37.8 °C (Cst)	NTE INEN 810	2.5 a 6
DO A 360°C (%VOL)		Min 65	INDICE DE CETANO CALCULADO	NTE INEN 1495	Min 45
ACION A 25 °C (1/10 mm)	NTE INEN 918	80 a 120	SPRAY OIL DIESEL PREMIUM - NTE INEN 1489:99		
UDAD A 25°C (cm)	NTE INEN 916	Min 100	TEMP. DE DESTILACION AL 90% (°C)	NTE INEN	Max 360
IDAD DE AGUA (%PESO)	ASTM D - 95	Max 0.2	AZUFRE (%PESO)	NTE INEN 1490	Max 0.05
IDAD EN TRICLOROETILENO (% V)	NTE INEN 915	Min 99	CENIZAS (%PESO)	INEN 1492	Max 0.01
EMENTO ASFALTICO GRADO II (60-70) - NTE INEN 2060:96					
ACION A 25 °C, 100g, 5s (1/10 mm)	NTE INEN 917	60 - 70	RESIDUO CARBONOSO SOBRE EL 10%	NTE INEN 1491	Max 0.15
DAD A 135°C			AGUA Y SEDIMENTO (%VOL)	NTE INEN 1494	Max 0.05
T-FUROL	NTE INEN 1831	Min 100	PUNTO DE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 1047	Min 51
ICA	NTE INEN 810	Min 200	CORROSION LAM COBRE	NTE INEN 927	Max No 3
IE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 808	Min 232	VISCOSIDAD A 37.8 °C (Cst)	NTE INEN 810	2.5 a 6
DAD A 25°C y 5 cm/min (cm)	NTE INEN 916	Min 100	INDICE DE CETANO CALCULADO	NTE INEN 1495	Min 45
IDAD EN TRICLOROETILENO (% m/m)	NTE INEN 915	Min 99	SPRAY OIL OLIVIANO TIPO 4A - NTE INEN 1983:2002		
DE MASA POR CALENT (%m/m)	NTE INEN 924	Max 0.8	PUNTO DE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 1493	Min 60
ACION (%DEL ORIGINAL) (%m/m)	NTE INEN 918	Min 54	PUNTO DE ESCURRIMIENTO (°C)	NTE INEN 1982	Max 12
DAD A 25°C, 5cm/min (cm)	NTE INEN 916	Min 50	CONTENIDO DE CENIZAS (%PESO)	NTE INEN 1492	Max 0.1
EMENTO ASFALTICO GRADO III (85-100) - NTE INEN 2060:96					
ACION A 25 °C, 100g, 5s (1/10 mm)	NTE INEN 917	85 - 100	CONT. AGUA Y SEDIMENTO (%VOL)	NTE INEN 1494	Max 0.5
135°C SAYBOLT-FUROL (SSF)	NTE INEN 1831	Min 85	VISCOSIDAD CINEMATICA A 50°C (cSt)	NTE INEN 810	400 - 510
35°C CINEMATICA (cSt)	NTE INEN 810	Min 170	VISCOSIDAD REDWOOD a 37.78°C (RW1)	NTE INEN 1981	3820 - 5030
IE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 808	Min 232	VISCOSIDAD SSF A 50°C (SSF)	NTE INEN 1981	188.8 - 241
DAD A 25°C y 5 cm/min (cm)	NTE INEN 916	Min 100	CONT. AZUFRE (%P)	NTE INEN 1049	Max 1.5
IDAD EN TRICLOROETILENO (%m/m)	NTE INEN 915	Min 99	SPRAY OIL OLIVIANO TIPO B - NTE INEN 1983:2002		
A DE MASA POR CALENT (%m/m)	NTE INEN 924	Max 1.0	PUNTO DE INFLAMACION (°C)	NTE INEN 1493	Min 60
OS EN EL RESIDUO			PUNTO DE ESCURRIMIENTO (°C)	NTE INEN 1982	Max 10
ACION (%DEL ORIGINAL) (%m/m)	NTE INEN 918	Min 50	CONTENIDO DE CENIZAS (%PESO)	NTE INEN 1492	Max 0.2
DAD A 25°C, 5cm/min (cm)	NTE INEN 916	Min 75	AGUA Y SEDIMENTO (%VOL)	NTE INEN 1494	Max 1.0
IMBUSTIBLE MOTORES DE 2 TIEMPOS - NTE INEN 2223:99					
DO DE DESTILACION			VISCOSIDAD CINEMATICA A 50°C (cSt)	NTE INEN 810	420 a 510
	NTE INEN 926	Max 80	VISCOSIDAD REDWOOD a 37.78°C (RW1)	NTE INEN 1981	4040-5030
	NTE INEN 926	Max 120	VISCOSIDAD SSF A 50°C (SSF)	NTE INEN 1981	198.2 - 241
	NTE INEN 926	Max 155	AZUFRE (%P)	NTE INEN 1049	Max 2.3
O (%V)	NTE INEN 926	Max 3			
N VAPOR REID (kPa)	NTE INEN 928	Max 32			
ACION LAMINA DE COBRE	NTE INEN 927	Max No 1A			
IDO DE AZUFRE (%PESO)	NTE INEN 929	Max 0.3			

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, Casilla 3399 - Baquería 454 y Ave. 6 de Diciembre - Quito-Ecuador - Prohibida la reproducción

Norma Ecuatoriana Obligatoria	PRODUCTOS DE PETRÓLEO. DETERMINACIÓN DE LOS PUNTOS DE INFLAMACIÓN Y COMBUSTIÓN EN VASO ABIERTO CLEVELAND.	PE 01.04.327 C 2 INEN 808 1986-11
12/8/97 1. OBJETO 1.1 Esta norma establece el método para determinar los puntos de inflamación y combustión de todos los productos de petróleo, excepto los aceites combustibles (fuel oils) y aquellos productos que tengan un punto de inflamación, en vaso abierto, inferior a 79°C. 2. RESUMEN DEL MÉTODO 2.1 La muestra que debe ensayarse se coloca en un vaso, calentándola al principio rápidamente y, luego, al acercarnos al punto de inflamación, con un aumento de temperatura lento y constante. 2.2 A intervalos determinados, se pasa una pequeña llama sobre el vaso de ensayo, tomándose como punto de inflamación la temperatura a la cual los vapores emitidos por la muestra se inflaman por primera vez. 2.3 Continuando el ensayo, se toma como punto de combustión la temperatura a la cual se produce la combustión de los vapores, por lo menos, durante 5 segundos. 3. INSTRUMENTAL 3.1 Aparato Cleveland de vaso abierto. Descrito en el Anexo A. 3.2 Termómetro. Descrito en el Anexo A. 4. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO 4.1 Preparación del aparato 4.1.1 Colocar el aparato sobre una mesa firme de un laboratorio que no tenga corrientes de aire, protegiendo la parte superior del mismo de la luz intensa, con el objeto de apreciar fácilmente el punto de inflamación (ver nota 1). 4.1.2 Si la muestra desprende vapores molestos, efectuar el ensayo en una campana, utilizando una pantalla de protección, para evitar corrientes de aire sobre el vaso Cleveland, durante los 50°C que preceden al punto de inflamación. NOTA 1. Evitar cualquier perturbación en los vapores emitidos por la muestra durante los 17°C que preceden al punto de inflamación, perturbación que puede producirse, incluso, por la respiración o movimiento brusco del operador.		

INSTITUTO ECUATORIANO
DE NORMALIZACIÓN
BIBLIOTECA

[Continúa]

4.2 Lavado del vaso. Limpiar el vaso con un disolvente adecuado, eliminando las gomas, depósitos carbonosos y óxidos del interior del vaso, con un paño de lana de acero, hasta lograr una superficie metálica brillante.

4.3 Posición del termómetro. Suspender el termómetro verticalmente, de manera que el fondo del bulbo quede a 6,4 mm del fondo del vaso y encima de un punto equidistante entre el centro y la pared interna del vaso. La línea de inmersión grabada en el termómetro debe quedar a 2 mm por debajo del borde superior del vaso.

4.4 Procedimiento

4.4.1 Colocar la muestra que va a ensayarse en el vaso Cleveland, de manera que la parte superior del menisco llegue justamente a la línea marcada en él (ver nota 2).

4.4.2 Si la muestra es viscosa, calentarla previamente hasta que se encuentre lo suficientemente fluida, sin que la temperatura exceda los 56°C inferiores al punto de inflamación supuesto.

4.4.3 Encender el mechero de ensayo y ajustar el tamaño de la llama a un diámetro de $4,0 \pm 0,8$ mm, por comparación con la pequeña bolita que, a veces, contiene el aparato.

4.4.4 Calentar el vaso para que la temperatura de la muestra aumente $15 \pm 1^\circ\text{C}$ por minuto. Cuando la temperatura de la muestra es aproximadamente 56°C bajo el punto de inflamación esperado, disminuir la velocidad de incremento de la temperatura, de manera que durante los 28°C que preceden al probable punto de inflamación, la velocidad de calentamiento sea de $5,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$ por minuto.

4.4.5 A partir de los 28°C bajo el punto de inflamación esperado, aplicar la llama de ensayo cada 2°C de aumento de la temperatura.

4.4.6 Aplicación de la llama. Mover la llama sobre el vaso Cleveland pasando sobre el centro del mismo, de manera que su trayectoria forme ángulo recto con el diámetro del vaso que pasa por el eje del termómetro. El movimiento de la llama debe ser uniforme y continuo, siguiendo una línea recta o una circunferencia de radio en un plano situado máximo 2 mm sobre el borde superior del vaso. El tiempo en que la llama debe cruzar el vaso será, aproximadamente, de 1 segundo y el movimiento de esta llama puede hacerse a mano o mediante algún dispositivo automático (ver nota 3).

4.4.7 Registrar, como "punto de inflamación", la temperatura leída en el termómetro en el momento en que aparece una llamarada en cualquier punto de la superficie de la muestra, que no debe confundirse con un halo azulado que algunas veces rodea a la llama de ensayo.

NOTA 2. Si la cantidad de muestra colocada en el vaso resulta excesiva, eliminar el exceso con una pipeta. Si se ha vertido algo de la muestra sobre la parte exterior del aparato, vaciar este, limpiarlo y llenarlo de nuevo con la muestra. Es importante observar que la superficie de la muestra se encuentre libre de burbujas de aire.

NOTA 3. El primer movimiento de la llama sobre el vaso debe ser en un solo sentido y el próximo movimiento de aplicación de la llama será en sentido contrario.

(Continúa)

4.4.8 Para determinar el punto de combustión, iniciar el calentamiento, con un incremento en la temperatura de la muestra de 5 a 6°C por minuto, aplicar la flama de ensayo cada 2°C de aumento de temperatura.

4.4.9 Registrar, como "punto de combustión", la temperatura a la cual la muestra se combustiona y se mantiene así durante 5 segundos por lo menos.

5. CALCULOS

5.1 Observar y anotar la temperatura del punto de inflamación.

5.2 Observar y anotar la temperatura del punto de combustión.

5.3 Observar y anotar la presión barométrica que rige en el momento del ensayo.

5.4 Corrección del resultado. Si la presión barométrica fuera inferior a 0,972 kg/cm² (715 mm de Hg), se suman a los puntos de inflamación y combustión, obtenidos experimentalmente, las correcciones indicadas en la Tabla 1.

TABLA 1. Correcciones por presión barométrica.

Presión barométrica (kg/cm ²)	Presión barométrica (mm de Hg)	Corrección (°C)
0,972 a 0,904	715 a 665	2
0,943 a 0,829	664 a 610	4
0,828 a 0,748	609 a 550	6

INSTITUTO ECUATORIANO
DE NORMALIZACIÓN
BIBLIOTECA

6. ERRORES DE METODO

6.1 Precisión. Debe utilizarse el siguiente criterio para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95% de confiabilidad).

6.2 Repetibilidad. Los resultados obtenidos por un mismo operador, en un mismo equipo, no deben diferir en más de los valores indicados en la Tabla 2.

6.3 Reproducibilidad. Los resultados suministrados por dos laboratorios diferentes sobre una misma muestra no deben diferir en más de los valores indicados en la Tabla 2.

(Continúa)

TABLA 2. Precisión.

	Repetibilidad	Reproducibilidad
Punto de inflamación	8°C	16°C
Punto de combustión	8°C	14°C

7. INFORME DE RESULTADOS

7.1 En el informe, deben indicarse el punto de inflamación y el de combustión corregidos, en grados Celsius.

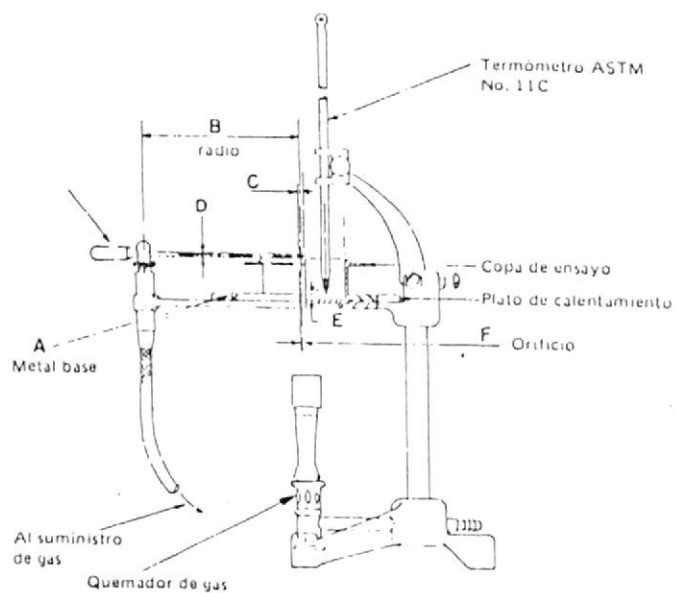
7.2 En el informe de resultados, deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

7.3 Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)



CIB-ESPOL



	mm.	max.
A — Diámetro	3,2	4,8
B — Radio	152	Nominal
C — Diámetro	1,6	Nominal
D —	—	2
E —	6	7
F — Diámetro	0,8	Nominal

FIGURA A.1 Aparato Cleveland
(todas las dimensiones en milímetros)

ANEXO A

A.1 Instrumental

A.1.1 *Aparato Cleveland.* Consta de las partes que se indican en la figura A.1.

A.1.1.1 *Vaso.* Conforme lo indicado en la figura A.2 puede construirse con un mango.

A.1.1.2 *Placa de calentamiento.* Con las dimensiones indicadas en la figura A.3, estará construida de latón, hierro o acero, provisto en su centro de una depresión plana para soportar el vaso y con una abertura centrada de 55 mm de diámetro. Una placa de asbesto duro de 69 mm de diámetro y de la misma forma que la placa de calentamiento cubrirá a ésta, excepto en la depresión plana que soporta el vaso. La placa de calentamiento puede ser redonda, cuadrada o de forma conveniente para que se acople el dispositivo para la llama de ensayo, el soporte del termómetro y la holita indicadora del tamaño de la llama de ensayo.

A.1.1.3 *Dispositivo de la llama de ensayo.* El mecanismo para la aplicación de la llama de ensayo debe ser de un tipo apropiado, pero se sugiere que la punta tenga aproximadamente 1,6 mm de diámetro y un orificio de 0,8 mm, también de diámetro.

A.1.1.4 *Calentador.* El calor puede aplicarse de cualquier fuente apropiada: mechero a gas o lámpara de alcohol, siempre que, bajo ninguna circunstancia, la llama de los productos de combustión se acerque a las paredes laterales del vaso. El calentador eléctrico controlado con un transformador de voltaje variable es más recomendable. La aplicación de calor se centrará bajo la abertura circular de la placa de calentamiento, evitando sobrecalentamientos locales. El calentador de llama puede protegerse de las corrientes de aire o de una excesiva radiación, empleando una pantalla de protección que no sobrepase la superficie de la placa de asbesto.

A.1.1.5 *Pantalla de protección.* De acuerdo a lo indicado en la figura A.4.

A.1.1.6 *Soporte del termómetro.* Cualquier dispositivo adecuado que nos permita mantener el termómetro en posición correcta durante el ensayo y la fácil remoción del mismo cuando el ensayo haya terminado.

A.1.1.7 *Soporte de la placa de calentamiento.* Cualquier dispositivo que mantenga la placa de calentamiento a la altura conveniente.

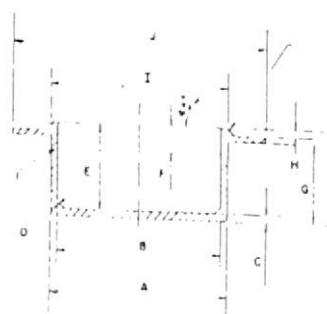
A.1.2 *Termómetro.* Con las características señaladas en la Tabla A.1.

Dist. 1.500 mm
D. 1.000 mm
E. 1.000 mm

TABLA A.1. Especificaciones del termómetro.

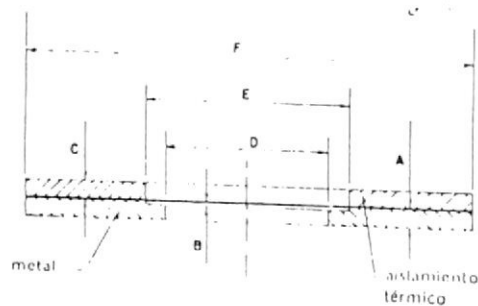
• Rango	- 6°C a 400°C
• Inmersión	25 mm
• Subdivisiones cada	2°C
• Líneas de graduación más largas cada	10°C
• Líneas de graduación numeradas cada	20°C
• Exactitud	* (a)
• Longitud total	308 ± 5 mm
• Diámetro	6 a 7 mm
• Longitud del bulbo	7,5 a 10 mm
• Diámetro del bulbo	4,5 a 6,0 mm
• Distancia del extremo inferior del bulbo a la graduación de 10°C	49 a 58 mm
• Distancia del extremo inferior del bulbo a la graduación de 360°C	237 a 254 mm

* (a) El error no debe exceder de 1°C hasta los 260°C y de 2°C sobre los 260°C



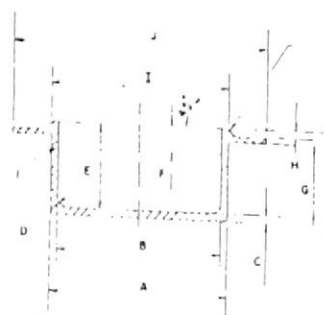
	min	máx.
A	67,5	69
B	63	64
C	7,8	3,5
D -- Radio	4	Nominal
E	32,5	34
F	9	10
G	31	32,5
H	7,8	3,5
I	67	70
J	97	100

FIGURA A.2 Vaso Cleveland
(todas las dimensiones en mm)



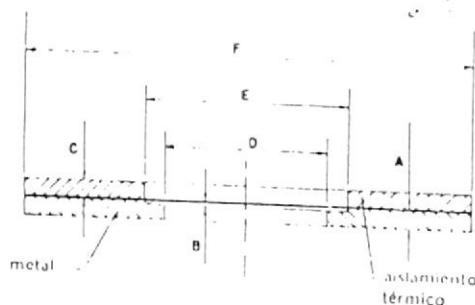
	min.	máx.
A	6	7
B	0,5	1,0
C	6	7
D -- Diámetro	55	56
E -- Diámetro	69,5	70,5
F -- Diámetro	146	159

FIGURA A.3 Placa de calentamiento
(todas las dimensiones en mm)



	min	máx.
A	67,5	69
B	63	64
C	2,8	3,5
D -- Radio	4	Nominal
E	32,5	34
F	9	10
G	31	32,5
H	2,8	3,5
I	67	70
J	97	100

FIGURA A.2 Vaso Cleveland
(todas las dimensiones en mm)



	min.	máx.
A	6	7
B	0,5	1,0
C	6	7
D -- Diámetro	55	56
E -- Diámetro	69,5	70,5
F -- Diámetro	146	159

FIGURA A.3 Placa de calentamiento
(todas las dimensiones en mm)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

Esta norma no requiere de otras para su aplicación.

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Designation ASTM D-92 *Flash and fire points by Cleveland open cup*. American Society for Testing and Materials, Filadelfia, 1984.

Norma UNE 51023. *Punto de inflamación y de combustión en vaso abierto Cleveland, de los productos petrolíferos*. Una Norma Española. Madrid, 1966.

INFORMACION COMPLEMENTARIA

La Dirección General, atendiendo a la necesidad de regular la calidad del combustible Diesel que se comercializa en el país, dispuso la elaboración de esta norma, habiéndose iniciado su estudio en 1978-02-06.

El proyecto fue sometido a consulta pública de 1980-02-29 a 1980-04-30 y se tomaron en cuenta las observaciones recibidas.

De acuerdo a los resultados de la consulta pública, se convocó al Subcomité Técnico para el estudio y discusión del proyecto, el mismo que fue aprobado en 1986-05-16.

Formaron parte del Subcomité Técnico las siguientes personas:

INTEGRANTES

ORGANIZACION REPRESENTADA

Ing. Ricardo Acero
Ing. Patricio Paredes
Ing. Carlos Fierro
Ing. Víctor Uguín
Ing. Gustavo Lozada
Ing. Stanley Moss
Ing. Marco Salvador
Ing. Aníbal Medina
Ing. Fernando Duque
Ing. Hernán Ayala
Dr. Manuel Rodríguez
Ing. Jorge Medina
Ing. Nelly Martínez
Sr. Ramón Borja Pareja

REFINERIA DE ESMERALDAS
CLPE
CLPE
REFINERIA ESMERALDAS
DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
RLPETROL
INSTITUTO NACIONAL DE ENERGIA
DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
INECEL
ESCUELA POLITECNICA NACIONAL
REFINERIA ANGLO
UNIVERSIDAD CENTRAL
UNIVERSIDAD CENTRAL
INEN

La Norma Técnica INEN 808 fue aprobada por el Consejo Directivo del Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, en sesión de 1986-11-27.

El señor Ministro de Industrias, Comercio, Integración y Pesca, autorizó y oficializó esta norma con el carácter de OBLIGATORIA, mediante Acuerdo Ministerial No. 15 de 1987-01-09, publicado en el Registro

Norma
Ecuatoriana
Obligatoria

PRODUCTOS DE PETRÓLEO.
DETERMINACIÓN DE VISCOSIDAD CINEMÁTICA
Y DINÁMICA EN LÍQUIDOS TRANSPARENTES Y OPACOS.

INEN 810
1986-11

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para la determinación de la viscosidad cinemática de los productos líquidos de petróleo, tanto transparentes como opacos.

1.2 La viscosidad dinámica puede obtenerse multiplicando la viscosidad cinemática obtenida por la densidad de la muestra.

2. ALCANCE

2.1 Esta norma está diseñada para aplicarse en líquidos en los que, por fines prácticos, el esfuerzo cortante y el coeficiente de corte se consideran proporcionales y el coeficiente de viscosidad es independiente del coeficiente de corte (ver nota 1).

2.2 Esta norma no puede aplicarse para determinar la viscosidad cinemática de los betunes.

3. TERMINOLOGÍA

INSTITUTO ECUATORIANO
DE NORMALIZACIÓN
BIBLIOTECA

3.1 Viscosidad cinemática. Es la relación entre la viscosidad y la densidad de la muestra, es una medida de la resistencia al flujo de un líquido bajo la acción de la gravedad. En el SI, la unidad de viscosidad cinemática es el metro cuadrado por segundo (ver nota 2).

3.2 Viscosidad dinámica (coeficiente de). Es la relación entre el esfuerzo cortante aplicado y el coeficiente de corte; es una medida de la resistencia al flujo de un líquido. En el SI, la unidad de viscosidad dinámica es el pascal por segundo (ver nota 3).

3.3 Líquido newtoniano. Es un líquido que tiene una viscosidad independiente del esfuerzo cortante o coeficiente cortante; si la relación del esfuerzo cortante y el coeficiente cortante no es constante, el líquido no es newtoniano.

NOTA 1. Este comportamiento ideal se denomina generalmente comportamiento de flujo newtoniano; si un líquido se aparta significativamente de este comportamiento, pueden obtenerse diferentes resultados con viscosímetros de diferentes diámetros capilares, en los cuales el coeficiente de corte será diferente.

