



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**EVALUACIÓN DEL TRATAMIENTO DE REFINO DE BIODIÉSEL, PARA LA
REMOCIÓN DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES
DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO**

Lee Stevens Hernández Rivera

Asesorado por la Inga. Telma Maricela Cano Morales
e Ing. Mario José Mérida Meré

Guatemala, mayo de 2015

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DEL TRATAMIENTO DE REFINO DE BIODIÉSEL, PARA LA
REMOCIÓN DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES
DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA

POR

LEE STEVENS HERNÁNDEZ RIVERA

ASESORADO POR LA INGA. TELMA MARICELA CANO MORALES
E ING. MARIO JOSÉ MÉRIDA MERÉ

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, MAYO DE 2015

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Angel Roberto Sic García
VOCAL I	
VOCAL II	Ing. Pablo Christian de León Rodríguez
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Narda Lucía Pacay Barrientos
VOCAL V	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympto Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. César Alfonso García Guerra
EXAMINADOR	Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl de León de Paz
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

EVALUACIÓN DEL TRATAMIENTO DE REFINO DE BIODIÉSEL, PARA LA REMOCIÓN DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 26 de noviembre de 2013.

Lee Stevens Hernández Rivera



CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERIA
FACULTAD DE INGENIERIA
UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



Guatemala, 29 de Octubre de 2014

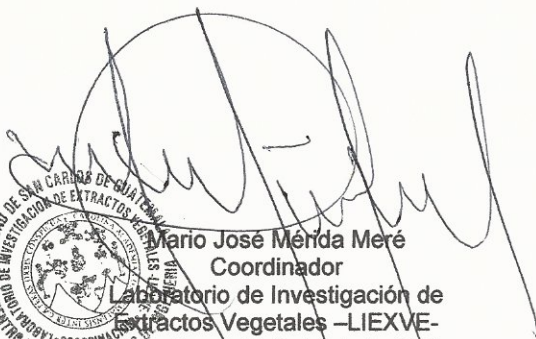
Ingeniero
V́ctor Manuel Monz3n Valdez
Director Escuela de Ingenieŕa Qúmica
Facultad de Ingenieŕa
Universidad de San Carlos de Guatemala
Presente.

Ingeniero Monz3n.

Por medio de la presente HACEMOS CONSTAR que he hemos aprobado y revisado el Informe de Trabajo de Graduaci3n titulado: **EVALUACI3N DEL TRATAMIENTO DE REFINO BIODIESEL, PARA LA REMOCI3N DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO**, realizado por el estudiante de Ingenieŕa Qúmica, Lee Stevens Hern3ndez Rivera, quien se identifica con carn3 n3mero 2008-15268, estudio realizado en las instalaciones del Laboratorio de Investigaci3n de Extractos Vegetales -LIEXVE- y nos encontramos conformes con el mismo.

Sin otro particular y agradeciendo su atenci3n me suscribo ante usted.

Atentamente,


Mario Jos3 M3rda Mer3
Coordinador
Laboratorio de Investigaci3n de
Extractos Vegetales -LIEXVE-
Secci3n de Qúmica Industrial
CII/USAC
Asesor


Telma Maricela Cano Morales
Directora
Centro de Investigaciones de Ingenieŕa / USAC
Asesora





Guatemala, 25 de noviembre de 2014
Ref. EIQ.TG-IF.068.2014

Ingeniero
Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Monzón:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **120-2013** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Solicitado por el estudiante universitario: **Lee Stevens Hernández Rivera**.
Identificado con número de carné: **2008-15268**.
Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO**.

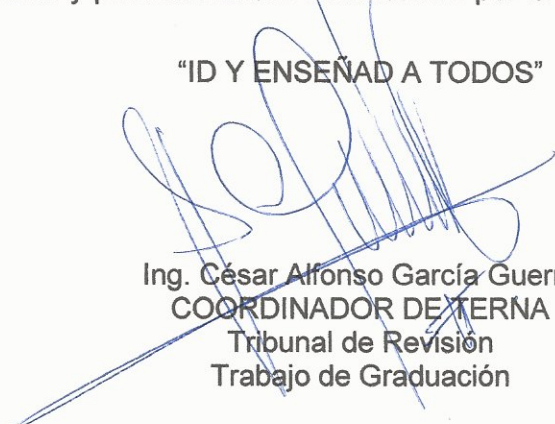
Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

EVALUACIÓN DEL TRATAMIENTO DE REFINO DE BIODIESEL, PARA LA REMOCIÓN DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por los Ingenieros Químicos: **Telma Maricela Cano Morales** y **Mario José Mérida Meré**.