NOTA 2. $1 \text{ mm}^2/\text{s} = 1 \text{ cSt}$
 $1 \text{ cSt} = 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

NOTA 3. $1 \text{ cP} = 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$

(Continúa)

4. RESUMEN DEL MÉTODO

4.1 Se mide el tiempo en segundos, que se demora el volumen fijo del líquido en fluir bajo la acción de la gravedad, a través del tubo capilar del viscosímetro calibrado a una temperatura cuidadosamente controlada.

4.2 La viscosidad cinemática es el producto del tiempo de flujo por la constante de calibración del viscosímetro.

5. INSTRUMENTAL

5.1 Viscosímetro. De tipo capilar, de cristal, calibrado y capaz de medir la viscosidad cinemática dentro de los límites de precisión señalados en el capítulo 9 (ver nota 4 y 5). En la Tabla A.1 se indica un listado de varios tipos de viscosímetros.

5.2 Sujetadores del viscosímetro. Que permita que el viscosímetro esté suspendido en posición vertical, comprobada mediante una plomada.

5.3 Termostato y baño del viscosímetro

5.3.1 Puede utilizarse cualquier baño termostático con líquido transparente siempre que sea lo suficientemente profundo, de modo que en ningún momento del ensayo alguna porción de la muestra en el viscosímetro se encuentre a menos de 20 mm bajo la superficie del líquido del baño o menos de 20 mm sobre el fondo del mismo.

5.3.2 El control de la temperatura debe ser tal, que para el rango comprendido entre 15 y 100°C, la temperatura del medio usado en el baño no varíe en más de 0,01°C en toda la extensión del viscosímetro; para temperaturas fuera de este rango, la variación no debe exceder de 0,03°C.

NOTA 4. El procedimiento para la calibración de los viscosímetros se indica en la Norma ISO 3105, hasta que exista la Norma Ecuatoriana correspondiente.

NOTA 5. La constante de calibración depende de la aceleración gravitacional en el lugar de calibración; por lo tanto, esta constante debe suministrar el laboratorio de calibración. Si la aceleración de la gravedad en el sitio de ensayo difiere en más del 0,1% de la aceleración de la gravedad en el laboratorio de calibración, la constante de calibración deberá corregirse con la siguiente ecuación:

$$C_2 = \frac{g^2}{g^1} C_1$$

Siendo:

C_2 = constante de calibración corregida,

g^2 = aceleración gravitacional en el laboratorio de ensayo,

g^1 = aceleración gravitacional en el laboratorio de calibración,

C_1 = constante de calibración suministrada por el laboratorio de calibración.

(Continúa)

5.4 Termómetro. Después de la corrección, pueden usarse termómetros calibrados (ver Tabla A.2) con una precisión de $0,02^{\circ}\text{C}$. Todas las lecturas y correcciones deben realizarse con aproximación al $0,01^{\circ}\text{C}$ más cercano.

5.5 Dispositivo para medir el tiempo. Puede usarse cualquier dispositivo para medir el tiempo de flujo, siempre que puedan tomarse lecturas con aproximación a 0,2 segundos y que tenga una precisión dentro de $\pm 0,07\%$, cuando se lo maneje a intervalos de 15 minutos.

6. CALIBRACION DEL INSTRUMENTAL

6.1 Calibración de los viscosímetros

6.1.1 Se usarán sólo viscosímetros calibrados con las constantes medidas y expresadas al $0,1\%$ más cercano a sus respectivos valores.

6.2 Calibración de los termómetros

6.2.1 Los termómetros calibrados deben chequearse al $0,01^{\circ}\text{C}$ más cercano, por comparación directa con un termómetro de referencia calibrado.

6.2.2 La precisión de los termómetros debe comprobarse en la inmersión total, es decir, inmersión hasta el tope de la columna de mercurio, con el resto del vástago y de la cámara de expansión expuestos a la temperatura ambiente (el bulbo de expansión no debe estar sumergido).

6.2.3 Es esencial que el punto de congelación de los termómetros se determine periódicamente y su corrección certificada se ajusta de modo que esté de acuerdo con cualquier cambio en el punto de congelación.

6.3 Medidores de tiempo

6.3.1 Para verificar la precisión de los dispositivos medidores de tiempo pueden usarse las señales estándar de tiempo que se encuentran disponibles en el país.

6.4 Aceites de viscosidad estándar

6.4.1 Pueden usarse como referencia confirmatoria del procedimiento de laboratorio. Si la viscosidad cinemática medida no concuerda dentro de $\pm 0,35\%$ del valor certificado, cada paso del procedimiento debe revisarse, incluyendo la calibración del termómetro y del viscosímetro, para localizar la fuente del resultado erróneo.

6.4.2 Es necesario que se sepa que un resultado correcto obtenido sobre un aceite de viscosidad estándar no excluye la posibilidad de una combinación que equilibre las posibles fuentes de resultados erróneos.

6.4.3 En la Tabla A.3 se encuentran una lista de aceites de viscosidad estándar a diversas temperaturas.

INSTITUTO VENEZOLANO
DE INVESTIGACIONES
BIBLIOTECA

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Determinación de la viscosidad cinemática

7.1.1 Limpieza del viscosímetro

7.1.1.1 Limpiar completamente el viscosímetro usando un disolvente apropiado miscible con la muestra y luego un disolvente completamente volátil.

7.1.1.2 Secar el viscosímetro pasando una corriente lenta de aire seco y filtrado durante dos minutos, hasta que cualquier traza de disolvente haya desaparecido.

7.1.1.3 Limpiar periódicamente el viscosímetro con ácido crómico para remover los depósitos orgánicos; enjuagarlo completamente con agua destilada y acetona y secarlo con aire limpio y seco. Los depósitos inorgánicos pueden removerse por tratamiento con ácido clorhídrico antes del uso del ácido de limpieza, especialmente si las sales de bario se encuentran presentes.

7.1.2 Procedimiento

7.1.2.1 Los detalles específicos de operación varían para los diferentes tipos de viscosímetros indicados en la Tabla A.1. Sin embargo, en todos los casos, se debe proceder de acuerdo a los numerales 7.1.2.2 al 7.1.2.8, inclusive.

7.1.2.2 Mantener el baño a la temperatura de ensayo con las lecturas corregidas del termómetro dentro de los límites dados en 5.3; colocar el termómetro en el baño, con el tope de la columna de mercurio bajo la superficie del baño líquido y el tubo emergente sobre la cubierta del baño.

7.1.2.2.1 Comprobar que el punto de congelación del termómetro haya sido determinado recientemente y que las correcciones, si hubo alguna, se hayan aplicado a los valores de calibración (ver nota 6).

7.1.2.2.2 Seleccionar un viscosímetro limpio, seco y calibrado que tenga un rango que cubra la viscosidad estimada (un capilar amplio para un líquido muy viscoso y un capilar más angosto para un líquido fluido); el tiempo de flujo no debe ser menor a 200 segundos.

7.1.2.2.3 Los viscosímetros utilizados para fluidos de silicona, fluorcarbonos y otros líquidos difíciles de remover con un agente de limpieza se utilizarán solo para determinar la viscosidad cinemática de dichos fluidos, excepto cuando se trate de la calibración; estos viscosímetros estarán sujetos a chequeos de calibración frecuentes.

NOTA 6: Para termómetros con escala auxiliar del punto de congelación, un cambio en la determinación de este punto manifiesta la necesidad de una recalibración.



CIB - ESPOL

1986-11

7.1.2.2.4 Cuando la temperatura de ensayo esté bajo el punto de rocío, colocar tubos de secado sueltamente empaquetados sobre los extremos abiertos del viscosímetro para prevenir la condensación del agua. Los tubos de secado deben llevar el diseño del viscosímetro y no limitar el flujo de la muestra de ensayo por influencia de las presiones creadas en el instrumento.

7.1.2.2.5 Para determinaciones a temperaturas bajo 0°C es aconsejable cargar la muestra dentro del viscosímetro a la temperatura ambiente; dejar que el viscosímetro se enfríe a la temperatura ambiente y mantener la muestra en el capilar para evitar la ligera acumulación de escarcha en las paredes del capilar.

7.1.2.3 Cargar el viscosímetro en la forma indicada por el fabricante; esta operación debe ser similar a la utilizada cuando el instrumento fue calibrado. Si la muestra contiene partículas sólidas, separarlas con ayuda de un medio filtrante con abertura de $75\ \mu\text{m}$ durante la carga del producto.

7.1.2.3.1 Cuando ciertos productos presentan un comportamiento tipo gelatina, se debe tener especial cuidado para que todas las mediciones se realicen a temperaturas lo suficientemente altas, a fin de que la muestra fluya libremente y puedan obtenerse resultados similares en viscosímetros de diferente diámetro capilar.

7.1.2.3.2 La viscosidad de los aceites para cilindros refinados al vapor, aceites lubricantes negros, aceites combustibles residuales y productos parafínicos pueden estar afectados por la historia térmica anterior; por lo tanto, debe seguirse el procedimiento de precalentamiento a fin de obtener resultados uniformes de viscosidad bajo 95°C .

- a) para obtener una muestra representativa, calentar la muestra en el recipiente original a 50°C con agitación continua;
- b) verter $100\ \text{cm}^3$ dentro de un Erlenmeyer de $125\ \text{cm}^3$ y taparlo en forma holgada con un corcho o tapón de caucho;
- c) sumergir el Erlenmeyer en un baño de agua hirviendo por 30 minutos;
- d) mezclar bien la muestra, retirarla del baño y filtrarla como se indica en el numeral 7.1.2.3 dentro del viscosímetro colocado en el baño controlado termostáticamente; y
- e) realizar el ensayo de viscosidad dentro de una hora, luego del precalentamiento.

7.1.2.4 Dejar que el viscosímetro cargado permanezca en el baño un tiempo lo suficientemente largo para alcanzar la temperatura de ensayo; este tiempo puede ser de 30 minutos.

7.1.2.5 Cuando el diseño del viscosímetro así lo requiera, ajustar el volumen de la muestra de ensayo, después de que el baño haya alcanzado el equilibrio de temperatura (ver nota 7).

7.1.2.6 Utilizando vacío o presión (si la muestra no contiene compuestos volátiles), desplazar el nivel superior de la muestra a una posición en el brazo capilar del instrumento alrededor de 5 mm antes de la primera marca registradora del tiempo.

NOTA 7. Si se utiliza un baño para varios viscosímetros, no añada ni retire uno de ellos, a fin de evitar de esta manera el desequilibrio de las temperaturas.

(Continúa)

7.1.2.7 Con la muestra fluyendo libremente, medir el tiempo requeriendo con aproximación de 0,2 segundos, para que el menisco pase desde la primera a la segunda marca registradora del tiempo. Si el tiempo de flujo es menor de 200 segundos, seleccionar un viscosímetro con un capilar de diámetro más pequeño y repetir el ensayo.

7.1.2.8 En los viscosímetros tipo "Ostwald modificado" y "nivel suspendido" (ver Tabla A.1), repetir el procedimiento descrito en el numeral 7.1.2.6 y 7.1.2.7, para realizar una segunda medición del tiempo de flujo. Si las dos mediciones concuerdan dentro del 0,2%, usar la media aritmética y reportar este valor para calcular la viscosidad cinemática.

7.1.2.9 En los viscosímetros de "flujo en reversa", realizar determinaciones duplicadas; los tiempos de flujo deben concordar dentro del 0,35%; si no se obtiene esta concordancia, rechazar los resultados del ensayo.

8. CALCULOS

8.1 Viscosidad cinemática

8.1.1 Calcular la viscosidad cinemática empleando la siguiente ecuación:

$$V_c = C \cdot t$$

Siendo:

V_c = viscosidad cinemática, en mm^2/s ,

C = constante de calibración del viscosímetro, en mm^2/s^2 ; y

t = tiempo de flujo, en segundos.

8.2 Viscosidad dinámica

8.2.1 Determinar la densidad de la muestra empleando uno de los métodos INEN.

8.2.2 Calcular la viscosidad dinámica empleando la siguiente ecuación:

$$\eta = \rho \cdot V_c$$

Siendo:

η = viscosidad dinámica, en milipascas segundos,

ρ = densidad de la muestra, en g/cm^3 a la misma temperatura que la utilizada para medir el tiempo de flujo, y

V_c = viscosidad cinemática, en mm^2/s

9. ERRORES DE METODO

9.1 Repetibilidad. Los resultados duplicados obtenidos por un mismo operador, usando un mismo o diferente viscosímetro, deberán considerarse aceptables, a menos que difieran en más del 0,35% del valor medio.

9.2 Reproducibilidad. Los resultados duplicados entregados por dos laboratorios diferentes deberán considerarse aceptables, a menos que difieran en más del 0,7% del valor medio.

10. INFORME DE RESULTADOS

10.1 En el informe de resultados, deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

ANEXO A

TABLA A.1 Tipos de viscosímetros.

IDENTIFICACION	RANGO mm^2/s (a)
A. Tipos Ostwald modificado para líquidos transparentes:	
- Rutine Cannon-Fenske	0,5 a 20 000 (b)
- Zeitfuchs	0,6 a 3 000
- BS/IP tubo U	0,9 a 10 000 (b)
- BS/IP tubo miniatura	0,1 a 100
- SIL	0,6 a 10 000
- Semi-micro Cannon-Manning	0,4 a 20 000
- Pinkevitch	0,6 a 17 000 (b)
B. Tipo de nivel suspendido para líquidos transparentes:	
- Nivel suspendido BS/IP	3,5 a 100 000 (b)
- Nivel suspendido BS/IP, forma acortada	1,05 a 10 000 (b)
- Nivel suspendido miniatura BS/IP	0,6 a 3 000
- Ubbelohde	0,3 a 100 000 (b)
- Filtz Simons	0,6 a 1 200
- Atlantic	0,75 a 5 000 (b)
- Cannon-Ubbelohde, dilución Cannon-Ubbelohde	0,5 a 100 000 (b)
- Semi-micro Cannon-Ubbelohde	0,4 a 20 000
C. Tipos de flujo en reversa para líquidos transparentes y opacos:	
- Opaco Cannon-Fenske	0,4 a 20 000
- Cruzeta Zeitfuchs	0,6 a 100 000
- Tubo en reversa BS/IP en U	0,6 a 300 000
- Lantz-Zeitfuchs	60,0 a 100 000
a) Cada rango indicado requiere de una serie de viscosímetros. Para evitar la necesidad de hacer una corrección de energía cinemática, estos viscosímetros están diseñados para un tiempo de flujo en exceso de 200 segundos. b) En cada una de estas series, el tiempo mínimo de flujo de un viscosímetro con constante baja excede 200 segundos.	

(Continúa)

viscosidad cinemática.

Subdivisiones	
	$^{\circ}\text{C}$
1 - 35	0,05
	0,10
	0,05
	0,05
	0,05
21,1	0,05
	0,05
	0,05
	0,05
	0,05
y 100	0,05
	0,05
	0,05
	0,05
	0,05

especificados en las normas

INSTITUTO VENEZOLANO
DE NORMALIZACION
BIBLIOTECA
estándar.

Viscosidad en mm^2/s , a:			
0°C	50°C	$98,90^{\circ}\text{C}$ (*)	100°C
1	—	1,2	1,2
1	—	1,8	1,8
—	—	4,0	3,9
—	—	7,4	7,2
0	—	17	17
0	280	33	32
100	—	78	75
100	—	—	—
000	11 000	—	—

descontinuada en 1977.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 930 *Petróleo crudo y sus derivados. Muestreo.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

ISO 3104. *Petroleum products. Transparent and opaque liquids. Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity.* International Organization for Standardization. Ginebra, 1976.

Designation ASTM D-445-1979. *Kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and the calculation of dynamic viscosity).* American Society for Testing and Materials. Philadelphia, 1979.

1.11.13 b2

INEN

PI. 01.04.313

Norma
Tecnológica

PRODUCTOS DE PETRÓLEO
- ENSAYO DE DESTILACIÓN

INEN 226
1982 (1)

OBLIGATORIA

Y O N E C E O N

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para la destilación de productos de petróleo, como: gasolina, combustible para motores de aviación, kerosene, diesel, petróleo combustible y otros productos derivados, con excepción de: gasolina natural y gas licuado de petróleo.

2. RESUMEN

- 2.1 Se describe el método de ensayo de 100 cm³, bajo las condiciones establecidas en la Tabla 1, según la naturaleza del producto.
- 2.2 Se describen técnicas sistemáticas o simultáneas de la temperatura de los vapores y volúmenes de recuperación, con el fin de calcular los resultados del ensayo.

3. TERMINOLOGÍA

- 3.1 Punto inicial de ebullición: Es la temperatura observada en el termómetro, cuando en el cuello del matraz de destilación, en el instante en que la primera gota de destilado cae de la boca del mismo, comienza a gotear.
- 3.2 Punto final de destilación: Es la temperatura más alta observada durante toda la destilación en el termómetro ubicado en el cuello del matraz de destilación.
- 3.3 Punto seco: Es la temperatura observada en el termómetro del matraz de destilación en el instante en que la última gota de líquido se evapora del fondo del matraz de destilación.
- 3.4 Porcentaje de recuperación: Es el volumen en centímetros cúbicos, observado en la escala graduada, a una temperatura dada.
- 3.5 Porcentaje de total de recuperación: Es el número porcentual obtenido de la destilación.
- 3.6 Porcentaje total de recuperación: Es la suma del porcentaje total de recuperación y el residuo.
- 3.7 Porcentaje de pérdidas: Es la diferencia entre el 100% y el porcentaje total de recuperación.
- 3.8 Porcentaje de volumen evaporado: Es la suma de los porcentajes de recuperación y de pérdidas.
- 3.9 Porcentaje de residuo: Es el volumen remanente de la muestra presente en el matraz al final de la destilación, expresado en porcentaje.

(Continúa)

Anexo 2

BOEQUIN, S.A. y Ave. 6 de Diciembre, 1982

BOEQUIN, S.A. y Ave. 6 de Diciembre, 1982



CIB-ESPOL

INEN 926

1984-11

4.10. Punto de descomposición: Es la temperatura observada en el termómetro, que coincide con la manifestación de los primeros indicios de descomposición térmica del producto contenido en el matraz de descomposición. Los signos característicos de una descomposición térmica son: presencia de espumas, ebulliciones irregulares de temperatura de los vapores, descenso de temperatura a pesar de un aumento de la carga.

4. EQUIPO Y MATERIALES

4.1. Matraz de destilación: Las figuras 1 y 2 representan un matraz de destilación de 100 cm^3 y 125 cm^3 de capacidad, respectivamente, con las dimensiones y tolerancias admisibles.

4.2. Probeta graduada: De 100 cm^3 de capacidad, según las dimensiones indicadas en la figura 3.

4.3. Tubo condensador: Es un tubo de bronce, sin costura, de $500 \pm 5\text{ mm}$ de longitud, $14,1 \pm 0,1\text{ mm}$ de diámetro y $0,20 \pm 0,04\text{ mm}$ de espesor, dispuesto de tal manera que aporquen, durante unos 400 mm de él, quedan colocados dentro de un baño refrigerante de $6 \times 10^3\text{ cm}^3$ de capacidad (6 litros). El esquema de instalación del tubo condensador y del baño refrigerante se indica en la figura 4A y 4B.

4.4. Cubierta protectora

4.4.1. Es un paralelepípedo de base cuadrada o rectangular, construido por una hoja de metal de 1 mm de espesor.

4.4.2. Una de las dos caras grandes del paralelepípedo tiene en su parte superior una abertura vertical, destinada para pasar el tubo de desprendimiento del matraz de destilación.

4.4.3. En caso de existir calentamiento a gas, las cuatro caras verticales serán perforadas, cada una con tres agujeros de 12 mm de diámetro, según se indica en la figura 4A.

4.5. Soporte del matraz de destilación: Es un dispositivo apropiado para asegurar un centrado correcto de las placas de amianto y del matraz de destilación.

4.6. Placas de amianto: El aparato de destilación estará provisto de dos placas de amianto de 6 mm de espesor, la una colocada sobre el soporte del matraz de destilación y la otra descansando sobre la anterior de manera que pueda ser manejada convenientemente.

4.7. Termómetros: Según las especificaciones de la Tabla 2.

5. PREPARACION DE LA MUESTRA

5.1. Si se trata de muestras de productos con una presión de vapor Real igual o superior a $0,65 \times 10^5\text{ Pa}$ ($0,5\text{ (atm/pulg}^2)$), se calentará el recipiente de la muestra antes de llenarlo, sumergiéndolo en el líquido a ensayarse, y se desairará la primera llenada.

(Continúa)

5.2 En caso de que esta inmersión sea imposible, la muestra se llevará a un recipiente previamente enfriado a la temperatura que corresponda al matraz de destilación en el momento de empezar el ensayo, según las indicaciones de la Tabla 1, y se mantendrá el recipiente lleno, bien tapado a una temperatura inferior a 15°C.

5.3 En caso de que la muestra contenga agua, deberá reemplazarse por otra que no contenga agua en suspensión, si su temperatura inicial de ebullición es inferior a 66°C. Si esta temperatura inicial es superior a 66°C, se agitará la muestra que contenga agua como sulfato de sodio anhidro u otro agente deshidratante y se separará el agua por decantación.

6. PREPARACION DEL APARATO

6.1 Conforme a las indicaciones de la Tabla 1, seleccionar, según la naturaleza del producto, las partes del aparato (matraz, soporte y termómetro) y ajustar a las temperaturas indicadas en la misma Tabla, antes de comenzar el ensayo.

6.2 Llenar el baño con un líquido refrigerante no inflamable y apropiado para las temperaturas especificadas en la Tabla 1. Este líquido refrigerante puede ser agua o hielo picado con agua, salmora o una solución de etilén glicol, en cantidad suficiente para cubrir el tubo condensador (ver nota 1).

6.3 Eliminar cualquier líquido residual en el tubo condensador, haciendo pasar por el un pedazo de tela suave, libre de hilachas, atado a un alambre de cobre.

6.4 Ajustar la temperatura de la muestra dentro de los límites indicados en la Tabla 1. Medir 100 cm³ de la muestra en la probeta graduada y transferir al matraz de destilación.

6.5 Colocar el termómetro provisto de un corcho con un solo agujero ajustado herméticamente en el matraz de destilación, de manera que el bulbo del termómetro quede bien centrado y a una altura tal, que la parte inferior del capilar esté a nivel con la parte inferior del tubo de desprendimiento.

6.6 Colocar el matraz de destilación conteniendo la muestra de ensayo sobre la placa de amianto y establecer la unión hermética con el tubo condensador por medio de un tapón de corcho que quede perfectamente, de manera que el extremo del tubo de desprendimiento no penetre en el tubo condensador más de 50 mm ni menos de 25 mm.

6.7 Colocar la probeta graduada sin secarla, en el extremo del tubo condensador, de manera que éste penetre en la probeta por lo menos 25 mm, pero sin llegar a la graduación de 100 cm³.

6.8 Cubrir completamente la probeta graduada con un pedazo de papel filtro debidamente cortado y que se ajuste en forma perfecta al tubo condensador.

NOTA 1: Si fuera necesario, se instalará un dispositivo para la circulación o agitación del medio refrigerante o para insuflar aire, con el fin de mantener durante el ensayo la temperatura especificada. Se procederá de la misma manera para que la temperatura del baño que enfría la probeta permanezca dentro de los límites especificados en la Tabla 1.

(Continúa)

6.9 Si fuera necesario, sumergir la probeta graduada en un baño de enfriamiento, al menos hasta la graduación de 100 cm^3 , tomando las precauciones necesarias para que la temperatura del baño que rodea a la probeta se mantenga dentro de los límites especificados en la Tabla 1.

6.10 Anotar la presión barométrica.

7 PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

7.1 Centrar el matraz de destilación con su contenido, regulando el calor de tal manera que el tiempo entre el inicio de la aplicación de calor y la obtención del punto inicial de ebullición no exceda los límites indicados en la Tabla 1.

7.2 Inmediatamente después de haber observado el punto inicial de ebullición, mover la probeta hasta que la punta del tubo condensador toque su pared interna.

7.3 Continuar regulando el calentamiento para que la velocidad con que aumenta el condensado en la probeta graduada sea uniforme y quede dentro de los límites indicados en la Tabla 1. Repetir el ensayo, si no se ha cumplido estas condiciones.

7.4 En el intervalo comprendido entre el punto inicial de ebullición y el punto final de destilación, anotar las temperaturas correspondientes a los volúmenes de destilado especificados y los volúmenes de destilado correspondientes a temperaturas especificadas (ver nota 2).

7.5 Los volúmenes de destilado dentro de la probeta graduada se leerán con la precisión de $0,5\text{ cm}^3$ y las lecturas termométricas con la precisión de $0,5^\circ\text{C}$. Las cifras así obtenidas se utilizarán para efectuar los cálculos y proceder al informe correspondiente.

7.6 Si el termómetro indica una temperatura de 370°C o si se observa el inicio de descomposición, interrumpir la fuente de calor y proseguir el ensayo como se indica en el numeral 7.8, en caso contrario, continuar con el numeral 7.7.

7.7 Cuando el porcentaje de residuo en el matraz de destilación sea del 50%, aproximadamente, hacer un ajuste final de la fuente de calor para que el tiempo que transcurre desde ese momento hasta alcanzar el punto final cumpla con los requisitos establecidos en la Tabla 1. Si no se satisfacen estas condiciones, repetir el ensayo regulando convenientemente la fuente de calor.

7.8 Anotar el punto final o el punto seco, o ambos, según se requiera, e interrumpir el calentamiento. Al llegar al punto final, observar si todo el líquido del matraz se ha evaporado del fondo del mismo; si esto no ocurre, deberá mencionarse en el informe de resultados como residuo.

NOTA 2. En ausencia de especificaciones particulares, se registrarán las lecturas del termómetro cada 10 cm^3 de recuperado, como también las temperaturas correspondientes a 5 cm^3 y 95 cm^3 de recuperado, si el porcentaje es superior al 99,9%.

(Continúa)

7.9 Mientras el tubo condensador continúe drenando dentro de la probeta graduada, observar el volumen de condensado cada dos minutos, hasta que dos observaciones sucesivas coincidan. Medir este volumen cuidadosamente con la precisión de $0,5 \text{ cm}^3$, expresar en porcentaje de volumen inicial de la muestra y anotar como *porcentaje total de recuperado*.

7.10 Si la destilación ha sido interrumpida, debido a las condiciones indicadas en el numeral 7.6 (descomposición térmica), restar el porcentaje total de recuperado de 100 y este resultado anotar como *porcentaje de residuo y pérdidas*, sin seguirse el procedimiento indicado en los numerales 7.11 y 7.12.

7.11 Después de dejar enfriar el matraz de destilación, agregar su contenido en la probeta graduada y dejar drenar, hasta que no se observe aumento de volumen en esta probeta. Medir cuidadosamente este volumen con la precisión de $0,5 \text{ cm}^3$, expresar en porcentaje de volumen inicial de la muestra y anotar como *porcentaje total de recuperación*. (ver nota 3).

7.12 Restar el porcentaje total de recuperación de 100 y anotar este resultado como *porcentaje de pérdidas*.

8. CALCULOS

8.1 Corrección barométrica de la temperatura

8.1.1 Cuando las lecturas de temperatura deban llevarse a la presión barométrica normal, determinar la corrección que debe aplicarse a cada lectura termométrica por medio de la ecuación de Sidney Young, que es la siguiente:

$$C = 0,00012 (760 - P) (273 + t^{\circ}\text{C})$$

Donde

- C = corrección que debe agregarse algebraicamente a la temperatura leída, en $^{\circ}\text{C}$.
 P = presión barométrica en mm de Hg, en el momento de ensayo.
 $t^{\circ}\text{C}$ = temperatura leída en $^{\circ}\text{C}$.

8.1.2 La Tabla 3 contiene correcciones con las aproximaciones correspondientes.

8.1.3 Redondear los resultados, después de haber realizado las correcciones necesarias.

8.1.4 Los siguientes datos son llevados sin otros cálculos al reporte e informe de resultados: punto inicial, punto seco, punto final, punto de descomposición, porcentaje de residuo, porcentaje de pérdidas y temperaturas correspondientes a los porcentajes de recuperado.

NOTA 3. Podrá seguirse en procedimiento alternativo, vertiendo el líquido entrado del matraz en una probeta graduada en $0,1 \text{ cm}^3$; medir cuidadosamente este volumen, expresar en porcentaje de volumen inicial de la muestra y sumar el porcentaje total recuperado.

(Continúa)

8.2 Cálculo de porcentajes evaporados a temperaturas establecidas. Agregar el porcentaje de pérdidas a cada uno de los porcentajes de recuperado observados a estas temperaturas establecidas y este resultado anotar como los respectivos *porcentajes evaporados*.

8.3 Cálculo de las temperaturas que corresponden a determinados porcentajes evaporados. Se aplicará uno de los métodos siguientes, indicando en el informe de resultados si se ha utilizado el método gráfico o el de interpolación lineal.

8.3.1 *Método gráfico.* A cada uno de los porcentajes de recuperado se sumará el porcentaje de pérdidas (para el punto inicial de ebullición, el porcentaje de recuperado es cero) y se obtendrán así los porcentajes evaporados observados. Hacer un gráfico de estos valores versus las correspondientes lecturas termométricas corregidas y leer los valores de las temperaturas correspondientes a porcentajes evaporados establecidos.

8.3.2 *Método de interpolación lineal.* De cada uno de los porcentajes evaporados, restar el porcentaje de pérdidas, obteniéndose así los porcentajes de recuperado. Las temperaturas buscadas (I) se calcularán mediante la siguiente fórmula:

$$I = I_L + \frac{(I_H - I_L)(R - R_L)}{(R_H - R_L)}$$

Donde:

I = temperatura buscada a la cual corresponde el porcentaje evaporado dado.

R = porcentaje de recuperado que corresponde al porcentaje evaporado dado.

R_H = porcentaje de recuperado más próximo superior a R , para el cual se conoce una temperatura I_H correspondiente.

R_L = porcentaje de recuperado más próximo inferior a R , para el cual se conoce una temperatura I_L correspondiente.

I_H = temperatura a la cual se ha obtenido el porcentaje de recuperado R_H .

I_L = temperatura a la cual se ha obtenido el porcentaje de recuperado R_L .

8.4 Cálculo de las pérdidas de destilación corregidas

8.4.1 Si el ensayo de destilación de un producto del grupo I da pérdidas anormalmente altas, a causa de una presión barométrica relativamente baja, se podrá aplicar la siguiente ecuación para el cálculo aproximado de las pérdidas que se hubiesen producido en una destilación a presión normal.

$$\text{Pérdidas corregidas} = Mp + N$$

Donde:

p = porcentaje de pérdidas obtenido de los datos de ensayo.

M y N = constantes numéricas cuyos valores dependen de la presión barométrica. Estas constantes están enumeradas en la Tabla 4.

(Continúa)

9. ERRORES DE METODO

9.1. Precisión. Para aceptar los resultados en base de un 95^o/o de confiabilidad, deberán considerarse los siguientes aspectos:

9.1.1. *Repetibilidad.* Dos resultados obtenidos por un mismo operador, utilizando el mismo aparato, no deberán diferir en un valor mayor que el encontrado al aplicar los datos de la figura 5.

9.1.2. *Reproducibilidad.* Los resultados obtenidos en distintos laboratorios no deberán diferir en un valor mayor que el encontrado al aplicar los datos de la figura 5.

9.1.3. Uso del gráfico de la figura 5.

9.1.3.1. El gráfico de la figura 5 indica, separadamente, las tolerancias para el punto inicial de ebullición, punto final y punto seco de destilación, lecturas termométricas para volúmenes evaporados y viceversa.

9.1.3.2. Estas tolerancias dependen de la rapidez conque cambie la temperatura por cada porcentaje de recuperado.

9.1.3.3. Para facilitar el uso del gráfico de la figura 5, se supondrá que este cambio de temperatura, en cualquier punto de la curva de evaporación entre el punto inicial de ebullición y el punto final o el punto seco de destilación, es el mismo que el cambio que se efectúa entre dos puntos de referencia de la curva, equidistantes debajo y encima del punto en cuestión.

9.1.3.4. La diferencia de temperatura entre este punto y cualquiera de los dos puntos de referencia, no deberá ser mayor que lo que corresponda a un 10^o/o de evaporado o recuperado, si el punto en cuestión se encuentra entre el 10^o/o y el 90^o/o de recuperado. La diferencia deberá ser menor del 5^o/o si el punto queda fuera de este intervalo.

9.1.3.5. Para el punto inicial de ebullición, el punto final y el punto seco de destilación, deberá suponerse la misma rapidez en el cambio de temperaturas que la existente entre cualquiera de estos puntos y un punto de referencia, cuya temperatura corresponda a aquella en la cual se haya producido un 5^o/o de recuperado mayor o menor, respectivamente.

9.1.3.6. En el gráfico de la figura 5 se repite la escala de ordenadas a la izquierda y a la derecha, para facilitar el trazo de una línea horizontal a través del gráfico en el nivel requerido.

10. INFORME DE RESULTADOS

10.1. En el informe de resultados deberán indicarse los valores para: punto inicial de ebullición, punto final de destilación, punto de descomposición (si existe), porcentaje total de recuperación, porcentaje de recuperado, porcentaje de residuo, porcentaje de pérdidas y temperaturas correspondientes a los porcentajes de recuperado.

(Continúa)

10.2 Deberá informarse si las lecturas termométricas han sido corregidas según la ecuación de Sedney Young.

10.3 En el informe de resultados, deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Deberá mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, o considerada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

10.4 Deben incluirse todos los detalles necesarios para la completa identificación de la muestra.



CIB -ESPOL

(Continúa)

TABLA 1. Condiciones del ensayo

Características de la muestra	GRUPO			
	1	2	3	4
Presión de vapor Reid a 37,8 °C en Pa (lb/pulg ²)	$0,65 \times 10^5$ (9,5) o más	bajo $0,65 \times 10^5$ (9,5)	bajo $0,65 \times 10^5$ (9,5)	bajo $0,65 \times 10^5$ (9,5)
Punto inicial de ebullición (°C)			100 o menos	100 o más
Punto final (°C)	250 o menos	250 o menos	más de 250	más de 250
Material a utilizarse				
Termómetro de destilación ASTM	7 c	7 c	7 c	8 c
Diámetro del agujero del soporte del matraz	3 cm	3 cm	5 cm	5 cm
Matraz	100 cm ³	100 cm ³	126 cm ³	125 cm ³
Temperatura para comenzar el ensayo				
Matraz y termómetro (°C)	13 a 18	13 a 18	13 a 18	No superior a la del ambiente
Soporte del matraz y envolvente (°C)	No superior a la del ambiente			
Probeta graduada y muestra (°C)	13 a 18	13 a 18	13 a 18	13 a ambiente
Condiciones durante el ensayo				
Temperatura del baño condensador (°C)	0 a 1	0 a 4	0 a 4	0 a 60
Temperatura del baño de la probeta (°C)	13 a 18	13 a 18	13 a 18	± 3 °C de la temperatura de la muestra
Tiempo transcurrido desde la iniciación del calentamiento hasta llegar al punto inicial de la ebullición	5 a 10 min	5 a 10 min	5 a 10 min	5 a 15 min
Tiempo transcurrido desde el punto inicial de ebullición hasta llegar al 50% de recuperación	60 a 75 seg	60 a 75 seg		
Velocidad media uniforme de condensación desde el 50% de recuperación a 5 cm ³ de residuo en el matraz (cm ³ /min)	4 a 5	4 a 5	4 a 5	4 a 5
Tiempo transcurrido desde el 50% de residuo hasta el punto final (min)	3 a 5	3 a 5	máx. 5	máx. 5

TABLA 2 Especificaciones para los termómetros

	Tipo ASTM 7 C	Tipo ASTM 8 C
Inmersión	Total	Total
Límites de temperatura	- 2 a 300°C	- 2 a 400°C
Subdivisiones cada	1°C	10°C
Líneas de graduación más largas cada	5°C	5°C
Graduación numerada cada múltiplo de	10°C	10°C
Exactitud	El error no debe exceder de 0,5°C hasta 300°C y de 1,0°C a temperaturas mayores	
Longitud total	3/8 a 348 mm	3/8 a 348 mm
Diámetro del vástago	6 a 7 mm	6 a 7 mm
Diámetro del bulbo	5 a 6 mm	5 a 6 mm
Longitud del bulbo	10 a 15 mm	10 a 15 mm
Distancia del extremo inferior del bulbo a la graduación 0°C	100 a 110 mm	25 a 45 mm
Distancia del extremo superior del termómetro a la graduación superior	30 a 45 mm	30 a 45 mm
Cámara de expansión	Se permite una pequeña cámara de expansión en la parte superior del capilar, pero no debe ser utilizada para unir separaciones de mercurio	
Calentamiento	En ningún caso debe calentarse el termómetro por encima de la máxima temperatura descrita	

TABLA 3. Correcciones aproximadas a la lectura del termómetro

Rango de temperatura °C	Corrección por cada 10 mm de Hg de diferencia de presión*
10 a 30	0,35
30 a 50	0,38
50 a 70	0,40
70 a 90	0,42
90 a 110	0,45
110 a 130	0,47
130 a 150	0,50
150 a 170	0,52
170 a 190	0,54
190 a 210	0,57
210 a 230	0,59
230 a 250	0,62
250 a 270	0,64
270 a 290	0,66
290 a 310	0,69
310 a 330	0,71
330 a 350	0,74
350 a 370	0,76
370 a 390	0,78
390 a 410	0,81

* Dicha cantidad debe ser adicionada en caso que la presión de ensayo sea menor a 760 mm Hg y restada en caso que fuera mayor.

TABLA 4. Constantes M y N utilizadas para corregir las pérdidas por destilación en función de la presión barométrica

Presión barométrica observada (mm Hg)	M	N
560	0,231	0,348
570	0,240	0,380
580	0,250	0,375
590	0,261	0,369
600	0,273	0,363
610	0,286	0,357
620	0,300	0,350
630	0,316	0,342
640	0,333	0,333
650	0,353	0,323
660	0,375	0,312
670	0,400	0,300
680	0,428	0,286
690	0,461	0,269
700	0,500	0,250
710	0,545	0,227
720	0,600	0,200
730	0,667	0,166
740	0,750	0,125
750	0,857	0,071
760	1,000	0,000



CIB-ESPOL

HEEN 926

1982.11

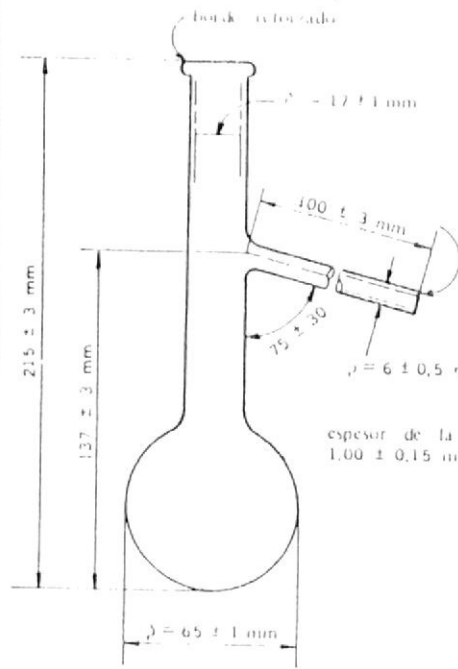


FIGURA 1. Matraz de 100 cm³

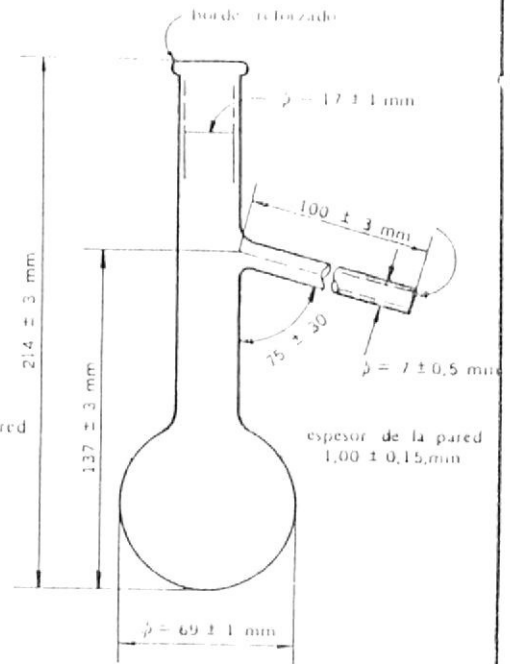


FIGURA 2. Matraz de 125 cm³

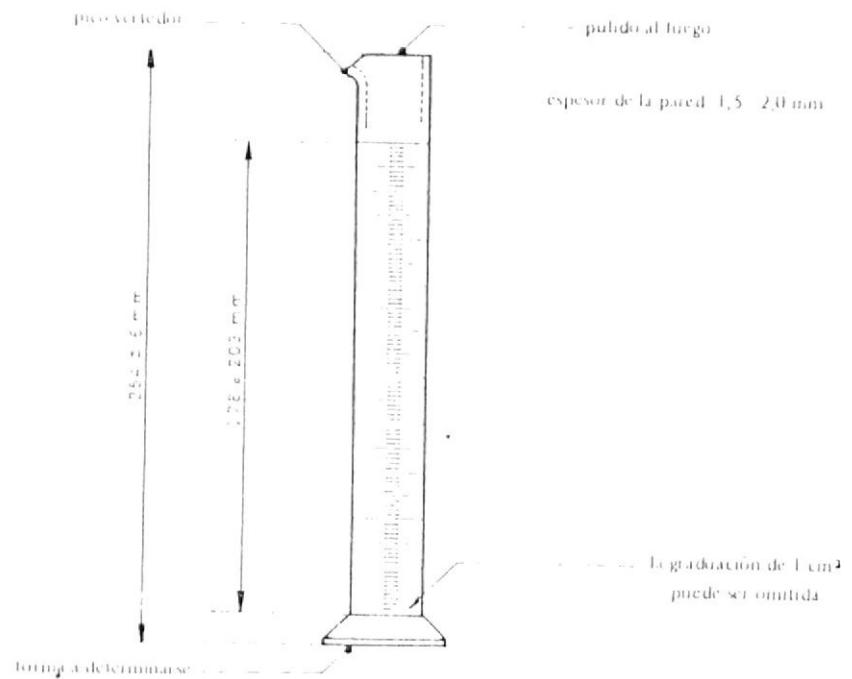


FIGURA 3. Probeta graduada de 100 cm³

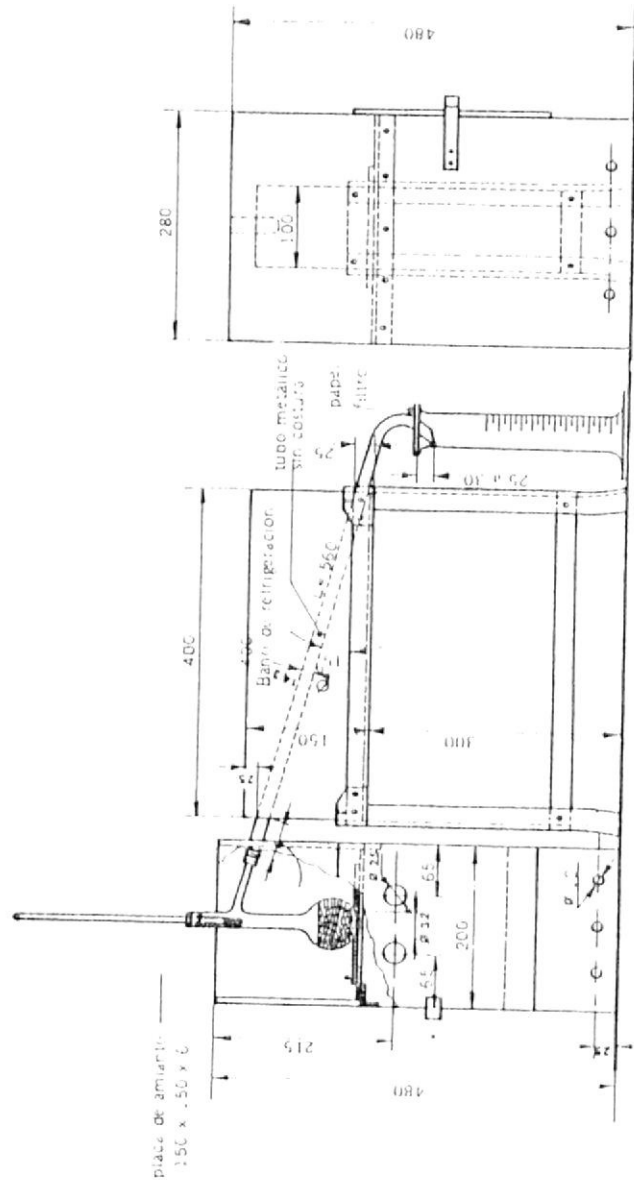


FIGURA 4A. Aparato de destilación con calentamiento a gas.
dimensiones en milímetros.

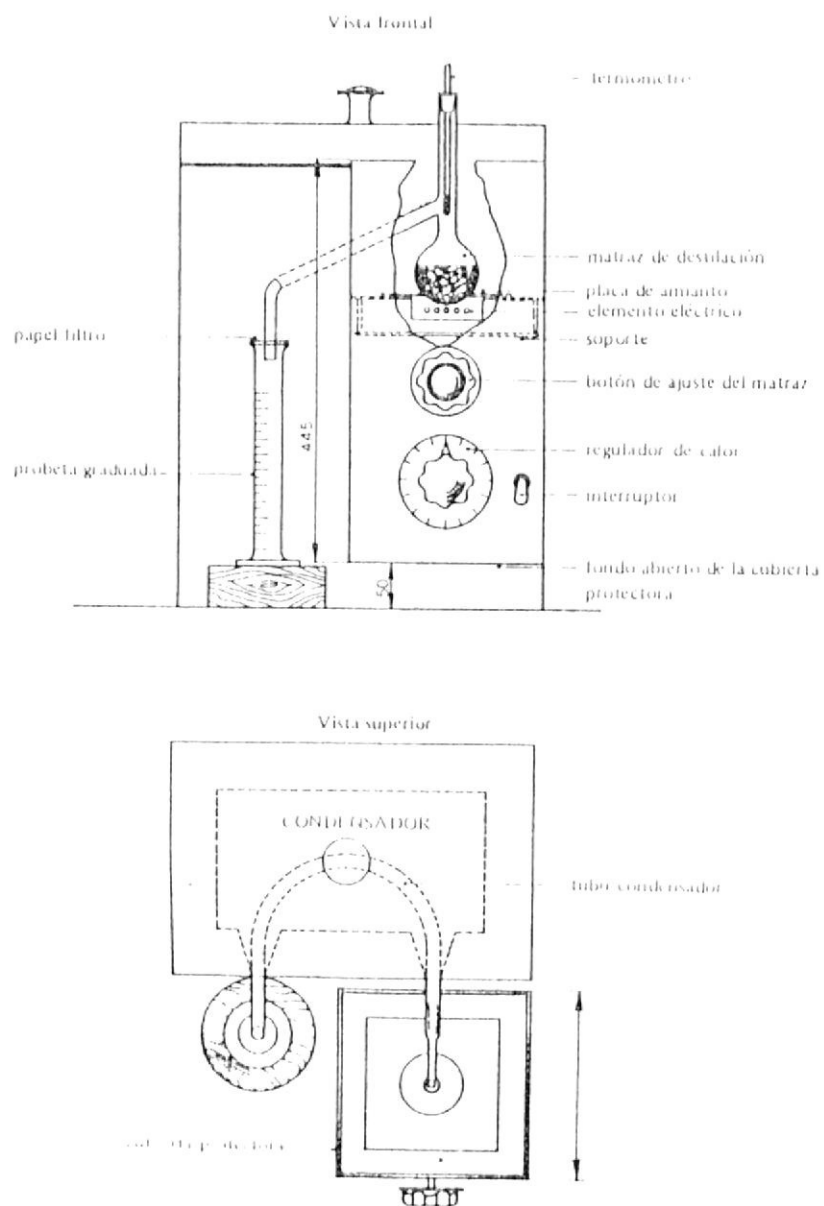


FIGURA 4 B. Aparato de destilación con calentamiento eléctrico
dimensiones en milímetros

APÉNDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 930. *Productos de petróleo. Muestreo.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Designation ASTM D 86. *Standard Method of Test for Distillation of petroleum products.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1982.