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

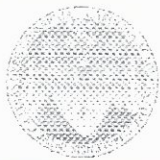
"ID Y ENSEÑAD A TODOS"


Ing. César Alfonso García Guerra
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo





Ref.EIQ.TG.055.2015

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del estudiante, **LEE STEVENS HERNÁNDEZ RIVERA** titulado: "EVALUACIÓN DEL TRATAMIENTO DE REFINO DE BIODIÉSEL, PARA LA REMOCIÓN DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO". Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, mayo 2015

Cc: Archivo
VMMV/ale





DTG. 220.2015

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **EVALUACIÓN DEL TRATAMIENTO DE REFINO DE BIODIÉSEL, PARA LA REMOCIÓN DE GLICERINA LIBRE Y TOTAL, MEDIANTE EL USO DE TRES DIFERENTES ADSORBENTES COMERCIALES A ESCALA LABORATORIO**, presentado por el estudiante universitario: **Lee Stevens Hernández Rivera**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:

Ing. Angel Roberto Sic García
Decano

Guatemala, 22 de mayo de 2015

/gdech



ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Porque sin Él nada sería posible, por guiarme en el buen camino y bendecirme a lo largo de toda mi vida.
Mis padres	Ingrid Rivera y Lee Hernández, por su amor incondicional, sus sabios consejos y enseñarme a luchar por los sueños.
Mis hermanos	Marlon y Marcos Javier Hernández Rivera, por su amor y apoyo.
Mis abuelas	María Amparo Conde por ser una fuente de inspiración, y Fidelina Orozco, flores en su tumba.
Mis tíos	Evelyn Rivera por ser como una madre. Mynor y Jacqueline del Valle; Rufina y Julio Hernández; Mirna Conde por brindarme su apoyo, cariño y consejos a lo largo de mi vida.
Mis asesores	Inga. Telma Maricela Cano Morales e Ing. Mario José Mérida Meré, por sus consejos, y compartir sus conocimientos y experiencia a lo largo de mi formación profesional.

Mi revisor

Ing. César Alfonso García, por compartir su experiencia, ser una fuente de inspiración, asesorarme y revisar mi trabajo de graduación.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	Por ser mi casa de estudios durante 5 años.
Facultad de Ingeniería	Por formarme como profesional y darme la oportunidad de trabajar y servir a la comunidad estudiantil.
CII	Centro de Investigaciones de Ingeniería, por su apoyo en la realización de mi diseño experimental y ser parte de mi formación profesional y laboral.
LIEXVE	Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales, por ser una fuente de conocimientos y su apoyo para la realización de mi estudio de tesis.
Departamento de Química General	Por abrirme las puertas para trabajar como auxiliar de cátedra.
Dra. Casta Zeceña	Por apoyarme en mi formación académica y brindarme una oportunidad laboral dentro de la Facultad de Ingeniería.

Mis amigos

Eddie Raguay, Randy Monzón, Diego Simón, Ana Rodríguez, Eduardo Rodríguez, Pablo Orellana, Edwin Saravia y Wagner Monterroso por sus consejos y su amistad.

Mis compañeros de trabajo

Por compartir sus conocimientos y ser un verdadero apoyo a lo largo de mi formación laboral.

Ing. Julio Villasilnda

Por su asesoría en la caracterización fisicoquímica del biodiésel.

Ing. Víctor Monzón

Por su apoyo y entrega como director de la Escuela de Ingeniería Química y ser una fuente de inspiración.

2.1.5.3.	Corrosión tira de cobre, 3 horas a 50 °C	15
2.1.5.4.	Calor de combustión, MJ/kg	15
2.1.5.5.	Gravedad API, °API.....	15
2.1.5.6.	Viscosidad cinemática	16
2.1.5.7.	Ceniza, porcentaje peso	16
2.1.5.8.	Índice de cetano, calculado	16
2.1.5.9.	Agua y sedimentos, porcentaje volumen.....	17
2.1.5.10.	Destilación, 760 mm Hg con base a recuperado °C	17
2.1.5.11.	Glicerina libre y total.....	17
2.1.6.	Adsorción	17
2.1.6.1.	Quimisorción	18
2.1.6.2.	Fisorción	19
2.1.6.3.	Descripción del proceso de adsorción.....	20
2.1.6.4.	Adsorción de mezclas	21
2.1.6.5.	Cinética de la adsorción	21
2.2.	Mecanismos de transporte en la adsorción	22
2.3.	Isotermas de adsorción	23
2.3.1.	Isotermas de adsorción en un sistema sólido-líquido.....	23
2.3.1.1.	Isoterma de Freundlich.....	25
2.3.1.2.	Isoterma de Langmuir	26
2.3.2.	Área superficial.....	27
2.4.	Minerales adsorbentes	27
2.4.1.	Caolín	28
2.4.2.	Talco	29