Norma Française NF M 07 - 002. *Distillation Des Produits Pétroliers.* Association Française de Normalization (AFNOR). París, 1975.

Inditecnor 66 of 63. *Productos de petróleo y similares. Ensayos. Destilación (procedimiento).* Instituto Nacional de Investigaciones Tecnológicas y Normalización. Santiago, 1972.

Norma
Ecuatoriana

PRODUCTOS DE PETRÓLEO .
DETERMINACIÓN DE LA CORROSIÓN SOBRE
LA LÁMINA DE COBRE .

INEN 927
1982-11

OBLIGATORIA

DONACION

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la corrosión sobre la lámina de cobre, producida por: gasolina de aviación, combustibles para turbinas de aviación, gasolina para motores de combustión interna, gasolina natural, kerosene, diesel, aceites combustibles destilados, aceites lubricantes, solventes y otros productos derivados del petróleo, con excepción de ciertos productos, como aceites aislantes eléctricos y grasas.

2. RESUMEN

- 2.1 Se sumerge una lámina de cobre pulida en una determinada cantidad de muestra calentada a una temperatura y durante un tiempo característico del producto en ensayo (ver Tabla 2).
- 2.2 Se retira la lámina de cobre, se lava y se compara con láminas de cobre de referencia.

3. EQUIPOS Y MATERIALES

- 3.1 Cilindro de ensayo. Se usará un cilindro de acero inoxidable, con tapa resistente a una presión de ensayo de 689 KPa (100 lbf/pulg.²) y de las dimensiones indicadas en la figura 1. Para el cierre hermético, se utilizará un anillo de goma sintética circular. Dentro del cilindro se colocará un tubo de ensayo de 25 mm de diámetro exterior y 150 mm de altura, que servirá para recibir la muestra.
- 3.2 Baño de calentamiento. El baño calentador deberá tener las dimensiones adecuadas para que el cilindro pueda sumergirse completamente en posición vertical. Este baño deberá mantener una temperatura constante de $100 \pm 1^\circ\text{C}$.
- 3.3 Baño de aceite o agua. Se utilizará, además, un segundo baño destinado a los tubos de ensayo, capaz de mantener una temperatura constante de $50 \pm 1^\circ\text{C}$ o $100 \pm 1^\circ\text{C}$, provisto de un soporte para sostener el tubo de ensayo de 25 mm de diámetro y 150 mm de altura, sumergido en posición vertical en el baño a una profundidad aproximada de 100 mm.
- 3.4 Termómetro. Se empleará un termómetro con las especificaciones establecidas en la Tabla 1.
- 3.5 Dispositivo de sujeción. Deben emplearse dispositivos apropiados para sujetar la lámina de cobre para proceder a su pulido. Son aconsejables los tipos indicados en las figuras 2 y 3, pudiendo utilizarse otros que permitan realizar esta operación.
- 3.6 Tubos de inspección. Deben emplearse tubos de ensayo de las características indicadas en la figura 4, para proteger las láminas corroídas mientras se efectúa la inspección.

(Continúa)

TABLA 1. Especificaciones del termómetro

Inmersión	Total
Límites de temperatura	- 20 a 102 °C
Subdivisiones cada	0,2 °C
Líneas de graduación más largas cada	1 °C
Exactitud	En cualquier punto de la escala, el error no debe exceder de 0,1 °C
Graduaciones numeradas cada múltiplo de	2 °C
Longitud total	420 ± 5 mm
Diámetro	7,0 a 8,0 mm
Diámetro del bulbo	6,0 a 7,0 mm
Longitud del bulbo	14 a 19 mm
Distancia del extremo inferior del bulbo a la graduación de 20 °C	32 a 51 mm
Distancia del extremo inferior del termómetro a la graduación de 100 °C	354 a 379 mm
Cámara de expansión que permita el calentamiento hasta	150 °C

*Correspondiente a un termómetro ASTM 12 C.

3.7 Disolvente. Cuando se emplean disolventes con fines de lavado, éstos deben estar exentos de azufre, es preferible usar iso-octano de la calidad utilizada como referencia en la determinación del número de octanos.

3.8 Lámina de cobre electrolítico

3.8.1 Utilizar láminas de cobre de 75 mm de longitud, 13 mm de ancho y 1,5 a 3 mm de espesor, templado y trabajado en frío, de un 99,9% de pureza.

3.8.2 Estas láminas pueden utilizarse para varias determinaciones, pero deben descartarse cuando se encuentren corroidas y presenten manchas de color que no pueden eliminarse o cuando las superficies se hallen deformadas.

3.9 Láminas de cobre de referencia. Para facilitar la expresión numérica de la corrosión de la lámina de cobre, se emplea una escala de láminas de referencia que representan los diferentes grados de corrosión indicados en la Tabla 3.

3.10 Productos de pulimento. Se emplea papel de carburo de silicio o de alúmina de diversos grados de finura, o también granos de carburo de silicio de 150 µm y algodón tipo farmacéutico.

(Continúa)

4. PREPARACION DE LA MUESTRA

4.1 Es importante que las muestras tomadas para este ensayo se guarden en botellas limpias y oscuras. Los productos deberán protegerse contra la luz directa y aun contra la luz di  a difusa durante el muestreo (ver nota 1).

4.2 El ensayo deber   efectuarse lo m  s pronto posible despu  s del muestreo.

4.3 Si se observa agua (enturbiamiento) en la muestra (ver nota 2), se eliminar   filtrando un volumen suficiente de muestra por un papel filtro cualitativo r  pido, recogiendo el filtrado en el tubo de ensayo prescrito, limpio y seco. Esta operaci  n deber   hacerse en un lugar oscuro o debajo de una pantalla protectora contra la luz.

5. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

5.1 Preparaci  n de la l  mina de cobre

5.1.1 Limpiar toda la superficie de la l  mina (lados y bordes) con un papel de carburo de silicio e part  culas de   lmina; sumergirla en el disolvente y retirarla inmediatamente antes de proceder al pulido final.

5.2 Pulido final. Pulir primeramente los extremos y los bordes de la l  mina con carburo de silicio en polvo, frot  ndolos con algod  n humedecido con disolvente. Asegurar la l  mina con el dispositivo de sujeci  n y pulir las caras, empleando granos de carburo de silicio en polvo y frotando con algod  n en la direcci  n del eje mayor. Cuando la l  mina est   perfectamente pulida, eliminar el polvo empleando almohadillas de algod  n nuevas, hasta que una de ellas quede absolutamente limpia.

5.2.1 Introducir 30 cm³ de la muestra limpia y libre de agua, en un tubo de ensayo limpio y seco de 25 mm de di  metro y 150 mm de altura.

5.2.2 Trasladar la l  mina de cobre al tubo de ensayo, dentro de un periodo m  ximo de un minuto despu  s del pulido final.

5.2.3 Tapar el tubo de ensayo con un corcho perforado y colocarlo en el ba  o calentador, que debe mantenerse a la temperatura prescrita con una tolerancia de $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

5.2.4 Despu  s de 3 h $\pm$ 5 min, examinar la l  mina, siguiendo las indicaciones del numeral 5.4.

5.3 Procedimiento a 100  C de productos vol  tiles (ver Tabla 2)

5.3.1 Introducir 30 cm³ de la muestra limpia y libre de agua en un tubo de ensayo limpio y seco de 25 mm de di  metro y 150 mm de altura.

NOTA 1. Las ondas cortas de luz (violeta o ultravioleta) tienen un marcado efecto de reducci  n o eliminar, en forma completa, la tendencia de colorear al cobre, que tiene el azufre corrosivo presente en el producto.

NOTA 2. El contacto de la l  mina de cobre con agua, antes, durante y despu  s de concluido el ensayo, producir   manchas, lo que dificulta la clasificaci  n de las l  minas.

(Contin  a)

5.3.2 Trasladar la lámina de cobre al tubo de ensayo que contiene la muestra, dentro de un período máximo de un minuto del pulido final.

5.3.3 Colocar el tubo de ensayo sin tapón dentro del cilindro de ensayo, el cual se cerrará herméticamente.

5.3.4 Sumergir completamente el cilindro en el baño calentador lleno de agua, a una temperatura de $100 \pm 1^\circ\text{C}$, por un período de 2 horas ± 5 min.

5.3.5 Sacar el cilindro del baño calentador y sumergirlo durante algunos minutos en agua fría.

5.3.6 Abrir el cilindro, sacar el tubo de ensayo y examinar la lámina de cobre, siguiendo las indicaciones del numeral 5.4.

TABLA 2. Condiciones para el ensayo

Condición de ensayo	Clase del producto
3 h en un baño de 50°C	Gasolina (excepto gasolinas de aviación), keroseno, diesel, aceite de petróleo, petróleo crudo y petróleo combustible
3 h en un baño a 100°C	Solventes y aceites lubricantes
2 h en una bomba a 100°C	Gasolina de aviación y combustibles para turbo reactores.

5.4 Exámen de la lámina de cobre

5.4.1 Una vez retirado el tubo de ensayo, transferir la muestra a un vaso de precipitación de 150 cm^3 . Retirar la lámina de cobre empleando una pinza de acero inoxidable y colocarla cuidadosamente en otro vaso que contenga el disolvente de lavado.

5.4.2 Extraer inmediatamente la lámina, secarla con papel filtro, manipulando por presión y no por deslizamiento, e inspeccionar las evidencias de corrosión comparándola con las láminas de referencia.

5.4.3 Tomar la lámina de referencia y la de ensayo, colocándolas de tal manera que reciban la luz reflejada con un ángulo aproximado de 45° .

5.4.4 Evitar el peligro de manchado o rayado de la lámina de ensayo, colocando la lámina dentro de un tubo de ensayo, igual al que se indica en la figura 4, tapado con un algodón absorbente.

6. INFORME DE RESULTADOS

6.1 Interpretar la corrosión de la muestra de acuerdo con el aspecto de la lámina de cobre en ensayo y comparándola con las tomadas como referencia.

(Continúa)

6.2 Si el aspecto de la lámina queda claramente localizado entre dos de las láminas de cotejo normalizadas, se clasificará como igual a la más fuertemente atacada.

6.3 La lámina recién pulida se incluye en la serie de lámina de referencia, para indicar su apariencia aun antes del ensayo; pues, es imposible obtener un duplicado de esa apariencia, luego del ensayo con una muestra completamente no corrosiva.

6.4 Una lámina de color rojo claro (rosado), como una solución diluida de permanganato de potasio de la clasificación 2, puede confundirse con una de color tornasol de la clasificación 3, si el bronceado de esta última está completamente cubierto con un sobre tinto. Para distinguir las dos posibilidades, sumergir la lámina en iso-octano; una lámina de clasificación 2 aparecerá con un color anaranjado obscuro y, si corresponde a una clasificación 3, no se observarán modificaciones.

6.5 Para distinguir los colores múltiples de las láminas de la clasificación 2 y 3, se procede de la siguiente manera: se introduce la lámina ensayada en un tubo de ensayo de 200 x 150 mm y se la lleva a una temperatura comprendida entre 315 y 370°C, de manera que la alcance entre 4 y 6 minutos. El calentamiento se efectúa empleando un calentador eléctrico con plato de metal, sobre el cual se coloca el tubo de ensayo, controlando la temperatura con un termómetro que permita apreciar hasta 400°C, el cual se coloca en otro tubo adyacente. De esta manera, a la lámina le corresponde la clasificación 2, si toma color plateado y luego dorado, y le corresponde la clasificación 3, si toma color negro claro.

6.6 El ensayo deberá repetirse, si en la lámina aparecen manchas de huellas dactilares que hayan sido absorbidas o si presenta manchas de partículas o de gotas de agua. De igual manera, deberá repetirse el ensayo, si a los cantos de la lámina le corresponde una clasificación mayor que a la porción principal de la misma.

6.7 La corrosión sobre la lámina de cobre se expresa con uno de los cuatro valores indicados en la Tabla 3.

TABLA 3. Escala numérica de la corrosión sobre la lámina de cobre

CLASIFICACION	DESIGNACION	DESCRIPCION
1	ligeramente manchada	a) anaranjado claro b) anaranjado obscuro
2	moderadamente manchada	a) rojo claro b) azul suave c) colores múltiples con azul claro y/o plateado, sobre fondo rojo claro d) plateado e) bronceado dorado
3	marcadamente manchada	a) tornasol obscuro sobre bronceado b) colores múltiples, con rojo y verde, pero sin gris
4	corrosión	a) negro claro, gris obscuro o castaño, con verde apenas perceptible b) negro opaco o grafítico c) negro brillante o azabache

(Continúa)

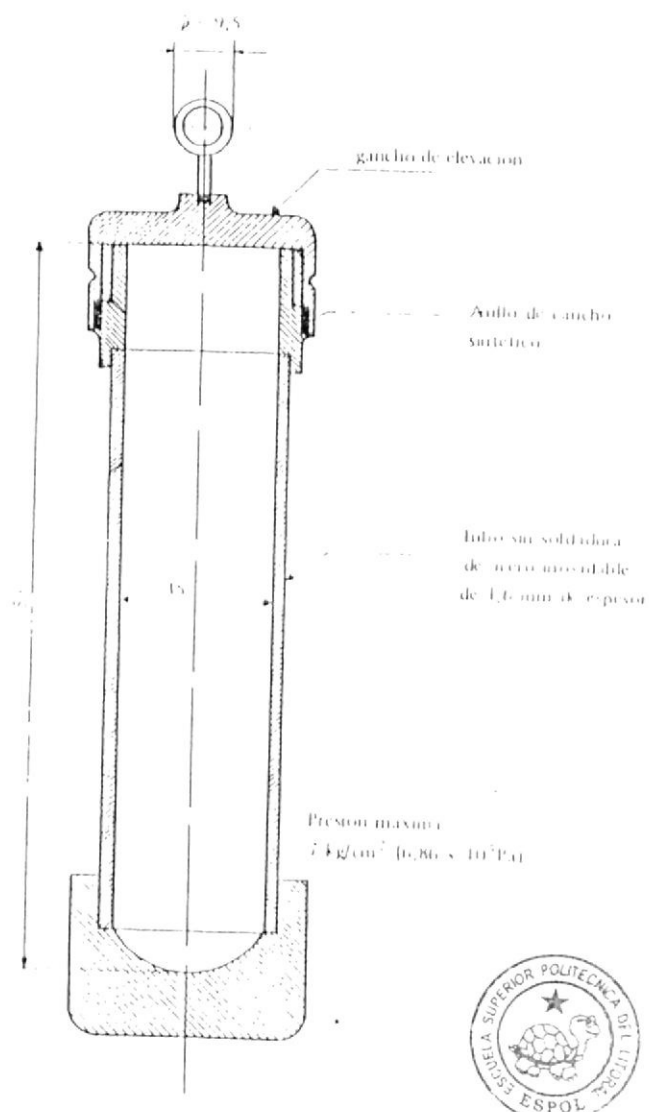


FIGURA 1 - Cilindro de ensayo
(Dimensiones en mm)



CIB-ESPOL

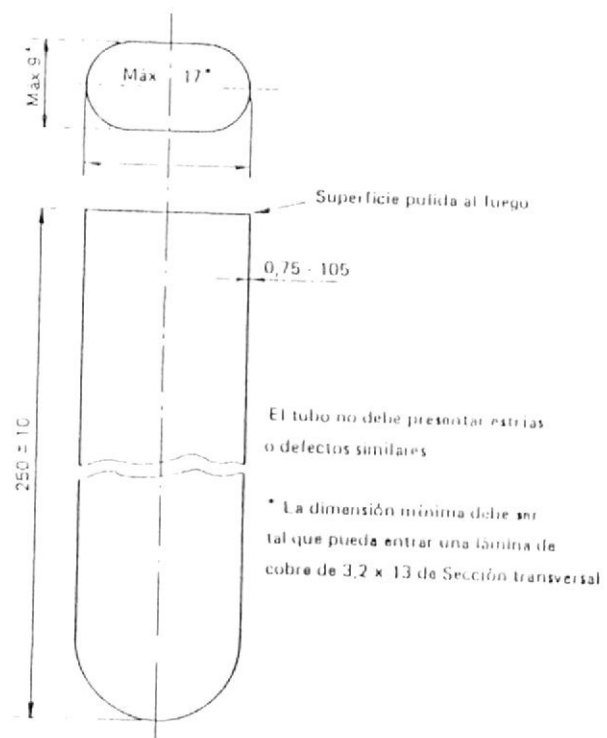


FIGURA 4 Tubo de Ensayo (todas las dimensiones en mm)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 930 *Productos de petróleo. Muestreo.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Designation ASTM D 130. *Detection of copper corrosion from petroleum products by the copper strip tarnish test.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1982

Norma IRAM 6533. *Productos de petróleo. Método de determinación de la corrosión sobre cobre.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1978.

Norma FRANCAISE NF M 01-015. *Combustibles Liquides. Epreuve de corrosion du cuivre par les produits du petrole.* Association Francaise de Normalisation (AFNOR). Paris, 1978

INDITLUNOR 20 54. *Productos de petróleo. Ensayos corrosión de la lámina de cobre.* Instituto Nacional de Investigaciones Tecnológicas y Normalización. Santiago de Chile, 1978.

1. OBJETO

- 1.1 Esta norma establece el método para determinar la cantidad de residuo carbonoso que dejan los productos de petróleo cuando se ensayan bajo condiciones normalizadas.
- 1.2 Este método se aplica a los productos de petróleo relativamente poco volátiles, que se descomponen parcialmente por destilación a presión atmosférica.
- 1.3 La presencia de nitrato amónico de diesel, así como la presencia de cenizas en los crudos o residuos, da resultados erróneos.

2. RESUMEN DEL METODO

- 2.1 Se pesa una cantidad de muestra en un crisol de porcelana y se la somete a destilación destructiva.
- 2.2 El residuo se somete a reacciones de desintegración y coagulación durante un período de calentamiento fijo y severo. Al final de este período, se enfría en un desecador el crisol que contiene el residuo carbonoso y finalmente se pesa.
- 2.3 El residuo remanente se calcula como un porcentaje de la muestra original y se reporta como "residuo de carbón Conradson".

3. INSTRUMENTAL

- 3.1 El aparato para el ensayo consta de las siguientes partes (ver Fig. 1).
 - 3.1.1 *Crisol de porcelana (A)*. De forma ancha, totalmente vitrificado, o un crisol de sílice, de 29 a 31 cm³ de capacidad y de 46 a 49 mm de diámetro en el borde.
 - 3.1.2 *Crisol de hierro tipo Skidmore (B)*. De 65 a 82 cm³ de capacidad y de las dimensiones indicadas en la figura 1; provisto de su correspondiente tapa, con la abertura vertical cerrada y la abertura horizontal (6,5 mm) completamente limpia.
 - 3.1.3 *Crisol de lámina de hierro (C)*. De las dimensiones indicadas en la figura 1. En el fondo del crisol se coloca y se nivela antes de cada ensayo una capa de 25 cm³ de arena seca, o la cantidad necesaria para lograr que el crisol Skidmore con su tapa alcancen la altura de la tapa del crisol de lámina de hierro.
 - 3.1.4 *Soporte de alambre (D)*. Un triángulo de alambre liso de níquel cromo, calibre No. 13 B&S (0,18 cm de diámetro), para soportar el crisol de lámina de hierro al mismo nivel que el fondo del bloque de asbesto, o de la caja de lámina metálica.

(Continúa)

3.1.5 *Campana circular de lámina de hierro (E)*. De las dimensiones indicadas en la figura 1. Esta campana puede estar fabricada de una sola pieza metálica siempre que las dimensiones sean las indicadas. Como una guía para la altura de la flama sobre la chimenea, se puede utilizar un puente (H) de alambre de hierro o níquel cromo, de 3 mm de diámetro y a una altura de 50 mm sobre el borde de la chimenea.

3.1.6 *Alisador (F)*. Un bloque de asbesto, un anillo refractario o una caja de lámina metálica, de 150 a 175 mm de diámetro, si es circular, o de lado, si es cuadrado, y de 32 a 38 mm de espesor. Estará provisto de una abertura de forma cónica invertida, con recubrimiento metálico de 83 mm de diámetro en el fondo y 89 mm de diámetro en la parte superior.

3.1.7 *Mechero tipo Meker (G)*. De 24 mm de diámetro y 155 mm de altura.

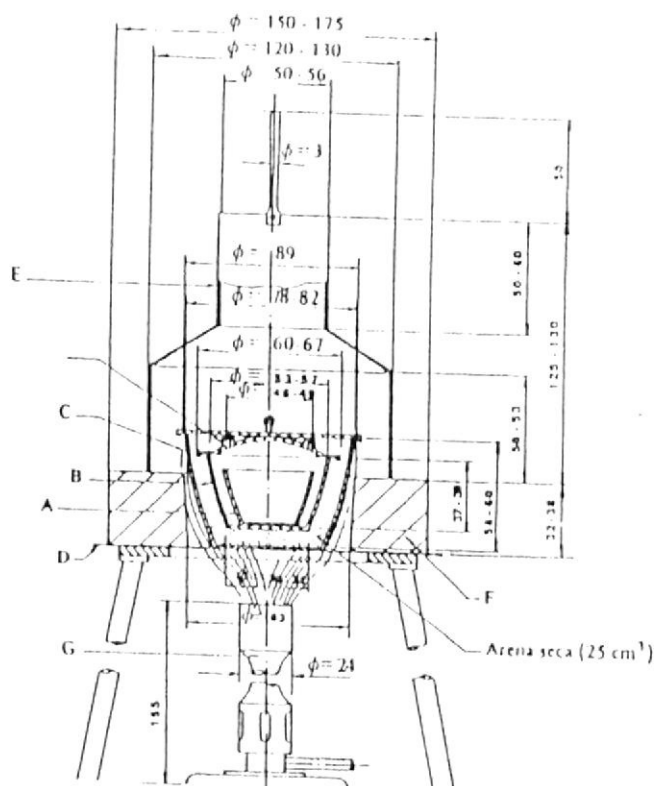


Figura 1. Aparato para determinar el residuo de carbón Conradson. (dimensiones en mm).

(Continúa)

4. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

4.1 Para residuos menores del 5^o/o pero mayores del 0,05^o/o

4.1.1 Pesar $10 \pm 0,5$ g de muestra en un crisol de porcelana o sílice que contenga dos esferas de vidrio de 2,5 mm de diámetro.

4.1.2 Colocar este crisol en el centro del crisol Skidmore.

4.1.3 Nivelar la arena contenida en el crisol de lámina de hierro y colocar el crisol Skidmore exactamente en su centro.

4.1.4 Cubrir el crisol Skidmore y el crisol de lámina de hierro con sus respectivas tapas, dejando la tapa del crisol de lámina de hierro un poco floja para permitir la salida de los vapores que se formen.

4.1.5 Colocar sobre un trípode de hierro el triángulo de alambre y sobre éste el aislador. Centrar el crisol de lámina de hierro en el aislador, con el fondo descansando sobre el tope del triángulo, y tapar todo el conjunto con la campana de lámina de hierro, para que el calor se distribuya uniformemente.

4.1.6 Con el mechero Meker, calentar con una llama alta y fuerte, realizando las regulaciones de manera que el período de preignición sea de $10,0 \pm 1,5$ minutos (ver nota 1).

4.1.7 Cuando aparezca humo por la chimenea, mover inmediatamente o inclinar el mechero, de modo que la llama toque los lados del crisol hasta conseguir que los vapores se inflamen.

4.1.8 Retirar temporalmente el mechero y ajustar la llama para que, al volverlo a colocar, los vapores inflamados se quemen uniformemente y la llama salga por la chimenea, pero no sobre el puente de alambre (ver nota 2).

4.1.9 Si no aparece la llama por encima de la chimenea, aumentar la cantidad de calor si fuera necesario. El período de combustión de los vapores debe ser de 13 ± 1 minutos.