2.4.3.	Carbonato de calcio	31
2.5.	Espectroscopía y medición de absorbancia y transmitancia ...	32
2.6.	Refractometría	35
2.6.1.	Índice de refracción	35
2.7.	Purificación de compuestos polares en el biodiésel	35
2.7.1.	Decantación	37
2.7.2.	Lavado del biodiésel	38
2.7.3.	Secado del biodiésel	40
2.7.4.	Recuperación del alcohol	40
2.8.	Norma ASTM 6751 relacionada con el contenido de glicerina libre y total	40
2.9.	Valoración yodométrica	41
3.	METODOLOGÍA	43
3.1.	Variables	43
3.2.	Delimitación del campo de estudio	44
3.3.	Ubicación	44
3.3.1.	Lugar de obtención del biodiésel a partir de aceite de soya	45
3.3.2.	Lugar del tratamiento de refinado del biodiésel	45
3.3.3.	Lugar de caracterización fisicoquímica	45
3.4.	Recursos humanos	46
3.5.	Recursos materiales	46
3.6.	Equipo y cristalería	47
3.7.	Técnica cuantitativa	48
3.8.	Procedimiento	49
3.8.1.	Lavado y secado del biodiésel	49
3.8.2.	Dosificación de glicerina	50
3.8.3.	Purificación y secado del biodiésel	50

3.8.4.	Medición del índice de refracción	50
3.8.5.	Medición de absorbancia.....	51
3.8.6.	Caracterización fisicoquímica del biodiésel obtenido según el Reglamento Técnico Centroamericano RTCA 75.02.43:07	52
3.8.6.1.	Método AOCS ⁸ Ca 14-56 para cuantificación de glicerina libre y total	53
3.9.	Diseño experimental.....	59
3.10.	Análisis estadístico.....	59
3.10.1.	Análisis de varianza de dos factores para el contenido de glicerina libre.....	62
3.10.2.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina total	67
3.11.	Muestra de cálculo para la comparación de medias en la determinación de las características fisicoquímicas del biodiésel tratado con adsorbentes minerales	71
4.	RESULTADOS.....	75
5.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	103
	CONCLUSIONES.....	113
	RECOMENDACIONES	115
	BIBLIOGRAFÍA.....	117
	APÉNDICES.....	119
	ANEXOS.....	141

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Reacción de transesterificación	14
2.	Etapas en el proceso de adsorción	20
3.	Tipos de isothermas	25
4.	Caolín, mineral pulverizado y tamizado.....	29
5.	Talco, mineral pulverizado y tamizado	30
6.	Carbonato de calcio, mineral pulverizado	32
7.	Espectro electromagnético.....	33
8.	Comportamiento de un haz sobre una celda.....	34
9.	Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	76
10.	Porcentaje de glicerina total en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	76
11.	Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	77
12.	Porcentaje de glicerina total en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	78
13.	Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	79

14.	Porcentaje de glicerina total en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.....	79
15.	Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.....	80
16.	Porcentaje de glicerina total en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.....	81
17.	Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	82
18.	Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	83
19.	Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	84
20.	Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	85
21.	Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	86
22.	Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	87

23.	Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	88
24.	Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	89
25.	Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	92
26.	Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	93
27.	Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	94
28.	Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	95
29.	Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	96
30.	Isotermas de Freundlich, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	98
31.	Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	99
32.	Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	101

TABLAS

I.	Cuadro de análisis de variables	43
II.	Mediciones para el procedimiento de cuantificación de glicerina libre y total.	56
III.	Experimento de dos factores.....	60

IV.	Análisis de varianza para el experimento de dos factores con n-repeticiones	61
V.	Experimento de dos factores para el porcentaje de glicerina libre (2 % m/m, 600 rpm).....	63
VI.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (2 % m/m, 600 rpm)	63
VII.	Experimento de dos factores para el porcentaje de glicerina libre (4 % m/m, 600 rpm).....	64
VIII.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (4 % m/m, 600 rpm)	64
IX.	Experimento de dos factores para el porcentaje de glicerina libre (2 % m/m, 800 rpm).....	65
X.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (2 % m/m, 800 rpm)	65
XI.	Experimento de dos factores para el contenido de glicerina libre (4 % m/m, 800 rpm).....	66
XII.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (4 % m/m, 800 rpm)	66
XIII.	Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 600 rpm).....	67
XIV.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 600 rpm)	68
XV.	Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 600 rpm).....	68
XVI.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 600 rpm)	69
XVII.	Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 800 rpm).....	69

XVIII.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 800 rpm).....	70
XIX.	Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 800 rpm).....	70
XX.	Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 800 rpm).....	71
XXI.	Contenido de glicerina libre en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m, a 600 rpm.	75
XXII.	Contenido de glicerina libre y total en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	77
XXIII.	Contenido de glicerina libre y total en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	78
XXIV.	Contenido de glicerina libre y total en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	80
XXV.	Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	81
XXVI.	Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	82
XXVII.	Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	83