4.1.10 Cuando la combustión de los vapores haya terminado y no se observen humos azules, reajustar el mechero y calentarlo como al principio, hasta que el fondo y la parte inferior del crisol de lámina de hierro adquieran un color rojo cereza; mantenerlo así durante siete minutos exactamente (ver nota 3).

4.1.11 Retirar el mechero y dejar enfriar el aparato hasta que no se observe humo, y quitar las tapas de los crisoles. Sacar el crisol de porcelana o sílice con pinzas previamente calentadas y colocarlo en el desecador.

NOTA 1. Un período de tiempo más corto o una llama muy alta pueden causar la formación de demasiada espuma.

NOTA 2. Generalmente, resulta imposible cumplir con el requisito mencionado en el numeral 4.1.8, de controlar la altura de la llama; por lo tanto, es recomendable ceñirse más al tiempo de combustión, que es el parámetro más importante en la prueba.

NOTA 3. Si al aplicar calor la muestra se derrama, reducir la cantidad de muestra primero a 5 g y, luego, si es necesario, para evitar dificultades, reducir hasta 3 g.

(Continúa)

4.1.12 Dejar enfriar el crisol a temperatura ambiente y pesarlo.

4.1.13 Calcular el porcentaje de residuo carbonoso sobre la muestra original.

4.2 Para residuos mayores del 5^o/o

4.2.1 Si una muestra presenta un residuo carbonoso mayor del 5^o/o y menor del 15^o/o, por el procedimiento anterior, repetir el ensayo usando $5,0 \pm 0,5$ g de muestra (ver nota 3).

4.2.2 En caso de que el resultado obtenido sea mayor del 15^o/o, repetir el ensayo reduciendo la cantidad de muestra a $3,0 \pm 0,1$ g (ver nota 4).

4.3 Para residuos menores del 0,05^o/o

4.3.1 En el caso de productos de petróleo que tengan un residuo carbonoso menor del 0,05^o/o, efectuar el ensayo sobre el 10^o/o del residuo obtenido en la destilación efectuada según la Norma INEN 926, con las modificaciones siguientes:

- a) El destilado se recoge en una probeta graduada de 200 cm³.
- b) Se utiliza un matraz de destilación de 250 cm³.
- c) Se usa una placa de amianto para soporte del matraz de destilación, que tenga una abertura en el centro de 50 mm de diámetro, y
- d) Se utiliza un termómetro ASIM de alta destilación (ASTM 8C).

4.3.2 Enfriar la muestra entre 15 y 18°C, medir 200 cm³ de la misma y transferirla al matraz de destilación.

4.3.3 Mantener la temperatura del baño condensador entre 0 y 4°C y colocar la probeta graduada donde se midió la muestra (sin limpiarla) como receptor, de manera que la punta del tubo condensador no toque sus paredes (ver nota 5).

4.3.4 Calibrar la aplicación de calor al matraz de destilación para lograr que la primera gota de condensado caiga a los 10 ó 15 minutos contados desde el momento en que se empezó la aplicación de calor.

4.3.5 Después de que caiga la primera gota, mover la probeta graduada, de manera que la punta del tubo condensador toque las paredes de la misma.

4.3.6 Regular la aplicación de calor para que la destilación continúe a velocidad uniforme de 8 a 10 cm³ por minuto.

NOTA 4. Cuando se utilizan muestras de 3 g, puede no ser posible controlar los tiempos de preignición y combustión de los vapores dentro de los límites especificados en el numeral 4.1, no obstante, en tales casos, los resultados son válidos.

NOTA 5. Para algunos aceites es necesario elevar la temperatura del baño y mantenerla entre 30 y 60°C, para evitar la solidificación de los materiales parafinados en el tubo condensador.

(Continúa)

4.3.7 Continuar la destilación hasta que se haya recogido 178 cm³ de la muestra. Luego quitar el calor y dejar drenar el condensador hasta obtener 180 cm³ (90%) de la carga).

4.3.8 Reemplazar inmediatamente la probeta por un Erlenmeyer para terminar de recoger cualquier cantidad de condensado que pueda drenar. Transferir al Erlenmeyer, mientras aún está caliente, el residuo que quedó en el matraz de destilación y mezclarlo muy bien. Este contenido representa el 10⁰/o del producto original.

4.3.9 Mientras el residuo de destilación (10⁰/o) esté lo suficientemente caliente como para fluir libremente, transferir 10 ± 0,5 g de éste a un crisol previamente pesado.

4.3.10 Dejar enfriar el residuo a temperatura ambiente y pesar con aproximación a 5 mg.

4.3.11 Continuar el ensayo según el numeral 4.1.

5. CALCULOS

5.1 Calcular el residuo carbonoso de la muestra o del 10⁰/o del residuo de destilación, por medio de la siguiente ecuación:

$$\%Rc = \frac{A \times 100}{M}$$

Siendo:

%Rc = peso del residuo carbonoso, en porcentaje,

A = peso del residuo carbonoso, en gramos, y

M = peso de la muestra, en gramos.

6. ERRORES DEL METODO

6.1 Repetibilidad. Los resultados obtenidos por un mismo operador, con un mismo aparato, sobre una misma muestra, se considerarán aceptables si no difieren en más de los límites establecidos en la figura 2.

6.2 Reproducibilidad. Los resultados obtenidos por dos laboratorios diferentes, sobre una misma muestra, se considerarán aceptables si no difieren en más de los límites establecidos en la figura 2.

7. INFORME DE RESULTADOS

7.1 Reportar el valor obtenido como "porcentaje de carbon residual Conradson" o como "porcentaje de carbón residual Conradson sobre el 10⁰/o del residuo de destilación", según sea el caso.

7.2 Deben indicarse el método usado y cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

7.3 Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)

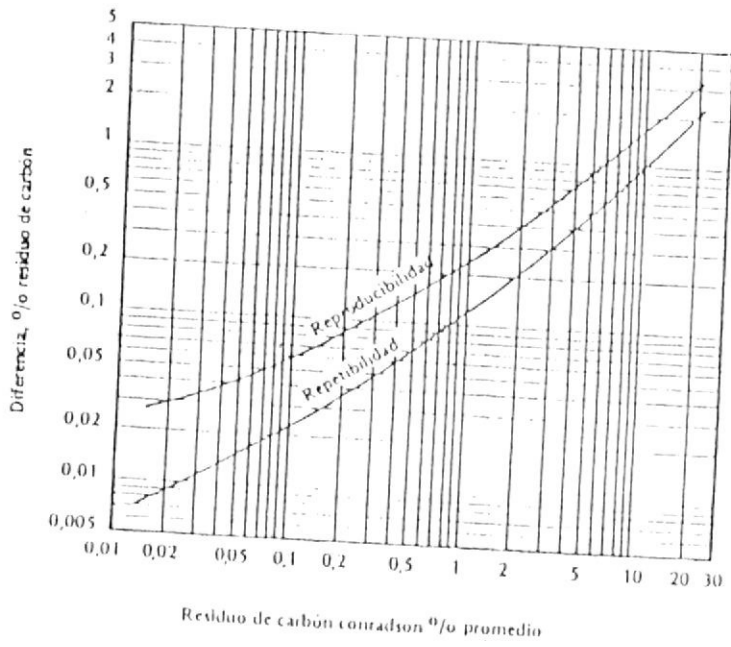


Figura 2. Precisión.

(Continúa)



CIB-ESPOL

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 926 *Productos de petróleo. Ensayos de destilación.*

INEN 930 *Productos de petróleo. Muestreo.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Designation ASTM D 189 1975. *Conradson carbon residue of petroleum products.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1986.

Norma
EcuatorianaPRODUCTOS DE PETROLEO.
PUNTO DE INFLAMACION EN COPA CERRADA.
METODO TAG.C-4
INEN 1 047**OBLIGATORIA****D O N A C I O N**

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar el punto de inflamación de los productos líquidos que se inflaman a menos de 93°C y que tienen una viscosidad inferior a 45 segundos saybolt universal.

1.2 Este método no es aplicable a líquidos como el asfalto con diluyente y líquidos que tiendan a formar una capa superficial bajo las condiciones del ensayo.

2. RESUMEN DEL METODO

2.1 La muestra es calentada paulatina y constantemente en una copa con tapa cerrada. Se introduce en la copa, a intervalos regulares, una llama de tamaño normalizado, hasta obtener la inflamación del vapor de la muestra.

3. INSTRUMENTAL

3.1 Aparato Tag de ensayo cerrado. En la figura 1 se indica el aparato de ensayo, cuya descripción y control de funcionamiento se detalla en el Anexo A.

3.2 Pantalla de protección. Se recomienda usar, para proteger el aparato de las corrientes de aire, una pantalla en forma de caja de 46 cm de lado y 60 cm de altura, abierta en el lado frontal.

3.3 Termómetros. Para determinar la temperatura de la muestra en la copa, se usará uno de los termómetros indicados en la Tabla 1. Para medir la temperatura del baño calentador se podrá usar cualquier termómetro, cuya escala cubra el intervalo de temperatura requerido.

TABLA 1. Especificaciones del termómetro

ESPECIFICACION	TEMPERATURA		
	menor a 4°C	entre 4°C y 49°C	mayor a 49°C
*ASTM E 1.	57°C	57°C ó 9°C	9°C
*ASTM E 1. Indica las especificaciones completas de estos termómetros.			

3.4 Baño

3.4.1 Para puntos de inflamación menores de 13°C o sobre los 60°C , usar como baño líquido una mezcla por igual de agua y glicol etilénico.

(Continúa)

3.4.2 Para puntos de inflamación comprendidos entre 13°C y 60°C puede usarse la mezcla agua - glicol estileno, o simplemente agua como baño líquido (ver nota 1).

3.4.3 La temperatura del líquido en el baño será al menos de 11°C bajo el punto de inflamación esperado (ver nota 2).

4. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

4.1 Preparación del aparato

4.1.1 Colocar el aparato sobre una mesa firme y nivelada y protegerlo de posibles corrientes de aire con la pantalla protectora (ver nota 3).

4.1.2 Usar, para el encendido, gas, y, si esto no fuera posible, colocar una mecha de algodón en la punta del quemador y una pequeña cantidad de algodón en la cámara conectada a esta punta. Llenar la cámara con esperma, aceite de manteca de cerdo u otro aceite adecuado.

4.2 Temperatura y colocación de la muestra

4.2.1 Usando una probeta y evitando que se mojen las paredes de la copa más arriba de la línea que indica el nivel final, medir $50 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ de la muestra que esté a una temperatura de $27,0^\circ\text{C} \pm 5,6^\circ\text{C}$ o al menos 11°C bajo el punto de inflamación esperado.

4.2.2 Quitar las burbujas de aire de la superficie de la muestra; limpiar la superficie interior de la tapa con un paño limpio o papel absorbente y colocar la tapa con el termómetro en su lugar.

4.2.3 Encender la llama, ajustándole conforme a la dimensión de la pequeña esfera situada encima de la tapa.

4.2.4 Operar el mecanismo colocado sobre la tapa de la copa, de tal manera que la llama de encendido se introduzca en el espacio de la copa lleno de vapor, sacándola inmediatamente después. El tiempo total de esta operación no debe ser mayor de 1 segundo.

4.3 Procedimiento para determinar puntos de inflamación inferiores a 60°C

4.3.1 Si el punto de inflamación de la muestra es inferior a 60°C, aplicar y ajustar el calor de manera que la temperatura de la muestra suba con una relación de 1°C por cada minuto.

NOTA 1. Debido a la dificultad en el mantenimiento de la temperatura especificada y a la formación de hielo en la tapa, los resultados obtenidos por este método para muestras que tienen su punto de inflamación bajo 0°C pueden no ser confiables. La formación de hielo en la tapa puede minimizarse lubricando a ésta con silicona.

NOTA 2. No enfriar el baño líquido por contacto directo con dióxido de carbono o hielo seco.

NOTA 3. No deben efectuarse los ensayos bajo campanas de extracción de un laboratorio o cerca de un ventilador.

(Continúa)

4.3.2 Cuando la temperatura de la muestra en la copa se encuentre a $5,5^{\circ}\text{C}$ bajo el punto de inflamación esperado, mover el mecanismo colocado sobre la tapa, de tal manera que la llama de encendido se introduzca en el espacio de la copa llena de vapor, sacándola inmediatamente después. El tiempo total de esta operación debe ser de 1 segundo, aproximadamente (ver nota 4).

4.3.3 Repetir la aplicación de la llama luego de cada aumento en $0,5^{\circ}\text{C}$ en la temperatura de la muestra.

4.4 Procedimiento para determinar puntos de inflamación superiores a 60°C

4.4.1 Si el punto de inflamación de la muestra es superior a 60°C , aplicar y ajustar el calor de manera que la temperatura de la muestra suba con una relación de 3°C por cada minuto.

4.4.2 Cuando la temperatura de la muestra en la copa se encuentre a $5,5^{\circ}\text{C}$ bajo el punto de inflamación esperado, mover el mecanismo colocado sobre la tapa, de tal manera que la llama de encendido se introduzca en el espacio de la copa lleno de vapor, sacándola inmediatamente después. El tiempo total de esta operación debe ser de 1 segundo, aproximadamente.

4.4.3 Repetir la aplicación de la llama luego de cada aumento de 1°C en la temperatura de la muestra.

4.5 Observación del punto de inflamación

4.5.1 Interrumpir el ensayo y sacar la fuente de calor cuando se haya observado una llama fugaz, nítida y distintiva en el interior de la copa. No confundir esta llama con un halo azulado que a veces rodea la llama de encendido durante las aplicaciones que preceden inmediatamente a la inflamación verdadera.

4.5.2 Anotar la temperatura de la muestra cuando se ha producido la inflamación.

4.5.3 Quitar la tapa, sacar el termómetro y retirar la copa de ensayo (vaciarla, limpiarla y dejarla completamente seca).

4.5.4 Si el aumento de temperatura de la muestra durante todo el ensayo no está dentro de la relación especificada, o si el punto de inflamación observado difiere del valor supuesto en más de 2°C , descartar el resultado y repetir el ensayo ajustado al calentador para asegurar el cumplimiento de la relación incremento de temperatura - tiempo, tomando como base el punto de inflamación observado en el primer ensayo como punto de inflamación supuesto.

4.5.5 Para cada ensayo o para su repetición, tomar una nueva porción de muestra.

5. CALCULOS

5.1 Observar y anotar la temperatura del punto de inflamación.

NOTA 4. Deberá evitarse movimientos bruscos durante la operación de bajada y subida de la llama de encendido.

(Continúa)

5.2 Observar y anotar la presión barométrica que rige en el momento de ensayo.

5.3 Corrección del resultado. Si la presión barométrica prevalente difiere de 1,033 kg/cm² (760 mm Hg), corregir el resultado utilizando la ecuación siguiente:

$$PIc = PI + 0,03 (760 - p)$$

Siendo:

PIc = Punto de inflamación corregido, en °C.

PI = Punto de inflamación observado, en °C

P = Presión barométrica observada, en mm Hg.

6. ERRORES DEL METODO

6.1 Precisión. Usar el siguiente criterio para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95% de confiabilidad).

6.1.1 *Repetibilidad.* Los resultados duplicados entregados por un mismo operador deberán considerarse aceptables si ellos no difieren en más de los siguientes valores:

Punto de inflamación	Repetibilidad
Inferior a 60°C	1,1°C
de 60°C a 93°C	1,7°C

6.1.2 *Reproducibilidad.* Los resultados obtenidos por dos laboratorios diferentes deberán considerarse sospechosos si ellos difieren en más de los siguientes valores:

Punto de inflamación	Reproducibilidad
Inferior a 13°C	3,3°C
de 13°C a 59°C	2,2°C
de 60°C a 93°C	3,3°C

7. INFORME DE RESULTADOS

7.1 En el informe debe indicarse el punto de inflamación corregido de la muestra de ensayo, en °C.

7.2 En el informe de resultados deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

7.3 Debe incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)

ANEXO A

A.1 Aparato *Tag* de ensayo cerrado. Consta de una copa (crisol) de ensayo, de una tapa con el mechero para la llama de encendido y de un baño de calentamiento de acuerdo a los siguientes requisitos:

A.1.1 *Copa de ensayo.* De bronce u otro metal inoxidable, de $68 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ de peso, con una conductividad térmica equivalente y de dimensiones conforme a la Tabla 2.

TABLA 2. Dimensiones de la copa

— Profundidad desde el borde superior de la copa de ensayo hasta la superficie del baño líquido.	$27,8 \pm 0,4 \text{ mm}$
— Profundidad desde el borde superior de la copa hasta la superficie de la muestra.	$29,4 \pm 0,8 \text{ mm}$
— Dimensiones entre el borde superior de la copa y el punto más bajo del bulbo del termómetro cuando éste se encuentre en posición.	$45,0 \pm 0,8 \text{ mm}$
— Diámetro interior de la copa en su parte más alta.	$54,0 \pm 0,1 \text{ mm}$
— Diámetro de la esfera encima de la tapa.	$4,0 \pm 0,8 \text{ mm}$
— Diámetro interior de la punta del mechero para la llama de encendido.	$1,2 \pm 0,3 \text{ mm}$
— Diámetro exterior de la punta del mechero para la llama de encendido.	máximo $2,0 \text{ mm}$

A.1.2 Tapa

A.1.2.1 Consta de:

- Un disco de metal inoxidable con un borde dirigido hacia abajo de aproximadamente 1,6 cm de altura.
- Un mecanismo deslizante que al accionarse abra el obturador y simultáneamente baje la punta del mechero de la llama de encendido, y
- Un tubo inclinado en el que se coloca la armadura del termómetro de la copa.

En la figura 2 se representa la tapa y se indica en la vista superior las dimensiones y posiciones de las tres aberturas que se abren y se cierran por medio de la corredera, el corte, la posición y dimensiones del tubo para el termómetro.

A.1.2.2 Entre el borde de la tapa y el cuello del baño debe haber una distancia no mayor a 0,05 mm, y debe estar ranurado de manera que la tapa quede firmemente presionada encima de la copa cuando ésta se ha colocado en el baño. Si esto no se consigue, debe procurarse que la copa quede en posición vertical en el baño, colocando un anillo delgado de metal debajo de la pestaña de la copa.

A.1.2.3 El obturador debe cubrir las tres aberturas de la tapa cuando esté en posición cerrada y destapar completamente en posición abierta. La punta del mechero para la llama de encendido deberá tener las dimensiones indicadas en la Tabla 2.

(Continúa)

A.1.2.4 El mecanismo deberá actuar de tal manera que al accionar el obturador, el mechero baje hasta un punto horizontal a una distancia de 2 mm a la derecha del centro de la abertura situado en medio de la tapa (ver figura 3); de esta manera, la llama de encendido llegará aproximadamente al centro de esta abertura.

A.1.2.5 La superficie inferior de la tapa debe quedar entre la parte más alta y más baja de la boca del mechero, cuando éste se encuentre en la posición más baja.

A.1.2.6 El tubo para el termómetro de la copa deberá colocarse en un ángulo tal, que permita que el bulbo del termómetro quede aproximadamente en el centro del plano horizontal de la copa a la profundidad indicada en la Tabla 2.

A.1.3 *Baño líquido.* De acuerdo a las dimensiones mínimas indicadas en la figura 3, construido de cobre, bronce u otro metal inoxidable. Es conveniente usar planchas de metal de 0,9 mm de ancho (calibre No. 20 B y S), y, si desea, se puede cubrir el baño con material aislante del calor para facilitar la regulación de la temperatura.

A.1.4 *Fuente de calor.* Se podrá usar cualquier tipo de calefacción (eléctrica, de gas, de alcohol), capaz de regular la temperatura en la forma señalada en el numeral 4.2. Se recomienda usar un calentador eléctrico externo, controlado por medio de un transformador de voltaje variable.

A.1.5 *Soporte para el baño.* Si se usa calefacción eléctrica, se podrá emplear cualquier tipo de soporte. Para aparatos con calefacción a gas o alcohol, se requiere un soporte como el indicado en la figura 1 para proteger la llama de las corrientes de aire.

A.2 Procedimiento para controlar el funcionamiento del aparato

A.2.1 Materiales

A.2.1.1 p-xileno con las características indicadas en la Tabla 3.

TABLA 3. Especificaciones del p-xileno

-- densidad relativa (15,6/15,6°C)	0,860 — 0,866
-- Rango de destilación	Máximo 2°C entre el punto inicial de ebullición y el punto final de destilación. Este rango debe incluir la temperatura de ebullición del p-xileno de 138,35°C.
-- Punto de congelamiento	mínimo 11,23°C (95% de pureza molar)

A.2.2 *Procedimiento.* Determinar el punto de inflamación del p-xileno, siguiendo las indicaciones dadas en el capítulo 4 de esta norma. Si el aparato trabaja en forma normal, el punto de inflamación encontrado para el p-xileno será de 27,2°C $\pm$ 0,6°C.

A.2.3 Si el punto de inflamación obtenido para el p-xileno no está dentro de los límites establecidos en A.2.2, chequear las condiciones y operación del aparato para asegurar la conformidad con las especificaciones de la Tabla 2, especialmente en lo relativo a la hermeticidad de la tapa (A.1.2.2), acción del obturador y posición de la llama (A.1.2.3; A.1.2.4) y el ángulo y posición del termómetro (A.1.2.6).

(Continúa)



CIB-ESPOL

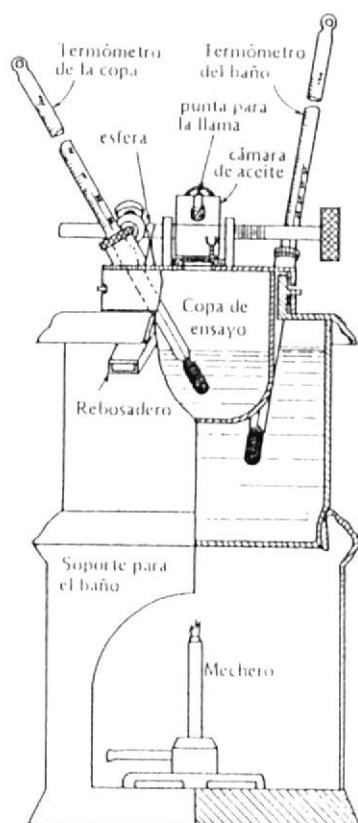


FIGURA 1. Aparato Tag de copa cerrada

INFORMACION COMPLEMENTARIA

La Dirección General, atendiendo a la necesidad de regular la calidad del combustible Diesel que se comercializa en el país, dispuso la elaboración de esta norma.

El proyecto fue sometido a consulta pública de 1980-02-29 a 1980-04-30 y se tomaron en cuenta las observaciones recibidas.

De acuerdo a los resultados de la consulta pública, se convocó al Subcomité Técnico para el estudio y discusión del proyecto, el mismo que fue aprobado en 1986-05-16.

Formaron parte del Subcomité Técnico las siguientes personas:

INTEGRANTES

ORGANIZACION REPRESENTADA

Ing. Ricardo Acero	REFINERIA DE ESMERALDAS
Ing. Patricio Paredes	CLPE
Ing. Carlos Fierro	CLPE
Ing. Víctor Uguin	REFINERIA ESMERALDAS
Ing. Gustavo Lozada	DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
Ing. Stanley Moss	RIPEFROL
Ing. Marco Salvador	INSTITUTO NACIONAL DE ENERGIA
Ing. Anibal Medina	DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
Ing. Fernando Duque	INELCEL
Ing. Hernán Ayala	ESCUELA POLITECNICA NACIONAL
Dr. Manuel Rodríguez	REFINERIA ANGLO
Ing. Jorge Medina	UNIVERSIDAD CENTRAL
Ing. Nelly Martínez	UNIVERSIDAD CENTRAL
Sr. Ramón Borja Pareja	INEN

La Norma Técnica INEN 1 491 fue aprobada por el Consejo Directivo del Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, en sesión de 1986-11-27.

El señor Ministro de Industrias, Comercio, Integración y Pesca, autorizó y oficializó esta norma con el carácter de OBLIGATORIA, mediante Acuerdo Ministerial No. 22 de 1987-01-09, publicado en el Registro Oficial No. 614 de 1987-01-29.

P.V.P.S/.100,00

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para la determinación de agua y sedimento en petróleo crudo, diesel y aceites combustibles.

2. RESUMEN

2.1 Se agita una mezcla equivolúmica de muestra y disolvente en un tubo de centrifuga de 100 cm³, hasta que el contenido se encuentre perfectamente mezclado.

2.2 Se calienta a una temperatura establecida durante 10 minutos y se centrifuga a una velocidad tal que la fuerza centrífuga relativa esté comprendida entre 500 y 800.

2.3 Luego se lee y se anota el volumen total de sedimento insoluble y agua separados en el fondo del tubo de centrifugación.

3. EQUIPO Y MATERIALES

3.1 Centrifuga. Con las siguientes características:

- a) capaz de hacer girar uno o más pares de tubos llenos, a una velocidad que genere una fuerza centrífuga relativa comprendida entre 500 y 800 en el extremo de los tubos,
- b) la caborza giratoria, los anillos y soportes giratorios incluyendo el amortiguador, deben ser tan resistentes para permitir el empleo de la máxima fuerza centrífuga que sea posible producir,
- c) poseer una camisa o caja metálica lo suficientemente fuerte para evitar cualquier peligro en caso de roturas; y
- d) tener una velocidad de giro tal que cumpla con la ecuación:

$$N = 423 \sqrt{\frac{fcr}{d}}$$

Siendo:

- N = velocidad de rotación en vueltas por minuto,
- fcr = fuerza centrífuga relativa, y
- d = diámetro de giro, medido entre los extremos de dos tubos opuestos, en cm.

(Continúa)

3.2 Tubos de centrifugación. De 100 cm^3 , en forma de cono, con las dimensiones indicadas en la figura 1 y que cumpla con los requisitos siguientes:

- construidos de vidrio perfectamente templado,
- de fondo cónico
- las graduaciones numeradas deben ser claras y nítidas,
- la boca debe estar contraída para poder ser tapada con un corcho
- las tolerancias de error en la escala serán las indicadas en la Tabla 1; y
- la calibración de los tubos deben efectuarse con agua destilada libre de aire, hervida y enfriada a 20°C , efectuando lecturas en la parte inferior del menisco.

TABLA 1. Tolerancias de error en los tubos de centrifuga.

Rango (cm^3)	Subdivisiones (cm^3)	Tolerancias (cm^3)
0 a 0,1	0,05	0,02
0,1 a 0,3	0,05	0,03
0,3 a 0,5	0,05	0,05
0,5 a 1,0	0,10	0,05
1,0 a 2,0	0,10	0,10
2,0 a 3,0	0,20	0,10
3,0 a 5,0	0,50	0,20
5,0 a 10,0	1,00	0,50
10,0 a 25,0	5,00	1,00
25,0 a 100,0	25,00	1,00

3.3 Baño. Con las siguientes características (ver nota 1):

- puede ser un bloque de metal sólido o un baño líquido,
- la profundidad del baño debe permitir la inmersión de los tubos de centrifuga en posición vertical hasta la graduación de 100 cm^3 , y
- el baño debe poseer medios adecuados para mantener la temperatura a $49 \pm 1^\circ\text{C}$ y a $60 \pm 1^\circ\text{C}$, según corresponda.

4. REACTIVOS

4.1 Tolueno. Saturado con agua a temperatura ambiente, pero sin contener agua en suspensión, lo que se logra añadiendo 2 cm^3 de agua por cada 1000 cm^3 de solvente. Una vez efectuada la agitación y homogenización de la solución, se debe decantar el agua remanente manteniendo la mezcla en reposo durante el tiempo suficiente.

NOTA 1. Si la centrifuga posee calentamiento incorporado, no hay necesidad del baño.

(Continúa)

4.2 Demulsificante. En el caso de petróleo crudo y aceites combustibles, se deberá utilizar demulsificante para favorecer la separación del agua que tenga la muestra y evitar que se adhiera a las paredes del tubo centrífugo; se recomienda utilizar del tipo fenol, bases nitrogenadas, ácidos naftémicos o cualquier otro apropiado.

5. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

5.1 Agitar fuertemente la muestra antes de introducirla en los tubos centrífugos.

5.2 Colocar exactamente 50 cm³ de la muestra y añadir 50 cm³ de solvente saturado de agua en cada uno de los dos tubos centrífugos. Ambos volúmenes deberán leerse sobre la parte inferior del menisco (ver nota 2).

5.3 Colocar el tapón mediante presión en la boca de cada tubo y agitarlos con fuerza hasta obtener una mezcla perfecta.

5.4 Para petróleo crudo y aceites combustibles, añadir a las mezclas 3 (tres) gotas de demulsificante.

5.5 Sumergir los tubos hasta la marca de 100 cm³ en el baño calefactor, manteniéndolo por 10 minutos a una temperatura de $49 \pm 1^\circ\text{C}$. (ver notas 1 y 3).

5.6 Invertir los tubos de centrifuga para asegurar que la muestra y el solvente se encuentran perfectamente mezclados. Si fuera necesario, agitar los tubos con mucha precaución, teniendo en cuenta que la presión de vapor a 60°C es aproximadamente el doble que a 38°C .

5.7 Colocar los tubos llenos en portatubos opuestos para mantener el equilibrio y hacer girar la centrífuga durante 10 minutos a la velocidad calculada, según la ecuación dada en el numeral 3.1, suficiente para lograr una fuerza centrífuga relativa comprendida entre 500 y 800. Ver la Tabla 2 para la relación entre el diámetro de giro, la fuerza centrífuga relativa y las revoluciones por minutos.

5.8 Leer y anotar el volumen total de agua y sedimento en el fondo de los tubos con aproximación de 0,05 cm³ para las graduaciones desde 0,1 cm³ a 1,0 cm³ y con aproximación de 0,1 cm³ para medidas sobre la graduación de 1 cm³. Por debajo de 0,1 cm³ se estima con aproximación de 0,025 cm³.

5.9 Sin agitar los tubos volver a colocarlos en la centrífuga y hacer girar durante 10 m de la misma manera que lo establecido en el numeral 5.10. Repetir esta operación hasta obtener dos lecturas iguales de volumen de agua y sedimento (ver nota 4).

NOTA 2. El petróleo crudo que forma depósitos en la punta del tubo y que son difíciles de remover incluso con agitación enérgica, se recomienda invertir el orden; es decir, agregar primero el solvente y luego el petróleo crudo en los tubos centrífugos.

NOTA 3. Si la muestra contiene parafina, calentarla a 60°C antes de cada centrifugación. La temperatura final de la mezcla no debe ser menor a 46°C .

NOTA 4. Por lo general, no se requieren más de dos centrifugaciones.

(Continúa)

TABLA 2. Velocidad apropiada de rotación de la centrífuga
para varios diámetros de giro

Diámetro de giro (cm)	Revoluciones/ min a 500 fcr	Revoluciones / min a 800 fcr
30	1 720	2 180
32	1 670	2 100
34	1 620	2 040
36	1 580	1 990
38	1 530	1 930
40	1 490	1 890
42	1 460	1 840
44	1 420	1 800
46	1 400	1 750
48	1 370	1 720
50	1 350	1 690
52	1 310	1 660
54	1 300	1 630
56	1 270	1 600
58	1 250	1 570
60	1 220	1 540
62	1 200	1 510

6. CALCULOS

6.1 Calcular el porcentaje de agua y sedimento sumando los volúmenes de agua y sedimento medidos en los dos tubos de centrífuga.

6.2 Los resultados inferiores a 0,05% se reportarán ya sea como cero o como 0,05 dependiendo de cual de las dos cifras se acerque más el resultado.

7. ERRORES DE METODO

7.1 Precisión. Debe usarse el siguiente criterio para juzgar la aceptabilidad de los resultados (95% de confiabilidad).

7.1.1 *Repetibilidad.* Los resultados por duplicado entregados por un mismo operador deberán considerarse aceptables si no difieren en más de los valores indicados en la figura 2.

7.1.2 *Reproducibilidad.* Los resultados entregados por dos laboratorios diferentes deberán considerarse aceptables si no difieren en más de los valores indicados en la figura 2.

(Continúa)

8. INFORME DE RESULTADOS

8.1 Se debe Informar lo siguiente:

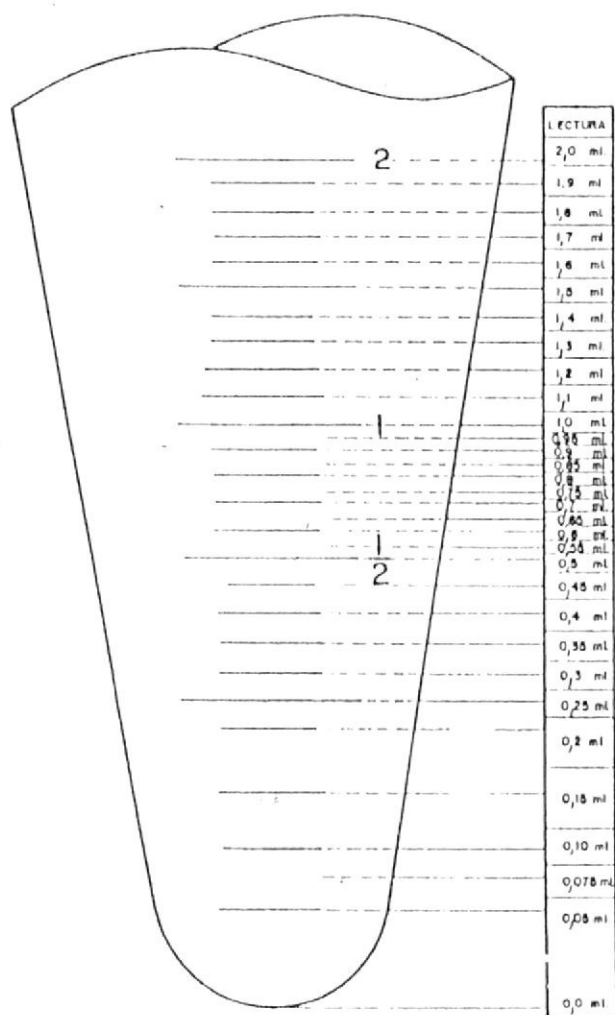
- a) el solvente utilizado si no fue tolueno;
- b) el nombre y la cantidad de demulsificante utilizado;
- c) la temperatura del baño

8.2 En el informe de resultados, debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

8.3 Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)

TUBO CENTRIFUGO



Las aproximaciones de las lecturas son las siguientes:

LECTURA

1 cm³
 1 cm³ 0,1 cm³
 0,1 cm³ 0,025 cm³
 0,025 cm³ 0 cm³

APROXIMACION

0,1 cm³
 0,05 cm³
 0,025 cm³
 Valor más cercano

* Si los resultados de la suma de las dos lecturas es menor a 0,05 cm³ informar como cero (0) ó como 0,05 dependiendo cuál es el valor más cercano.

* 1 cm³ = 1 ml

Norma
Ecuatoriana
Obligatoria

PRODUCTOS DE PETRÓLEO.
DETERMINACIÓN DE CENIZAS.

INEN 1 492
1986-11

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para la determinación de cenizas en los productos de petróleo que no contienen aditivos ni ciertos compuestos losfóricos.

1.2 Este método no está diseñado para el análisis de aceites lubricantes nuevos que contienen aditivos y plomo, ni para los aceites usados de motores.

2. RESUMEN DEL METODO

2.1 La muestra de ensayo contenida en un recipiente apropiado es quemada hasta el estado de cenizas y carbón. El residuo carbonoso es llevado al estado de cenizas por calentamiento en una mufla a 775°C, enfriado y luego pesado.

3. INSTRUMENTAL

3.1 Crisol o recipiente de evaporación. Platino, sílice o porcelana de 90 a 120 cm³ de capacidad.

3.2 Mufla eléctrica. Capaz de mantener una temperatura de 775 ± 25°C, de preferencia, provista de aberturas convenientes para asegurar la renovación lenta y natural del aire en el interior del aparato.

3.3 Recipiente para enfriamiento. Desprovisto de agentes deshidratantes.

4. PROCEDIMIENTO

4.1 Calentar el crisol o el recipiente de evaporación a una temperatura comprendida entre 700 y 800°C durante 10 minutos o más; dejarlo enfriar a temperatura ambiente dentro de un recipiente de enfriamiento y pesarlo con la aproximación al 0,1 mg.

4.2 Tomar una cierta cantidad de muestra de acuerdo al porcentaje de cenizas esperado.

4.3 Pesar dentro del crisol o del recipiente de evaporación una muestra de hasta 100 g (para dar 20 mg de cenizas).

4.4 Calentar el crisol y la muestra hasta que el contenido se inflame.

4.5 Mantener la temperatura de manera que la muestra continúe quemando en forma moderada y uniforme, hasta que sólo queden cenizas y carbón al final de la combustión (ver nota 1).

NOTA 1. Si la muestra de ensayo contiene humedad que provoque la formación de espuma y la pérdida del producto, rechazar la muestra. Añadir a una segunda muestra de ensayo 1 a 2 cm³ de isopropanol al 99% antes de calentarla; si esto no fuera suficiente, añadir 10 cm³ de una mezcla equivalente de tolueno e isopropanol; colocar varias tiras de papel filtro sin cenizas dentro de la mezcla y calentarla. Cuando las tiras de papel comienzan a quemarse, la mayor parte del agua habrá desaparecido.

(Continúa)

1986-101



CIB-ESPOL

INFORMACION COMPLEMENTARIA

La Dirección General, atendiendo a la necesidad de regular la calidad del combustible Diesel que se comercializa en el país, dispuso la elaboración de esta norma.

El proyecto fue sometido a consulta pública de 1980-02-29 a 1980-04-30 y se tomaron en cuenta las observaciones recibidas.

De acuerdo a los resultados de la consulta pública, se convocó al Subcomité Técnico para el estudio y discusión del proyecto, el mismo que fue aprobado en 1986-05-16.

Formaron parte del Subcomité Técnico las siguientes personas:

INTEGRANTES

ORGANIZACION REPRESENTADA

Ing. Ricardo Acero
Ing. Patricio Paredes
Ing. Carlos Fierro
Ing. Víctor Lliguin
Ing. Gustavo Lozada
Ing. Stanley Moss
Ing. Marco Salvador
Ing. Anibal Medina
Ing. Fernando Duque
Ing. Hernán Ayala
Dr. Manuel Rodríguez
Ing. Jorge Medina
Ing. Nelly Martínez
Sr. Ramón Borja Pareja

REFINERIA DE ESMERALDAS
CEPE
CEPE
REFINERIA ESMERALDAS
DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
REPETROL
INSTITUTO NACIONAL DE ENERGIA
DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
INECEL
ESCUELA POLITECNICA NACIONAL
REFINERIA ANGLO
UNIVERSIDAD CENTRAL
UNIVERSIDAD CENTRAL
INEN

La Norma Técnica INEN 1 494 fue aprobada por el Consejo Directivo del Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, en sesión de 1986-11-27.

El señor Ministro de Industrias, Comercio, Integración y Pesca, autorizó y oficializó esta norma con el carácter de OBLIGATORIA, mediante Acuerdo Ministerial No. 19 de 1987-01-09, publicado en el Registro Oficial No. 611 de 1987-01-26.

- 4.6 Calentar el residuo dentro de la mufla a $775 \pm 25^\circ\text{C}$, hasta eliminar toda la materia carbonosa.
- 4.7 Enfriar el crisol a temperatura ambiente dentro del recipiente de enfriamiento y pesarlo con aproximación al 0,1 mg.
- 4.8 Calentar otra vez el crisol a 775°C durante 20 a 30 minutos; enfriarlo y pesarlo nuevamente.
- 4.9 Repetir las operaciones de calentamiento y pesaje hasta que dos pesajes consecutivos no difieran en más de 0,5 mg.

5. CALCULOS

- 5.1 Calcular el contenido de cenizas como un porcentaje de la muestra original, empleando la siguiente ecuación:

$$C = \frac{M_1}{M} \times 100$$

Siendo:

- C = contenido de cenizas, en porcentaje
 M_1 = peso de la ceniza obtenida, en gramos, y
 M = peso de la muestra original, en gramos.

6. ERRORES DE METODO

- 6.1 Repetibilidad. Los resultados duplicados obtenidos por un mismo operador, con un mismo aparato, sobre una misma muestra, se considerarán aceptables si no difieren en más de los siguientes valores:

o/o cenizas	Repetibilidad
0,001 a 0,079	0,003
0,080 a 0,180	0,007

- 6.2 Reproducibilidad. Los resultados obtenidos por dos laboratorios diferentes, sobre una misma muestra, se considerarán aceptables si no difieren en más de los siguientes valores:

o/o cenizas	Repetibilidad
0,001 a 0,079	0,005
0,080 a 0,024	0,024

7. INFORME DE RESULTADOS

- 7.1 Reportar el valor obtenido como porcentaje de cenizas con aproximación al $0,01^{(1)}$ o.
- 7.2 Deben indicarse el método usado y cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.
- 7.3 Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

Esta norma no requiere de otras para su aplicación.

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Designation ASTM D-482 *Ash from petroleum products*. American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1975.

Norma AFNOR. NF-M 07-045 *Détermination des cendres dans les produits pétroliers*. Association Française de Normalisation. París, 1974.

Norma EN-7 *Déterminations des cendres dans les produits pétroliers*. Norma Européenne. París, 1974.

INFORMACION COMPLEMENTARIA

La Dirección General, atendiendo a la necesidad de regular la calidad del combustible Diesel que se comercializa en el país, dispuso la elaboración de esta norma.

El proyecto fue sometido a consulta pública de 1980-02-29 a 1980-04-30 y se tomaron en cuenta las observaciones recibidas.

De acuerdo a los resultados de la consulta pública, se convocó al Subcomité Técnico para el estudio y discusión del proyecto, el mismo que fue aprobado en 1986-05-16.

Formaron parte del Subcomité Técnico las siguientes personas:

INTEGRANTES

ORGANIZACION REPRESENTADA

Ing. Ricardo Acero	REFINERIA DE ESMERALDAS
Ing. Patricio Paredes	CLPE
Ing. Carlos Fierro	CEPE
Ing. Víctor Lliguin	REFINERIA ESMERALDAS
Ing. Gustavo Lozada	DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
Ing. Stanley Moss	REPETROL
Ing. Marco Salvador	INSTITUTO NACIONAL DE ENERGIA
Ing. Anibal Medina	DIRECCION NACIONAL DE HIDROCARBUROS
Ing. Fernando Duque	INECEL
Ing. Hernán Ayala	ESCUELA POLITECNICA NACIONAL
Dr. Manuel Rodríguez	REFINERIA ANGLO
Ing. Jorge Medina	UNIVERSIDAD CENTRAL
Ing. Nelly Martínez	UNIVERSIDAD CENTRAL
Sr. Ramón Borja Pareja	INEN

La Norma Técnica INEN 1 492 fue aprobada por el Consejo Directivo del Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, en sesión de 1986-11-27.

El señor Ministro de Industrias, Comercio, Integración y Pesca, autorizó y oficializó esta norma con el carácter de OBLIGATORIA, mediante Acuerdo Ministerial No. 27 de 1987-01-09, publicado en el Registro Oficial No. 615 de 1987-01-30.

Norma
Ecuatoriana
Obligatoria

PRODUCTOS DE PETROLEO.
DETERMINACION DEL INDICE DE CETANO CALCULADO.

INEN 1496
1986-11

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar el índice de cetano calculado, como alternativa al método con motor analizador para índice de cetano.

2. ALCANCE

2.1 La ecuación para el cálculo del índice de cetano representa una medida para estimar directamente el número de cetano ASTM de combustibles destilados, teniendo como datos la temperatura del 50% de recuperación y la densidad API.

2.2 La ecuación del índice de cetano calculado es particularmente aplicable a combustibles de obtención directa, de craqueo catalítico o mezclas de los dos procesos.

3. CALCULOS

3.1 Ecuación para el índice de cetano calculado

3.1.1 El índice de cetano calculado se determina utilizando una de las siguientes ecuaciones:

$$ICc = 420,34 + 0,016 d^2 + 0,192 d \log M + 65,01 (\log M)^2 - 0,000 180 9 M^2$$

$$ICc = 454,74 - 1 641,416 D + 774,74 D^2 - 0,554 B + 97,803 (\log B)$$

Siendo:

ICc = índice de cetano calculado,

M = temperatura, en °F del 50% a 760 mm Hg, cuando ha sido determinado por el método indicado en la Norma INEN 926 y corregido para las condiciones barométricas estándar,

d = densidad API determinada según la Norma INEN 1 500

D = densidad a 15°C, determinado por el método ASTM D 1298, hasta que exista la Norma INEN correspondiente,

B = temperatura en °C, del 50% a 760 mm Hg, cuando ha sido determinado según la Norma INEN 926.

3.1.2 Los valores del índice de cetano calculado para combustibles destilados pueden ser determinados alternativamente, usando el gráfico de la figura 1.

3.1.3 Limitaciones de la ecuación. La ecuación del índice de cetano calculado posee ciertas limitaciones inherentes que deberán reconocerse en su aplicación; éstas son:

(Continúa)

- a) no es aplicable para combustibles que contienen aditivos mejoradores del número de cetano,
- b) no es aplicable para hidrocarburos puros, combustibles sintéticos, alquilatos o productos de alquiltrán, y
- c) cuando se usa para petróleo crudo, petróleos residuales o productos que tienen una volatilidad menor a 260°C (500°F) de punto final, ocurren inexactitudes sustanciales.

4. ERRORES DE METODO

4.1 Precisión

4.1.1 La correlación de los valores de índice de cetano calculado con los valores de número de cetano ASTM depende de la mayor o menor exactitud en la determinación de la densidad API y la temperatura del 50% de recuperado; una diferencia de 2,5°C (2°F) en esta temperatura representa también una diferencia de aproximadamente 0,4 en el índice de cetano calculado.

4.1.2 Dentro del rango de 30 a 60 de número de cetano, la correlación supuesta del índice de cetano calculado con el número de cetano ASTM será algo menor que ± 2 números de cetano para el 75% de los combustibles destilados evaluados.

4.1.3 Los errores en la correlación pueden ser más grandes en los combustibles cuyos números de cetano estén fuera de ese rango. La correlación es mejor en destilados de obtención directa o craqueo catalítico o mezclas de los dos, y es menos satisfactoria para mezclas que contienen proporciones sustanciales de existencias de craqueo térmico.

5. INFORME DE RESULTADOS

5.1 En el informe de resultados, deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que puede haber influido sobre el resultado.