XXVIII.	Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	84
XXIX.	Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	85
XXX.	Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	86
XXXI.	Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	87
XXXII.	Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	88
XXXIII.	Prueba de t-Student para el análisis de punto de inflamabilidad (°C), asumiendo varianzas iguales.	89
XXXIV.	Prueba de t-Student para el análisis de corrosión en la tira de cobre (3 horas a 50 °C), asumiendo varianzas iguales.	90
XXXV.	Prueba de t-Student para el análisis de poder calorífico superior (MJ/Kg), asumiendo varianzas iguales.	90
XXXVI.	Prueba de t-Student para el análisis de viscosidad cinemática (50 °C, mm ² /s), asumiendo varianzas iguales.	91
XXXVII.	Prueba de t-Student para el análisis de agua y sedimento (por ciento volumen), asumiendo varianzas iguales.	91
XXXVIII.	Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refinado de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	92

XXXIX.	Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	93
XL.	Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	94
XLI.	Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	95
XLII.	Parámetros de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	96
XLIII.	Correlación matemática de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	97
XLIV.	Parámetros de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm.	97
XLV.	Correlación matemática de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm.	98
XLVI.	Parámetros de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	99
XLVII.	Correlación matemática de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm.	100

XLVIII.	Parámetros de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.	100
XLIX.	Correlación matemática de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm.....	101

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
Atm	Atmósferas
q_e	Cantidad de soluto adsorbido por gramo de adsorbente
K_f	Capacidad de adsorción del adsorbente
R²	Coeficiente de correlación
C_e	Concentración del soluto en el equilibrio
N	Concentración expresada en normalidad
σ	Desviación estándar
R_n	Enésima corrida experimental
F	Factor de Fisher
°C	Grados Celsius
g	Gramos
n	Intensidad de adsorción
L	Litros
\bar{x}	Media aritmética
mL	Mililitros
mm	Milímetros
min	Minutos
ppm	Partes por millón
%	Porcentaje
% m/m	Porcentaje masa-masa
% v/v	Porcentaje volumen/volumen
pH	Potencial de hidrógeno

rpm	Revoluciones por minuto
SSE	Suma de cuadrados para el error
SSA	Suma de cuadrados para tratamientos A
SSB	Suma de cuadrados para tratamientos B
SST	Suma de cuadrados totales
T	Temperatura
t	Tiempo
VTM	Volumen de titulante usado en una muestra de biodiésel
VTB	Volumen de titulante usado en una muestra de blanco

GLOSARIO

Absorbancia	Se define como el logaritmo (de base 10) negativo de la transmitancia.
Adsorbato	Sustancia adsorbida en la superficie de un adsorbente: el adsorbato se adhiere sobre la superficie del adsorbente por un proceso de adsorción.
Adsorbente	Sustancia, generalmente sólida, con una gran capacidad de adsorción. Suele tener estructura porosa.
Adsorción	Fenómeno de acumulación de partículas sobre una superficie por atracción por un cuerpo, moléculas o iones de otro cuerpo.
Alcohol	Compuestos químicos orgánicos que contienen un grupo hidroxilo (-OH) en sustitución de un átomo de hidrógeno enlazado de forma covalente a un átomo de carbono.
Biodiésel	Combustible líquido que es obtenido a partir de lípidos naturales como aceites o grasas animales, el cual puede ser utilizado como sustituto total o parcial del gasóleo obtenido del petróleo.

Blanco	Agua, reactivo o matriz equivalente a lo que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.
Caolín	Suelo natural en el que abunda la caolinita, que le aporta a menudo un color blanco. Es utilizada en ciertos medicamentos y como agente adsorbente. Cuando la materia no es muy pura, se utiliza en fabricación de papel.
Carbonato de calcio	Compuesto ternario, que entra dentro de la categoría de las oxisales. Es una sustancia muy abundante en la naturaleza. Se utiliza habitualmente como suplemento de calcio, como antiácido y agente adsorbente. Es fundamental en la producción de vidrio y cemento, entre otros productos.
Espectrofotómetro	Aparato que mide la cantidad de luz absorbida por una sustancia en disolución y compara intensidades espectrales con respecto a una longitud de onda.
Espectroscopía	Procedimiento analítico que se fundamenta en la medición de la cantidad de energía radiante que absorbe un sistema químico en función de la longitud de onda de la radiación, basada en la interacción materia-radiación electromagnética.

Fisisorción	Adsorción por el cual un elemento o compuesto químico, se adhiere a una superficie, que puede estar formada por el mismo tipo de compuesto o por alguno diferente, y en el que la especie adsorbida (fisisorbida) conserva su naturaleza química.
Glicerina	Alcohol con tres grupos hidroxilos ($-OH$). Se trata de uno de los principales productos de la degradación digestiva de los lípidos. Junto con los ácidos grasos, es uno de los componentes de los triglicéridos y los fosfolípidos. Se presenta en forma de líquido a temperatura ambiente de 25 grados Celsius y es higroscópico e inodoro.
Glicerina libre	Glicerina remanente en el biodiésel.
Glicerina total	Es la suma de la glicerina libre y la porción de glicerina de un aceite o una grasa que no ha reaccionado o que ha reaccionado parcialmente.
Isoterma de adsorción	Ecuación que relaciona la cantidad de sustancia que se une a una superficie con concentración en fase gaseosa o en solución, a temperatura fija.

Isoterma de Freundlich	Isoterma de adsorción cuya curva relaciona la concentración de un soluto en la superficie de un adsorbente, con la concentración del soluto en el líquido con el que está en contacto.
Isoterma de Langmuir	Isoterma de adsorción que relaciona la adsorción de moléculas en una superficie sólida con la presión de gas o concentración de un medio que se encuentre encima de la superficie sólida a una temperatura constante.
Lavado	Operación que consiste en adicionar pequeñas cantidades de agua al biodiésel con la finalidad de remover pequeñas trazas de glicerina y reactivos remanentes.
Maceración dinámica	Proceso de extracción sólido-líquido. El producto sólido posee una serie de compuestos solubles en el líquido extractante que son los que se pretende extraer.
Refinación	Proceso de purificación de una sustancia química obtenida muchas veces a partir de un recurso natural.
Refractometría	Método óptico de determinar la velocidad de propagación de la luz en un medio, la cual se relaciona directamente con la densidad de este compuesto.

Transesterificación	Proceso de intercambiar el grupo alcoxi de un éster por otro alcohol. Estas reacciones generalmente son catalizadas mediante la adición de un ácido o una base.
Transmitancia	Magnitud que expresa la cantidad de energía que atraviesa un cuerpo en la unidad de tiempo.

RESUMEN

En este trabajo se tuvo como objetivo evaluar el tratamiento del biodiésel mediante el uso de 3 diferentes adsorbentes (carbonato de calcio, caolín, talco). Se realizaron variaciones en la concentración y el tamaño de partícula del adsorbente, tiempo y velocidad de agitación, donde se monitoreó el proceso mediante la medición del índice de refracción y absorbancia del agua de lavado en función del tiempo; se comparó este valor con los valores de refinamiento convencional y con base al comportamiento de las mediciones se determinó si es posible purificar biodiésel por medio de materiales adsorbentes. Además se cuantificó el contenido de glicerina libre y total mediante el Método AOCS⁸ Ca 14-56 durante la etapa de purificación.

En el proceso de tratamiento del biodiésel se dosificó glicerina al 5 por ciento masa-masa respecto al biodiésel. La mezcla se agitó durante un tiempo mínimo de 15 minutos. Se realizaron pruebas con diferentes tipos (caolín, carbonato de calcio, talco) y concentraciones de adsorbente (2, 4 por ciento masa-masa) en intervalos de 15 minutos hasta obtener el punto de ruptura del material adsorbente.

El biodiésel tratado fue enviado a las instalaciones del Ministerio de Energía y Minas en donde se sometió a varios tipos de pruebas para determinar sus propiedades fisicoquímicas, para comparar y verificar si cumple con las normativas establecidas por el Reglamento Técnico Centroamericano RTCA 75.02.43:07.

Los resultados obtenidos demostraron que es posible tratar el biodiésel con adsorbentes minerales, además se evidenció que existen diferencias significativas entre los adsorbentes minerales con las variables definidas en el diseño experimental. El talco al 4 por ciento masa-masa a 800 revoluciones por minuto, fue el mineral más eficiente en la remoción de glicerina libre y total con un porcentaje de remoción de 0,05 y 0,14 por ciento respectivamente. Según la Norma ASTM 6751 los resultados fueron satisfactorios respecto a la remoción de glicerina total, sin embargo, el contenido de glicerina libre se encontró fuera de los parámetros.

OBJETIVOS

General

Evaluar el refinado de biodiésel en función del uso de tres diferentes adsorbentes comerciales (caolín, carbonato de calcio y talco), para la remoción de glicerina libre y glicerina total, con base al tiempo de contacto por maceración dinámica a escala laboratorio.

Específicos

1. Evaluar la reducción del contenido de glicerina libre y total mediante el contacto del biodiésel con tres materiales adsorbentes hasta cumplir la especificación de la Norma ASTM 6751.
2. Evaluar el contenido de glicerina libre y total presentes en el biodiésel con los 3 adsorbentes seleccionados, durante el proceso de adsorción según el Método AOCS⁸ Ca 14-56.
3. Evaluar el proceso de adsorción de glicerina en función del tiempo (monitorear), mediante la medición de índice de refracción o absorbancia del agua de lavado del material adsorbente.
4. Comparar las características fisicoquímicas del biodiésel tratado con materiales adsorbentes y el obtenido mediante lavados con agua y determinar sus diferencias significativas.