5.2 Deben incluirse todos los detalles para la completa identificación de la muestra.



(Continúa)

CORRECCION POR PRESION BAROMETRICA

P. medio ebulición (a)	Rango de temperatura (b) C	Corrección por cada 10 mm Hg de diferencia de presión (b)
374 - 410	190 - 210	1.02
410 - 446	210 - 230	1.06
446 - 482	230 - 250	1.11
482 - 518	250 - 270	1.15
518 - 554	270 - 290	1.19
554 - 590	290 - 310	1.24
590 - 626	310 - 330	1.28
626 - 662	330 - 350	1.32
662 - 698	350 - 370	1.37

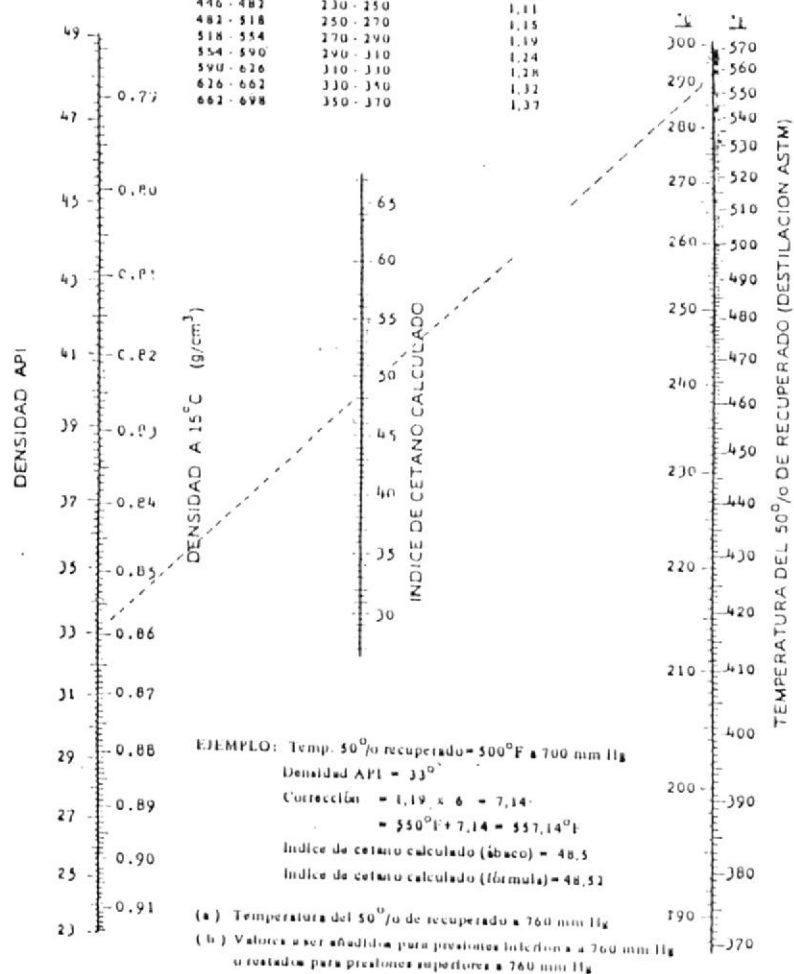


FIGURA 1. Abaco para índice de cetano calculado.

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 926 *Productos de petróleo. Ensayos de destilación.*

INEN 930 *Productos de petróleo. Muestreo.*

INEN 1500 *Productos de petróleo. Determinación de la densidad API*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Designation ASTM D 976. *Calculated cetane index of distillate fuels.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1986.



CIB-ESPOL

APÉNDICE I

INFORME DE RENDIMIENTO DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL DEL

REACTOR EXPERIMENTAL

INFORME DE RENDIMIENTO DE LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL A PARTIR DE ACEITE DE *RICINUS communis*

La siguiente tabla muestra el rendimiento obtenido de la transesterificación del aceite de *Ricinus communis* en la prueba piloto realizada en la feria científica celebrada en la planada del museo antropológico de arte contemporáneo en fecha 14 de noviembre 2008.

En este cuadro, también se compara el rendimiento con la producción de biodiesel preparado a partir de aceite de frituras desechados y procesadas.

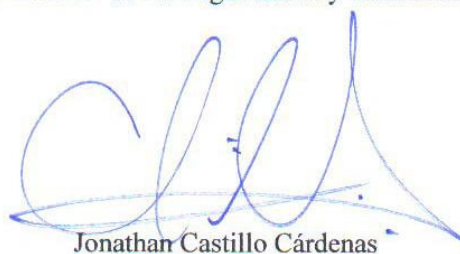
<i>Tipo de Aceite</i>	<i>Acidez aceite</i>	<i>Tiempo rx minutos</i>	<i>Rendimiento % v/v</i>
Aceite de <i>Ricinus communis</i>	1,53	60	98
Aceite de fritura	3,32	60	95

Datos

Por cada 10 L de aceite de Ricino se obtuvieron 9,8 L de Biodiesel.

Por cada 10 L de aceite de Fritura se obtienen 9,5 L de Biodiesel.

Podemos concluir que el aceite de *Ricinus communis* es una materia que presenta una cantidad de ácidos grasos libres bajo con relación a los aceites de fritura, favoreciendo la cinética de transesterificación de los triglicéridos y aumentando el rendimiento de la reacción.



Jonathan Castillo Cárdenas

Químico Industrial

APÉNDICE J

PROPIEDADES DE LOS ACEROS INOXIDABLES

ACEROS INOXIDABLES

AISI Número	C	Mn Max	P Max	Cr	Ni	Otros
----------------	---	-----------	----------	----	----	-------

Aceros Austeníticos

201	0.15 max.	5.5/7.5	0.060	16.00/18.00	3.50/5.50	N	0.25 max.
202	0.15 max.	7.5/10.0	0.060	17.00/19.00	4.00/6.00	N	0.25 max.
301	0.15 max.	2.00	0.045	16.00/18.00	6.00/8.00		
302	0.15 max.	2.00	0.045	17.00/19.00	8.00/10.00		
302 B	0.15 max.	2.00	0.045	17.00/19.00	8.00/10.00	Si	2.00-3.00
303	0.15 max.	2.00	0.200	17.00/19.00	8.00/10.00	Mo, Zr	0.60 max.
303 Se	0.15 max.	2.00	0.200	17.00/19.00	8.00/10.00	Se	0.15 min.
304	0.08 max.	2.00	0.045	18.00/20.00	8.00/12.00		
304 L	0.03 max.	2.00	0.045	18.00/20.00	8.00/12.00		
305	0.12 max.	2.00	0.045	17.00/19.00	10.00/13.00		
308	0.08 max.	2.00	0.045	19.00/21.00	10.00/12.00		
309	0.20 max.	2.00	0.045	22.00/24.00	12.00/15.00		
309 S	0.08 max.	2.00	0.045	22.00/24.00	12.00/15.00	Si	1.50 max.
310	0.25 max.	2.00	0.045	24.00/26.00	19.00/22.00	Si	1.50 max.
310 S	0.08 max.	2.00	0.045	24.00/26.00	19.00/22.00	Si	1.50-3.00
314	0.25 max.	2.00	0.045	23.00/26.00	19.00/22.00	Mo	2.00-3.00
316	0.08 max.	2.00	0.045	16.00/18.00	10.00/14.00	Mo	2.00-3.00
316 L	0.03 max.	2.00	0.045	16.00/18.00	10.00/14.00	Mo	3.00-4.00
317	0.08 max.	2.00	0.045	18.00/20.00	11.00/15.00	Ti	5 x C min.
321	0.08 max.	2.00	0.045	17.00/19.00	9.00/12.00	Cb-Ta	10 x C min.
347	0.08 max.	2.00	0.045	17.00/19.00	9.00/13.00	Ta	0.10 max.
348	0.08 max.	2.00	0.045	17.00/19.00	9.00/13.00	Cb-Ta	10 x C min.

APÉNDICE K

PROBLEMAS FRECUENTES Y SOLUCIONES EN LA

TRANSESTERIFICACIÓN

Problema	Posible causa	Solución
No se da separación entre biodiésel y glicerina luego de la transesterificación.	No se agregó suficiente metanol al aceite.	Revisar el registro de insumos utilizados y verificar que la cantidad de metanol utilizada sea al menos de un 20% del aceite usado. Si hay duda al respecto, añadir más metanol al lote de biodiésel, calentar a 50 °C y mezclar por 1 hora más.
	No se agregó suficiente catalizador para que se diera la reacción.	Revisar el registro de insumos utilizados y verificar que la cantidad de catalizador corresponda a lo requerido según la acidez del aceite. Si hay dudas al respecto, añadir más catalizador disuelto en una pequeña cantidad de metanol al lote de biodiésel, calentar a 50 °C y mezclar por 1 hora más.
	Alguno de los insumos (metanol o catalizador) se encuentra vencido o no es el apropiado.	Verificar los envases de los insumos para determinar que sean los apropiados, se encuentren dentro de la fecha de expiración, tengan buen estado y estén adecuadamente guardados (el NaOH o KOH no deben estar en contacto con el aire o agua). Hacer una prueba pequeña de biodiésel para verificar si ahí funcionan los insumos.
	La determinación de acidez del aceite no se hizo adecuadamente, por lo que falta o sobra catalizador en la reacción.	Volver a titular el aceite para verificar que su acidez sea la correcta y corregir la cantidad de catalizador añadido en caso haga falta.
Cuando se hace la prueba de lavado, se forma una emulsión de biodiésel y agua que no se puede separar.	No se dejó la mezcla reaccionar durante suficiente tiempo.	Volver a calentar a 50 °C la mezcla de aceite, metanol y catalizador y dejar en agitación durante 1 hora más.
	No se agregó suficiente catalizador para que la reacción sea completa.	Revisar el registro de insumos utilizados y verificar que la cantidad de catalizador corresponda a lo requerido según la acidez del aceite. Si hay duda al respecto, añadir más catalizador disuelto en una pequeña cantidad de metanol al lote de biodiésel, calentar a 50 °C y mezclar por 1 hora más.
	No se agregó suficiente metanol al aceite y la reacción no ha sido completa.	Revisar el registro de insumos utilizados y verificar que la cantidad de metanol utilizada sea al menos un 20% del aceite usado. Si hay duda al respecto, añadir más metanol al lote de biodiésel, calentar a 50 °C y mezclar por 1 hora más.
	La determinación de acidez del aceite no se hizo adecuadamente, por lo que falta o sobra catalizador en la reacción.	Volver a titular el aceite para verificar que su acidez sea la correcta, y corregir la cantidad de catalizador añadido en caso haga falta. Volver a poner la mezcla a reaccionar durante 1 hora más.
	Alguno de los insumos (metanol o catalizador) se encuentra vencido o no es el apropiado, y la reacción no ha sido completa.	Verificar los envases de los insumos para comprobar que sean los apropiados, se encuentren dentro de la fecha de expiración, se encuentren en buen estado y adecuadamente guardados (el NaOH o KOH no deben estar en contacto con el aire o agua). Hacer una prueba pequeña de elaboración de biodiésel para corroborar si funcionan los insumos.
Cuando se abre la válvula inferior del reactor para sacar la glicerina, no sale nada.	La tubería de salida del reactor se puede haber obstruido con glicerina o jabón solidificados.	Utilizando guantes de jebe y con un balde debajo, introducir un alambre por la tubería de salida y tratar de remover la sustancia que haya quedado atorada.

APÉNDICE L

CARTILLAS DE SEGURIDAD DE INSUMOS QUÍMICOS UTILIZADOS EN

LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL

METANOL: HOJA DE SEGURIDAD

FÓRMULA H_4O , CH_3OH

PESO MOLECULAR 32.04 g/mol

COMPOSICIÓN C: 37.48 %, H: 12.58 % y O: 49.93 %

SINÓNIMOS Alcohol metílico, hidrato de metilo, hidróxido de metilo, metilol, carbinol, alcohol de madera.

RESUMEN DE LOS RIESGOS

- El metanol puede afectarle al respirarlo y cuando pasa a través de su piel.
- El metanol es un teratógeno. Trátese a esta sustancia con mucho cuidado.
- El metanol puede irritar los ojos y causar visión borrosa y/o ceguera.
- Respirar el metanol puede irritar la nariz, la boca y la garganta, y causar tos y respiración con silbido.
- El contacto puede causar irritación de la piel. La exposición repetida o prolongada puede causar resecamiento y grietas en la piel.
- Es posible que el metanol cause daño al hígado.
- La exposición a concentraciones altas puede causar dolor de cabeza, náuseas, vómitos y mareo. Puede causar la muerte.
- El metanol es un líquido inflamable y presenta un peligro de incendio.

GENERALIDADES

El metanol es un líquido incoloro, venenoso, con olor fuerte parecido al etanol y cuando está puro puede tener un olor repulsivo; arde con flama no luminosa. Es utilizado industrialmente como solvente y como materia prima en la obtención de formaldehído, metil-ter-butil éter, ésteres metílicos de ácidos orgánicos e inorgánicos. También es utilizado como anticongelante en radiadores de autos; en gasolinas y diesel; en la extracción de aceites de animales y vegetales, y agua de combustibles de automóviles y aviones; en la desnaturalización de etanol; como agente suavizante de plásticos de piroxilina, y otros polímeros; y como solvente en distintas industrias. El metanol se obtiene por destilación destructiva de madera a altas temperaturas; por hidrogenación catalítica de CO a presión y temperatura altas, con catalizadores de cobre-óxido de cinc; por oxidación de hidrocarburos y como subproducto en la síntesis de Fischer-Tropsch.

NÚMEROS DE IDENTIFICACIÓN

CAS: 67-56-1

UN: 1230

NIOSH: PC 1400000

RCRA: U154

NOAA: 3874

STCC: 4909230

RTECS: PC1400000

HAZCHEM CODE: 2 PE

NFPA: Salud: 1 Reactividad: 0 Fuego: 3

El producto está incluido en CERCLA, 313

MARCAJE: Líquido inflamable, venenoso.

SINÓNIMOS EN OTROS IDIOMAS

Inglés: Methanol, Methyl alcohol Wood spirit, Biekeski's solution, Colonial spirit, Columbian spirit, Pyroxylic spirit, Wood naphta.

Francés: Alcool methylique

Alemán: Methylalkohol

Polaco: Metylowy alcohol

Italiano: Metanolo, Alcool metilico

PROPIEDADES QUÍMICAS

Este producto reacciona violentamente con bromo, hipoclorito de sodio, dietil-cinc, disoluciones de compuestos de alquilaluminio, trióxido de fósforo, cloruro cianúrico, ácido nítrico, peróxido de hidrógeno, sodio, ter-butóxido de potasio y perclorato de plomo. En general, es incompatible con ácidos, cloruros de ácido, anhídridos, agentes oxidantes, agentes reductores y metales alcalinos.

PROPIEDADES FÍSICAS Y TERMODINÁMICAS

Densidad (g/ml): 0.81 g/ml (0/4°C), 0.7960 (15/°C), 0.7915 (20/4°C), 0.7866 (25/4°C).

Punto de fusión: -97.8°C.

Punto de ebullición (°C): 64.7 (760 mm de Hg), 34.8 (400 mm de Hg), 34.8 (200 mm de Hg), 21.2 (100 mm de Hg), 12.2 (60 mm de Hg), 5 (40 mm de Hg).

Índice de refracción a 20°C: 1.3292

Densidad de vapor (aire = 1): 1.11

Punto de inflamación (Flash point): 12°C.

Punto de congelación: -97.68°C.

Temperatura de ignición: 470°C.

Límites de explosividad (% en volumen en el aire): 6-36.5

Temperatura crítica: 240°C.

Presión crítica: 78.5 atm

Volumen crítico: 118 ml/mol

Temperatura de autoignición: 380°C.

Tensión superficial (din/cm): 22.6

Calor específico (J/g K): 1.37 (vapor a 25°C) y 2.533 (líquido a 25°C).

Presión de vapor (mm de Hg): 127.2 (a 25°C).

Viscosidad (cP): 0.541 (líquido a 25°C).

Conductividad térmica (W/m K): 0.202 (a 25°C).

Formación de azeótropos con muchos compuestos.

Solubilidad: miscible con agua, etanol, éter, benceno, cetonas y muchos otros disolventes orgánicos. Disuelve una gran variedad de sales inorgánicas; por ejemplo: 43% de yoduro de sodio, 22% de cloruro de calcio, 4% de nitrato de plata, 3.2% de cloruro de amonio y 1.4% de cloruro de sodio.

NIVELES DE TOXICIDAD

RQ: 5000

IDLH: 25000 ppm

LDLo (oral en humanos): 4.28 mg/kg

LD₅₀ (oral en ratas): 5628 mg/kg

LC₅₀ (inhalaado en ratas): 64000 ppm/4h

LD₅₀ (en piel con conejos): 15800 mg/kg

Niveles de irritación a piel de conejos: 500 mg/24 h, moderada

Niveles de irritación a ojos de conejos: 40 mg, moderada

Estados Unidos:

TLV TWA: 260 mg/m³ (200 ppm)
TLV STEL: 310 mg/m³ (250 ppm)
Reino Unido:
Periodos largos: 260 mg/m³ (200 ppm)
Periodos cortos: 310 mg/m³ (250 ppm)
Francia:
VME: 260 mg/m³ (200 ppm)
VLE: 1300 mg/m³ (1000ppm)
Alemania:
MAK: 260 mg/m³ (200 ppm)

MANEJO

Vestimenta

Evite todo contacto de la piel con el alcohol metílico. Se debe usar ropa y guantes antidisolventes; asimismo, toda la ropa de protección (trajes, guantes, calzado, gorros y cascos) debe estar limpia, disponible y emplearse cada día de trabajo. ACGIH califica el caucho de nitrilo o viton como material de protección muy bueno.

Protección de los ojos

Cuando trabaje con líquidos, emplee gafas a prueba de salpicaduras de sustancias químicas y un escudo de protección de cara, o protección respiratoria con pieza facial de cara completa. No deben usarse lentes de contacto al utilizar metanol.

Manipulación

Donde sea posible, limitar las operaciones a un lugar cerrado con ventilación de escape local en el lugar de las emisiones químicas. Si no se usa un lugar cerrado o ventilación de escape local, deben usarse respiradores (máscaras protectoras), y el lugar debe estar siempre bien ventilado.

Donde sea posible, bombear el alcohol metílico líquido en forma automática desde los tambores u otros recipientes de almacenamiento a los recipientes de procesamiento. Al trasvasar pequeñas cantidades con pipeta, utilizar propipetas, y nunca aspirar con la boca. Asimismo, no se debe comer, fumar o beber donde se manipula, procesa o almacena el metanol, pues se puede tragar la sustancia química.

Debe haber un lavado cuidadoso de manos antes de comer o fumar, inmediatamente después de exponerse al alcohol metílico y al término de la jornada de trabajo. Asimismo, resulta importante lavarse las partes del cuerpo que hayan podido estar en contacto con el metanol aunque usted no esté seguro si se produjo o no un contacto con la piel.

Si existe la posibilidad de exposición de la piel, deben suministrarse instalaciones para duchas de emergencia. Los trabajadores cuya ropa haya sido contaminada por el alcohol metílico deben cambiarse inmediatamente y ponerse ropa limpia.

ALMACENAMIENTO

Cuando se trata de cantidades grandes, el metanol debe almacenarse en recipientes de acero al carbón rodeado de un dique, y con sistema de extinguidores de fuego a base de polvo químico seco o dióxido de carbono; en el caso de cantidades pequeñas, entonces puede manejarse en recipientes de vidrio. Sea como fuere, el metanol siempre debe mantenerse en recipientes bien cerrados, en áreas frías y bien ventiladas, alejado de fuentes de ignición y protegido de la luz directa del sol. Asimismo, está terminantemente prohibido fumar o prender fuego abierto donde se usa, maneja o almacena metanol.

De otra parte, se debe evitar el contacto con oxidantes fuertes (tales como cloro, bromo y flúor) porque se producen reacciones violentas. De igual modo, los envases de metal utilizados durante la transferencia de alcohol metílico deben estar conectados a tierra y unidos. Los cilindros deben estar equipados con válvulas automáticas, tapas de presión al

vacío y parallamas. Se debe usar equipo y herramientas que no produzcan chispas, especialmente al abrir y cerrar envases de alcohol metílico.

TRANSPORTE Y EMPAQUE

Transporte terrestre:

Marcaje: 1230

Líquido inflamable

Código HAZCHEM: 2 PE

Transporte aéreo:

Código ICAO/IATA: 1230 Clase: 3 (6.1)

Cantidad máx. en vuelos comerciales: 1 l

Cantidad máxima en vuelos de carga: 60 l

Transporte marítimo:

Código IMDG: 3087 Clase: 3.2

Marcaje: Líquido inflamable. Venenoso.

RIESGOS

Riesgos de fuego y explosión:

Es un producto inflamable. Sus vapores pueden explotar si se prenden en un área cerrada y pueden viajar a una fuente de ignición, prenderse y regresar al área donde se produjeron en forma de fuego. Los contenedores pueden explotar. Al incendiarse, se producen gases venenosos como el formaldehído.

Riesgos a la salud:

El envenenamiento puede efectuarse por ingestión, inhalación o absorción cutánea. Ello se debe, posiblemente, a su oxidación en ácido fórmico o formaldehído, que se sabe que puede ser inhibida por etanol, pues el etanol es metabolizado de manera muy específica y desintoxica al organismo de metanol por medio de la respiración. Después de la muerte, el efecto más grave

de este producto es la ceguera permanente. Veamos, seguidamente, un conjunto de riesgos posibles y sus efectos.

- Inhalación: La exposición a una concentración mayor de 200 ppm produce dolor de cabeza, náusea, vómito e irritación de membranas mucosas. Concentraciones muy altas pueden dañar el sistema nervioso central y causar problemas en la visión. Los efectos del metanol son acumulativos y una exposición constante, aún a bajos niveles, puede causar muchos de los efectos mencionados arriba, así como daño al hígado. Estos efectos varían con cada individuo.

- Contacto con ojos: Tanto los vapores como el líquido son muy peligrosos, pues se ha observado que el metanol tiene un efecto específico sobre el nervio óptico y la retina.

- Contacto con la piel: El contacto directo produce dermatitis y los efectos típicos (mencionados arriba) de los vapores de metanol que se absorben por la piel.

- Ingestión: El envenenamiento por este medio se lleva a cabo frecuentemente por etanol adulterado y sus efectos dependen de la cantidad ingerida, pues, como se mencionó arriba, el etanol afecta el metabolismo del metanol. Generalmente, una dosis de 25 a 100 ml resulta fatal. Al principio se produce una narcosis similar a la producida por el etanol, pero después de 10 a 15 horas se presentan daños más graves sobre el sistema nervioso central, específicamente sobre el nervio óptico y, finalmente, se presentan los efectos agudos ya mencionados.

- Carcinogenicidad: No se ha observado un incremento en los casos de cáncer en trabajadores expuestos a metanol, en estudios epidemiológicos.

- Mutagenicidad: Resultó ser no mutagénico en estudios con *Salmonella typhimurium* y no indujo el intercambio de cromátida hermana.

- Peligros reproductivos: En estudios con concentraciones altas de vapor (10 000 ppm) se incrementan las malformaciones congénitas, las cuales incluyen órganos urinarios y cardiovasculares. A concentraciones de 5 000 ppm no se observaron estos efectos.

ACCIONES DE EMERGENCIA

Primeros auxilios:

- Inhalación: Mover a la víctima a un área bien ventilada y mantenerla abrigada. Si no respira, dar respiración artificial y oxígeno.
- Ojos: Lavarlos con agua o disolución salina neutra en forma abundante durante al menos 15 minutos, abriendo los párpados con los dedos.
- Piel: Lavar la zona dañada inmediatamente con gran cantidad de agua y jabón. En caso necesario, quitar la ropa contaminada rápidamente.
- Ingestión: No inducir el vómito. Pueden utilizarse de 5 a 10 gr de bicarbonato de sodio para contrarrestar la acidosis provocada por este producto y en algunos casos, se ha informado de hemodiálisis como método efectivo para este tipo de envenenamiento.

En todos los casos de exposición, el paciente debe ser transportado al hospital tan pronto como sea posible.

Control de fuego:

- Usar agua en forma de neblina, pues los chorros de agua pueden ser inefectivos.
- Enfriar todos los contenedores involucrados con agua. El agua debe aplicarse desde distancias seguras.
- En caso de fuegos pequeños, puede utilizarse extinguidores de espuma, polvo químico seco y dióxido de carbono.

Fugas y derrames:

- Utilizar el equipo de seguridad mínimo (bata, lentes de seguridad y guantes) y, dependiendo de la magnitud del siniestro, utilizar equipo de protección completo y de respiración autónoma.
- Alejar cualquier fuente de ignición del derrame.
- Ventilar el área del derrame o escape.
- Evitar que el metanol llegue a fuentes de agua y drenajes. Para ello construir diques con tierra, bolsas de arena o espuma de poliuretano, o bien, construir una fosa.
- Para aminorar los vapores generados, utilizar agua en forma de rocío y almacenar el líquido. Si el derrame es al agua, airear y evitar su movimiento mediante barreras naturales o bombas para controlar derrames y succionar el material contaminado.
- Absorber los líquidos mediante materiales como la vermiculita, arena seca, tierra, etc. y depositarlos en recipientes herméticamente cerrados. Tener la precaución debida pues el material utilizado para absorber puede quemarse; asimismo, este y el agua contaminada deben almacenarse en lugares seguros y desecharlos posteriormente de manera adecuada.
- En el caso de derrames pequeños, el líquido puede absorberse con papel y llevarse a una área segura para su incineración o evaporación, después se debe lavar el área con agua.
- Evitar que el metanol llegue a espacios cerrados o confinados donde puede haber riesgos de explosión.