5. Comparar el porcentaje de remoción de glicerina libre y glicerina total utilizando tres materiales adsorbentes (caolín, carbonato de calcio y talco) y determinar si existen diferencias significativas.
6. Realizar un estudio comparativo del proceso de adsorción con los tres adsorbentes seleccionados mediante la correlación de los datos experimentales con los modelos de isotermas de adsorción.

Hipótesis

El biodiésel obtenido a partir de aceite vegetal, puede ser tratado mediante el uso adsorbentes a escala laboratorio y planta piloto, determinando su grado de purificación en el contenido de glicerina libre y total, variando el tipo (caolín, carbonato de calcio y talco) y concentración (2 y 4% m/m) del adsorbente y la velocidad de agitación (600 y 800 rpm).

Hipótesis nula:

Existen diferencias significativas en el porcentaje de remoción de glicerina libre y total del biodiésel purificado con caolín, carbonato de calcio y talco a diferentes concentraciones y velocidades de agitación a escala laboratorio.

Hipótesis alternativa:

No existen diferencias significativas en el porcentaje de remoción de glicerina libre y total del biodiésel purificado con caolín, carbonato de calcio y talco a diferentes concentraciones y velocidades de agitación a escala laboratorio.

INTRODUCCIÓN

Para mantener los ritmos de crecimiento energético protegiendo el medio ambiente y buscando la no dependencia del combustible diésel basado en el petróleo, es que surge la necesidad de una fuente alternativa de energía; dando especial interés a las energías renovables provenientes de fuentes no convencionales (ERNC).

Los combustibles que se producen actualmente a escala industrial son el bioetanol y el biodiésel, constituyéndose en los actores de mayor relevancia mundial dentro de los biocombustibles. El biogás, con un desarrollo más modesto, completa esta terna de biocarburantes.

El biodiésel se obtiene del procesamiento de oleaginosas (soya, girasol, canola, maní, lino, algodón, palma, ricino, higuerrillo), de grasa animal o aceite vegetal usado, y se puede utilizar puro o mezclado con diésel 2D.

La ventaja que ofrecen con su utilización en motores de combustión, sustituyendo a combustibles derivados de hidrocarburos fósiles, es la no contaminación global de la atmósfera.

En países con alto enfoque a las energías renovables, como Estados Unidos y Francia, ya existe una producción continua de biodiésel obtenido a partir de las materias primas que más les conviene, como aceite de soja o de girasol.

El biodiésel es el resultado de una transesterificación de aceites vegetales o grasa animal, dicha transesterificación se hace con metanol en medio alcalino; como resultado se obtienen los ésteres metílicos (biodiésel) y como subproducto se obtiene glicerina, la cual puede quedar mezclada con el biodiésel y provocar daños en los motores. Para eliminar el exceso de glicerina existen diferentes alternativas, una de ellas es mediante lavados con agua, otra utilizando medio adsorbentes y la tercera es por métodos físicos (centrifugación).

En apariencia, el lavado con agua es el método más económico, ya que aprovecha la característica hidrofílica de la glicerina, sin embargo genera un remanente de humedad en el biodiésel que causa serios problemas en los motores, por lo que se hace necesario un procedimiento adicional de secado. Este aunado al tratamiento posterior que debe darse a las aguas de lavado elevan considerablemente el costo de producción.

El presente trabajo de graduación consiste en el tratamiento del biodiésel mediante el uso de 3 diferentes adsorbentes (caolín, carbonato de calcio, talco), sometidos a diferentes parámetros de control (tiempo de agitación, tamaño de partícula, concentración del adsorbente, velocidad de agitación) durante el proceso de purificación. El proceso se monitoreó mediante la medición de índice de refracción y absorbancia. La cuantificación de glicerina libre y total se realizó mediante el método yodométrico-ácido peryódico. El producto final se caracterizó fisicoquímicamente para evaluar la eficiencia de la metodología empleada.

El biodiésel obtenido se sometió a un análisis de calidad cumpliendo con el Reglamento Técnico Centroamericano, RTCA 75.02.43:07 el cual especifica las características fisicoquímicas que debe cumplir el biodiésel para ser

utilizado o comercializado como carburante, específicamente en el contenido de jabones y glicerina libre y total. El propósito es establecer si, mediante el uso de adsorbentes, es posible reducir la concentración de glicerina libre al 0,02 por ciento y la glicerina total al 0,24 por ciento como lo establece la Norma ASTM 6751.

1. ANTECEDENTES

En el campo de estudio de biocombustibles se han realizado varios estudios para la obtención de biodiésel a partir de diferentes aceites y grasas de origen animal como vegetal. De igual manera, se encuentran estudios relacionados con el tratamiento del biodiésel como producto final. A continuación se presentan los más destacados.

En Guatemala el biodiésel empezó a desarrollarse con proyectos como el de la Municipalidad de la Antigua Guatemala y la embajada de Suiza en Guatemala, con el objetivo de implementar un proceso de energía renovable en la ciudad colonial. El título del proyecto es *Reciclaje de aceite quemado y su uso como biodiésel* (B-20, B-50, B-100), en los vehículos de Grupos Objetivo, Guatemala, Centro América, en el 2009 participaban 190 restaurantes de Antigua Guatemala y de la ciudad capital para proveer la materia prima y permitir así el reciclaje del aceite quemado, produciendo alrededor de 320 litros cada hora a un ritmo de cinco tandas diarias en una maquinaria danesa adaptada para la fabricación de grandes cantidades.

El método de lavado y purificación de biodiésel en el proceso de biodiésel es variado, existiendo una gran cantidad de métodos para su elaboración. El método presentado por Josué Martínez Lara en su trabajo de graduación en la Facultad de Ingeniería de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, México en Mayo del 2008 quien realizó la investigación de tesis titulada *Obtención de biodiesel a partir de aceite vegetal y uso de sílice en su purificación*. Se determinó que el uso de sílice remueve al igual que el agua el contenido de jabón que se forma durante la reacción de transesterificación.

El producto final cumplió con las especificaciones exigidas por la ASTM para las pruebas fisicoquímicas, destacando que la estabilidad a la oxidación para los tratamientos con sílice se mejoró al doble comparado con los tratamientos en donde se utilizó agua para la refinación.

El tratado de cooperación de patentes publico el 28 de Abril de 2010 la patente titulada. *Un método de purificación de un combustible biodiésel, que comprende: poner en contacto a dicho combustible biodiésel con al menos un material adsorbente que comprende silicato de magnesio.* La empresa encargada de publicar la patente fue The Dallas Group of America INC, en los Estados Unidos de America. Los resultados de la experimentación arrojaron que es posible reducir el contenido de glicerina, jabones y agua con el material adsorbente. Además se demostró que las características fisicoquímicas del producto final no sufren cambios significativos cumpliendo con las especificaciones seleccionadas por la ASTM para biodiésel.

En la Universidad de San Carlos de Guatemala se han elaborado investigaciones realizando tesis relacionadas con el tema de biodiésel y su tratamiento posterior.

En agosto de 2005, Herbert Roberto Romero Erazo, realizó el estudio de tesis. *Elaboración, análisis y comparación de biodiesel a partir de aceite de palma usado (Elaeis guineensis) mediante dos procesos, a nivel de planta piloto.* Se llevaron a cabo las reacciones de transesterificación y esterificación de Fischer a nivel laboratorio y a nivel de planta piloto para obtener el biodiésel. El avance de la reacción se determinó por observación y la verificación, mediante análisis de absorción de infrarrojo para determinar grupos funcionales en las muestras. Se obtuvo que el biodiésel obtenido, en mezclas de hasta 20

por ciento, funciona y las emanaciones son menos irritantes que las del aceite combustible diésel automotriz.

En noviembre de 2007, Nelson Darío Barraza López, realizó el estudio de tesis denominado *Análisis comparativo de la elaboración de biodiesel, a partir de aceite crudo de palma africana por medio de dos procesos, a nivel laboratorio y planta piloto*. Se efectuaron pruebas para obtener biodiésel a partir de aceite crudo de palma africana por medio de dos procesos: esterificación-transesterificación y sólo transesterificación, trabajando a nivel laboratorio definiendo variables para su escalamiento a nivel planta piloto. Se llegó a la optimización de los dos procesos, el primer proceso con la utilización de calor en la primera etapa y el segundo proceso sin la utilización de calor.

En el informe de trabajo de graduación realizado en el 2011 por María Verónica Espinal Corrales estudiante de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala que tiene por título *Estudio para la generación de datos a nivel laboratorio del sistema ternario etanol-biodiesel-agua a temperatura ambiente y 640 mm Hg*. Se caracterizó el sistema ternario en equilibrio líquido-líquido con el objetivo de determinar cuál es la relación óptima de biodiésel y agua para el número de lavados requeridos para la refinación del biodiésel. Se estimó que el número de ciclos de lavado para refinar etanol de biodiésel es 6 a una relación 2.5:1 de biodiésel: agua.

En el 2012, Rosa María Lemus realizó la investigación a nivel de trabajo de graduación *Evaluación del uso de una resina de adsorción comercial en el proceso de refinación de biodiesel producido a partir de aceite de *Jatropha Curcas* a nivel laboratorio*. El objetivo de la metodología era determinar la

factibilidad de refinado del biodiésel mediante resinas de adsorción a través de una columna de lecho empacado.