Desechos:

En el caso de cantidades pequeñas, puede dejarse evaporar o incinerarse en áreas seguras. Para volúmenes grandes, se recomienda la incineración controlada junto con otros materiales inflamables.

HIDRÓXIDO DE POTASIO (KOH): HOJA DE SEGURIDAD

FÓRMULA KOH

PESO MOLECULAR 56.1047 g/mol

COMPOSICIÓN KOH: 84.50 – 90.5 %, H₂O: 9.50 – 15.50 %

SINÓNIMOS Potasa cáustica

RESUMEN DE LOS RIESGOS

- Puede causar quemaduras a los ojos, piel y membranas mucosas.
- Puede causar daño ocular permanente.
- La inhalación del polvo o aerosol puede causar daño pulmonar severo.
- Puede reaccionar violentamente con agua, ácidos y otras sustancias.
- Es altamente corrosivo.

GENERALIDADES

El hidróxido de potasio es un sólido blanco sin ningún olor especial, que presenta en cristales, escamas, briquetas y se utiliza generalmente en solución acuosa. Se utiliza en la manufactura de vidrio, en jabones, fertilizantes, limpiadores industriales, electroplateado, procesos químicos en general y la industria petrolera.

NÚMEROS DE IDENTIFICACIÓN

CAS: 1310-58-3

UN: 1813

RTECS: TT2100000

NFPA: Salud: 3 Reactividad: 1 Fuego: 0

MARCAJE: Corrosivo. No usar agua. Gases venenosos se producen en un incendio. Los contenedores pueden explotar en un incendio.

SINÓNIMOS EN OTROS IDIOMAS

Inglés: Potassium hydroxide, Lye, Caustic potash, Potassa, Potassium hydrate

Francés: Potassium hydroxyde, potasse caustique

Alemán: Kalilumhydroxid

Italiano: Idrossido di potassio

PROPIEDADES QUÍMICAS

El hidróxido de potasio es estable químicamente. Absorbe dióxido de carbono y humedad del aire.

Reacciona con:

- aire,
- agua,
- ácidos,
- metales, y
- otros.

Se debe evitar el contacto directo con agua y ácidos para evitar reacciones violentas. El Producto es corrosivo para la lata, aluminio, zinc y aleaciones conteniendo estos metales, y reacciona con ellos si se encuentran en polvo. Evitar el contacto con cuero, lana, ácidos, compuestos halogenados orgánicos, o compuestos orgánicos nitrogenados. Se puede

formar monóxido de carbono si el KOH entra en contacto con azúcares reductores, productos alimenticios y bebidas en espacios cerrados, y puede producir la muerte.

PROPIEDADES FÍSICAS Y TERMODINÁMICAS

Gravedad específica (agua=1): 2.044 (20 °C).

Presión de vapor (*mm de Hg*): 60 (a 1013 °C).

Densidad de vapor (aire = 1): no aplicable.

Tasa de evaporación: no aplicable.

% de volátiles en peso: 0.

Punto de ebullición (°C): 1320 (760 *mm de Hg*).

Punto de congelación: 400°C.

Punto de fusión: no disponible.

Solubilidad en agua (% p/p): completamente soluble.

pH: 0.01 mol/litro tiene pH 12.0

Temperatura de descomposición térmica: no disponible.

NIVELES DE TOXICIDAD

LD₅₀ (oral en ratas): 365 mg/kg.

Niveles de irritación a piel de conejos (50 mg, 24 h): severa.

Niveles de irritación a ojos de conejos a las 24 h: severa.

Exposición dérmica humana:

Sin importar la concentración, la severidad del daño y el grado de irreversibilidad del mismo se incrementan con la duración

del tiempo de contacto. Un contacto prolongado con hidróxido de potasio, incluso diluido (>2%), puede causar un alto grado

de destrucción de tejidos. El periodo de latencia luego del contacto con la piel, durante el cual no hay sensación de irritación,

también varía con la concentración.

Consideraciones ecotoxicológicas:

Este material no es biodegradable y produce una leve toxicidad a organismos acuáticos en pruebas de laboratorio. Por

ser fuertemente alcalino, cuando se descarga a aguas superficiales el KOH ocasiona un incremento del pH de las mismas,

dependiendo de su capacidad de amortiguamiento. Los organismos acuáticos se estresan a niveles de pH por encima de

9, aunque muchas especies son tolerantes a niveles de pH de alrededor de 10. Este compuesto no es bioacumulable en

organismos, aunque se deben tomar precauciones para evitar su descarga accidental al ambiente.

Límites de exposición en Estados Unidos:

TLV: 2 mg/m₃ (turno de 10 horas).

PEL: 2 mg/m₃ (concentración máxima instantánea).

MANEJO

Vestimenta

-Utilizar guantes resistentes a los químicos, como caucho, neopreno o vinilo.

-Utilizar ropa de protección para minimizar contacto con la piel, cerrada en el cuello y las muñecas.

-Lavar las ropas contaminadas y secar antes del reempleo.

-Desechar los zapatos que no puedan ser descontaminados.

Protección de los ojos

Utilizar gafas de protección química.

Protección respiratoria

No es necesaria bajo condiciones normales de uso. En caso de que se puedan producir contaminantes aerotransportados, usar un respirador aprobado.

Manipulación

Utilizar equipo de protección personal cuando se trabaje con KOH. Se debe contar con una ducha de seguridad y con equipo de lavado de ojos cerca del lugar de trabajo. No se requiere equipo de ventilación especial para las condiciones normales de uso, pero siempre se debe evitar la inhalación de polvo y se recomienda el empleo de sistemas adecuados de ventilación local (extractores de aire).

Se puede formar gas de monóxido de carbono (CO) si el hidróxido entra en contacto con productos alimenticios o de bebida en espacios cerrados; este gas es venenoso y puede causar la muerte. En estos casos sí se requeriría de ventilación especial.

Los contenedores, incluso cuando están vacíos, retienen residuos y vapores del producto, y deben ser manejados como si estuvieran llenos. De igual modo, resulta importante evitar que entre en contacto con los ojos, piel o vestimenta. No se debe ingerir.

Es importante mantener el KOH alejado de ácidos, para evitar posibles reacciones violentas. Asimismo, si el producto es añadido muy rápidamente, o sin agitar, y se concentra en el fondo del envase de mezclado, se puede generar un exceso de calor que resulta en peligro de ebullición y salpicaduras, y una posible erupción inmediata y violenta de solución altamente cáustica.

Después de toda manipulación, debe haber un aseo a fondo, pues la exposición puede causar quemaduras que no son visibles ni dolorosas inmediatamente.

Instrucciones de mezclado y manipulación

- Cuando el producto es mezclado con agua se genera un calor considerable, por ello resulta importante seguir los siguientes pasos cuando se hagan soluciones:
- Usar siempre la ropa y gafas de protección.
- Nunca añadir agua al producto. Siempre añadir el producto, con agitación constante, lentamente a la superficie de agua tibia, para asegurar que el producto se disuelve completamente mientras se añade.
- El producto puede reaccionar explosivamente con ácidos, aldehídos y muchos otros Compuestos orgánicos, por eso añadirlo muy gradualmente mientras se agita constantemente.
- Siempre vaciar y limpiar los recipientes de todos los residuos de cualquier sustancia antes de poner ahí el KOH, para evitar posibles reacciones violentas entre este producto y los residuos desconocidos.
- Evitar el contacto con aluminio, lata, zinc y aleaciones de estos metales; asimismo, evitarlo también con cuero, lana, ácidos, compuestos orgánicos halogenados y compuestos orgánicos nitrogenados.

ALMACENAMIENTO

- Mantener los contenedores bien cerrados y rotulados apropiadamente.
- Mantener los recipientes cerrados excepto cuando se transfiere material.
- Almacenar en una zona fresca y ventilada lejos de materiales incompatibles (ver sección anterior).

TRANSPORTE Y EMPAQUE

Transporte terrestre:

Marcaje: UN1813

Hidróxido de potasio, sólido

Transporte aéreo:

Código ICAO/IATA: 1813 Clase: 8 (9.2)

RIESGOS

Riesgos de fuego y explosión:

El hidróxido de potasio no es combustible ni inflamable. Sin embargo, el contacto directo con agua o ácidos fuertes puede causar una reacción exotérmica violenta.

Riesgos a la salud:

- *Rutas de ingreso:* Inhalación e ingestión.
- *Órganos que pueden ser afectados:* Ojos, piel, tracto respiratorio, tracto gastrointestinal.
- *Irritabilidad:* Líquidos, vapores o polvo pueden ser irritantes para los ojos, piel y tracto respiratorio.
- *Carcinogenicidad:* Ninguna conocida.

Exposición de corto plazo (aguda):

- *Inhalación:* La exposición al vapor, polvo o líquido puede producir quemaduras del tracto respiratorio. Exposiciones severas pueden resultar en neumonía química.
- *Contacto con ojos:* El contacto puede causar daño severo, incluyendo quemaduras y ceguera. La severidad de los efectos depende de la concentración y de la rapidez con que se lavan los ojos después de la exposición.
- *Contacto con la piel:* Es corrosivo. El contacto puede causar quemaduras y destrucción de tejidos. La irritación puede ocurrir luego de un periodo inicial de latencia (retraso entre el momento de la exposición y el momento en que se inicia la irritación). Este periodo de latencia puede variar entre muchas horas para una solución diluida (0.04%) y minutos para soluciones más concentradas (25-50%). El contacto prolongado o repetitivo, incluso en concentraciones diluidas, puede causar un alto grado de destrucción de tejidos.
- *Ingestión:* Corrosivo. Causa quemaduras severas y perforación total del tejido de membranas mucosas de la boca, garganta y estómago.
- *Exposición repetida (crónica):* No hay efectos crónicos conocidos.

ACCIONES DE EMERGENCIA

Primeros auxilios:

- *Inhalación:* Mover a la víctima a un área bien ventilada y con aire fresco. Si la respiración es dificultosa, conseguir una persona entrenada para que administre oxígeno. Si la respiración cesa, administrar respiración artificial. Buscar atención médica inmediatamente.
- *Ojos:* Inmediatamente enjuagarlos con una corriente de agua directa durante al menos 15 minutos, abriendo los párpados con los dedos para asegurar una irrigación completa de todo el ojo y el tejido de los párpados. El lavado dentro de los primeros segundos es esencial para lograr una máxima efectividad. Buscar atención médica inmediatamente.
- *Piel:* Enjuagar exhaustivamente con agua fresca bajo una ducha y quitar la ropa y calzado contaminados. Desechar el calzado que no sea de caucho. Lavar la ropa antes de volver a usarla. Buscar atención médica lo más pronto posible.
- *Ingestión:* Nunca suministrar algo vía oral a una persona inconsciente. No inducir al vómito. Dar grandes cantidades de agua (de ser posible, múltiples vasos de leche). Si el vómito ocurre espontáneamente, mantener las vías respiratorias limpias y dar más agua. Buscar atención médica inmediata.

En todos los casos de exposición, el paciente debe ser transportado al hospital tan pronto como sea posible.

Control de fuego:

El KOH no es inflamable ni combustible. Sin embargo, en caso de que haya fuego en las cercanías de su lugar de almacenamiento tomar las siguientes medidas:

- Mantener frescos los recipientes expuestos al fuego mediante aplicación de agua en forma de neblina.
- Usar agua para refrescar los contenedores pero evitar que el agua entre en contacto con el hidróxido.
- Utilizar equipo de respiración autocontenido y de presión positiva y ropa protectora completa.

Fugas y derrames:

- Evacuar al personal innecesario.
- Contener el material y prevenir la acumulación de polvo.
- Precaución importante: este producto puede reaccionar fuertemente con ácidos y agua.

Nunca verter al desagüe.

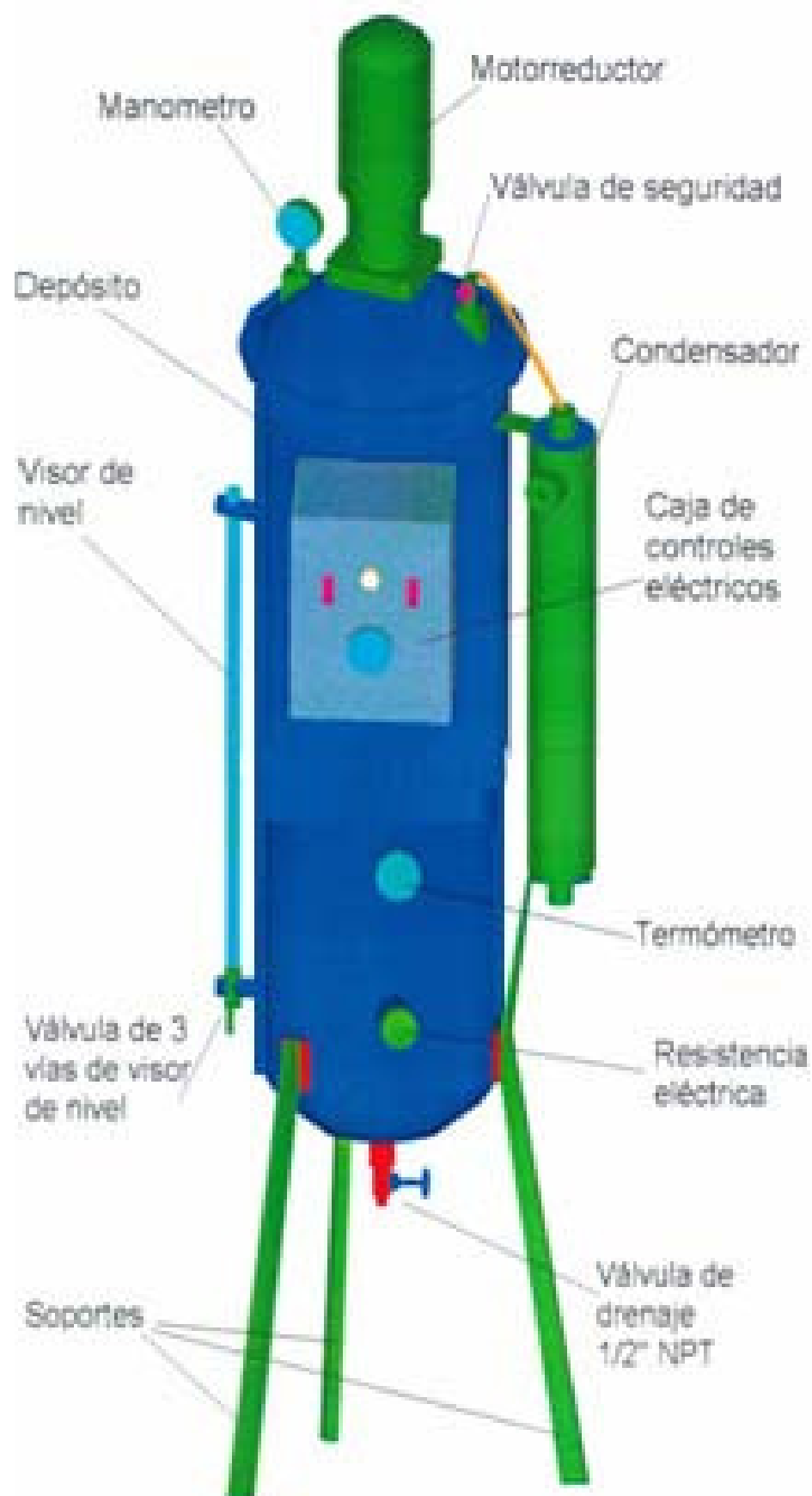
• Métodos de limpieza: el material seco puede ser levantado con una pala. El material líquido puede ser removido con un tren de vacío. Neutralizar trazas remanentes con cualquier ácido inorgánico diluido (clorhídrico, sulfúrico o acético). Enjuagar el área del derrame con agua y luego poner una cubierta de carbonato de sodio. Todo el material de limpieza debe ser removido para un tratamiento adecuado o disposición final. Derrames en superficies no pavimentadas (por ejemplo, tierra o arena) pueden ser manejados mediante la remoción del suelo afectado y su disposición en contenedores apropiados.

APÉNDICE M

REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL REACTOR DE

TRANSESTERIFICACIÓN ANALIZADO EN LA TESIS, INCLUIDAS LAS

PARTES MÁS IMPORTANTES



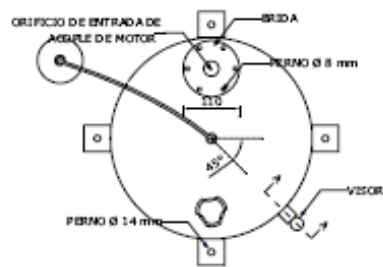
APÉNDICE N

PLANOS ALTERNATIVOS DE UN REACTOR DE

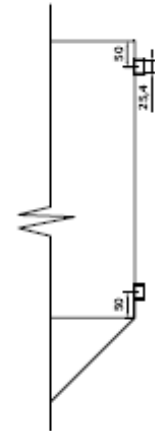
TRANSESTERIFICACIÓN NO INDUSTRIAL

REACTOR

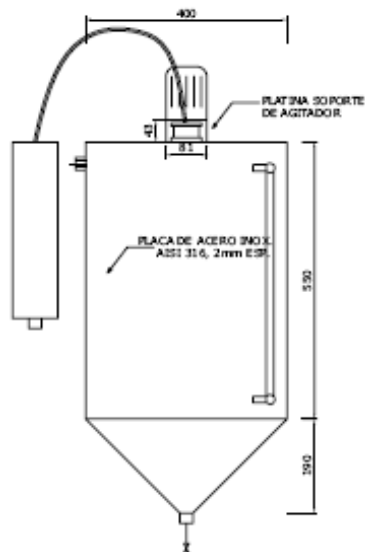
VISTA SUPERIOR
APOYO DEL MOTOR



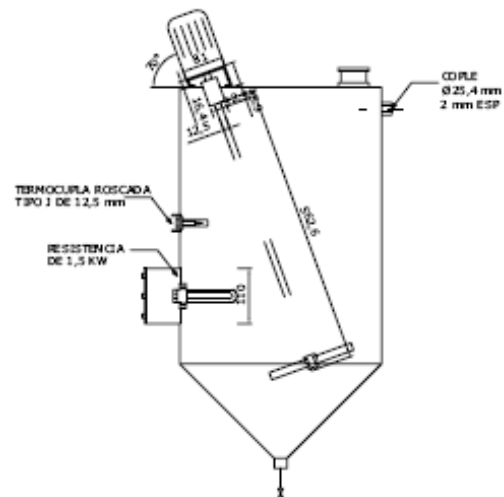
CORTE AA



VISTA FRONTAL



VISTA EN CORTE



Proyecto Biodiésel ITDG - UNALM

REACTOR

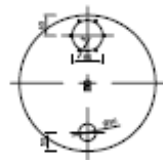
ESCALA:
1/10

DIBUJANTE:
Elsa Cortijo Aragón

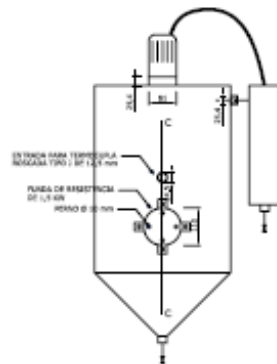
PLANO 1/10

REACTOR

VISTA SUPERIOR
TAPA DEL CILINDRO

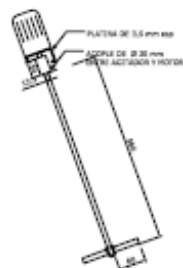


VISTA POSTERIOR



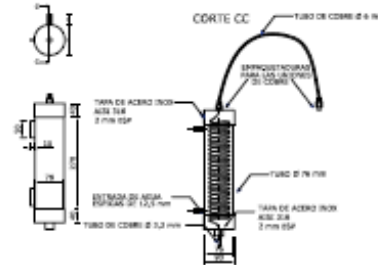
Esc: 1 / 15

AGITADOR



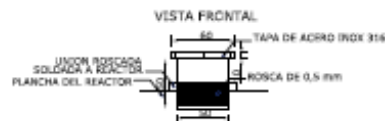
Esc: 1 / 15

CONDENSADOR DE METANOL



Esc: 1 / 15

TAPA



Esc: 1 / 5

VISTA SUPERIOR



RESISTENCIA

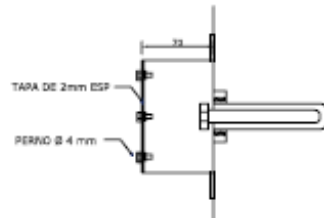
COILE ROSCADO A TANQUE
2 NPT AISI 316



RESISTENCIA 1.5 KW

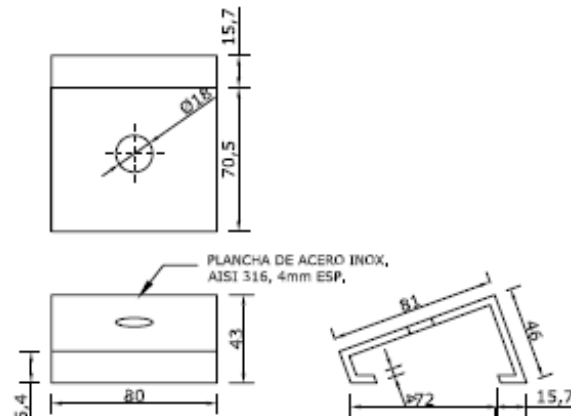


INSTALACION DE RESISTENCIA



Esc: 1 / 5

SOPORTE DE AGITADOR



Esc: 1 / 2.5

Proyecto Blodlése ITDG - UNALM

REACTOR	ESCALA
	Indicada
COLOCADO	PLANO 101
Elsa Cortijo Aragón	

BIBLIOGRAFÍA

1. GERHARD KNOTHE, JON VAN GERPEN, JÜRGEN KRAHL, The Biodiesel Handbook, AOCS PRESS Champaign, Illinois.
2. <http://www.engormix.com>
3. <http://www.eco2site.com>
4. <http://www.higueroil.com>
5. LEONARDO QUIÑONES CANTOR, OSCAR MATEUS PRIETO, Dimensionamiento y montaje de un reactor piloto para la obtención de biodiesel a partir de aceites vegetales gastados, 2003.
6. COLLABORATIVE BIODIESEL TUTORIAL
7. <http://www.biodiesel.com.ar>
8. BARRIGA ALFREDO, Producción y Uso de Aceites Vegetales y Biodiesel en Ecuador.
9. <http://www.biocarburantesmagazine.com>
10. GENIZ MOLINA SANDRA, Universidad de San Martín de Porres, Perú,
11. A. E. BLANGINO Y S. D. ROMANO, Modelado y Correlación de propiedades en Biodiesel
12. Perry, R. H., D. W. Green. "Perry's Chem. Eng. Handbook", McGraw Hill (1999).
13. De la Vega Lozano Jorge Alejandro , Consultor, México

14. CRUZ Y VICTORIA, M.T., CONTRERAS-TINOCO, K.E., ANAYA-SOSA, I, ACEITE DE LA (*Jatropha curcas*), Análisis de su composición.
15. J. VAN GERPEN, B. SHANKS, AND R. PRUSZKO, Biodiesel Production Technology, Iowa State University, 2004.
16. BENAVIDES ALIRIO, BENJUMEA PEDRO, PASHOVA VESELINA, El biodiesel de aceite de Higuierilla como combustible alternativo para motores diesel, 2007.
17. <http://www.biodieseldelplata.com.ar>
18. MC MURRY J., Química orgánica. International Thomson editores, México, 2001.
19. CASTRO PAULA, COELLO JAVIER, CASTILLO LILIANA, Opciones para la producción y uso del biodiesel en el Perú, 2007.
20. Acosta Fernando, Castro Paula, Cortijo Elsa, Manual de construcción y uso de reactor para producción de biodiesel a pequeña escala, 2008.
21. Ruiz, E. y Arias, M., Mezclas de Biodiesel.
22. BALLESTEROS MERCEDES, Módulo V: Energía de la Biomasa (II): BIOCARBURANTES, Gestión de las energías renovables: Perspectivas de futuro, 6ª edición, 2008.