También existe un estudio de factibilidad económica para el uso de adsorbentes en la purificación del biodiésel el cual fue realizado en Mayo de 2009 bajo el título *Evaluación económica de dos métodos para la purificación de biodiesel*, por Clara Patricia Ramírez de León estudiante de la Maestría en Gestión Industrial de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala. El objetivo del trabajo fue evaluar el tratamiento de biodiésel, mediante el uso de adsorbentes minerales para la remoción de humedad y glicerina. Luego de aplicar las pruebas se estableció cuál de los minerales sería el mejor, obteniendo resultados favorables con las zeolitas catiónicas. Se realizó un estudio de rentabilidad, costo y factibilidad de implementar dos de ellos.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Combustibles

Un combustible es cualquier cantidad de materia prima capaz de liberar energía química por medio de una reacción de combustión al oxidarse de forma violenta que busca ser aprovechada, por lo general son sustancias susceptibles de quemarse con algunas excepciones. La principal característica de un combustible es su capacidad para desprender calor por la combustión completa de una unidad de masa del combustible, el cual es llamado poder calorífico. En el sistema internacional de medidas se mide en julios por kilogramo, los combustibles más frecuentes son los materiales orgánicos compuestos en su mayoría por los elementos carbono e hidrógeno. La importancia de los combustibles es que su energía química se puede convertir en energía calorífica, eléctrica o mecánica con el equipo adecuado.

Existen combustibles sólidos, líquidos y gaseosos, entre los combustibles sólidos se encuentran el carbón, la madera y la turba. El carbón se quema en calderas para calentar agua que puede vaporizarse para mover máquinas a vapor o directamente para producir calor utilizable en usos térmicos (calefacción). La turba y la madera se utilizan principalmente para la calefacción doméstica e industrial, aunque la turba se ha utilizado para la generación de energía; las locomotoras que utilizaban madera como combustible eran comunes en el pasado. Entre los combustibles líquidos, se encuentran el gasóleo, el queroseno o la gasolina (onafra), biodiésel, entre otros y los combustibles gaseosos pueden ser el gas natural o los gases licuados de petróleo (GLP), representados por el propano y el butano entre otros.

Las gasolinas, gasóleos y hasta los gases se utilizan para motores de combustión interna normalmente. Se le llama también combustibles a las sustancias empleadas para producir la reacción nuclear en el proceso de fusión, aunque este proceso no es propiamente una combustión.

2.1.1. Combustibles fósiles

Los combustibles fósiles son sustancias ricas en energía que se han formado a partir de plantas y microorganismos enterrados durante mucho tiempo. Estos combustibles proporcionan la mayor parte de la energía que actualmente mueve la moderna sociedad industrial. Existen varios tipos de combustibles fósiles como el petróleo, el carbón y el gas natural, de los cuales se obtienen subproductos como la gasolina o el gasóleo provenientes del petróleo que son utilizados en su mayoría por los automóviles. El carbón es el combustible más utilizado para la generación de energía eléctrica y el gas natural es empleado sobre todo en la calefacción, la generación de agua caliente y el aire acondicionado de edificios y residenciales.

2.1.2. Biocombustibles

Los biocombustibles provienen de la biomasa, obtenidos del procesamiento de materia orgánica originada en un proceso biológico, espontáneo o provocado, es utilizado como fuente de energía y a diferencia de los combustibles fósiles son una fuente de energía renovable.

Los biocombustibles fueron la primera fuente de energía que conoció la humanidad al utilizar la madera para producir energía mediante la quema de esta. Las fuentes de biocombustibles pueden ser biomasa tradicional quemada directamente, tecnología a base de biomasa para generar electricidad, y biocombustibles líquidos para el sector de motores a combustión interna o calderas y equipos industriales. Los biocombustibles líquidos más utilizados en la actualidad son el etanol y el biodiésel; el etanol puede ser utilizado en motores que utilizan gasolina, mientras que el biodiésel puede ser utilizado en motores que utilizan diésel.

2.1.2.1. Biodiésel

El biodiésel es un combustible líquido que es obtenido a partir de lípidos naturales como aceites vegetales o grasas animales, luego de ser utilizados o sin usos previos, mediante procesos industriales de esterificación y transesterificación, el cual puede ser utilizado como sustituto total o parcial del petrodiesel o gasóleo obtenido del petróleo. Se denomina biodiésel al éster que se produce a partir de diversos tipos de grasas o aceites que pueden ser tanto de origen vegetal (los aceites de soja, colza o girasol), como de origen animal, (la grasa del pollo o el cebo de la res).

La ASTM lo define como ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de lípidos renovables tales como aceites vegetales y que se emplean en los motores de ignición de compresión (motores diésel) o en calderas de calefacción.

La elaboración del biodiésel está basada en la llamada transesterificación de los glicéridos, mediante la utilización de catalizadores. Desde el punto de vista químico, los aceites vegetales son triglicéridos, es decir tres cadenas

moleculares largas de ácidos grasos unidas a un alcohol, el glicerol. En la reacción de transesterificación, una molécula de un triglicérido reacciona con tres moléculas de metanol o etanol para dar tres moléculas de monoésteres y una de glicerol.

Estos ésteres metílicos o etílicos (biodiésel) se mezclan con el combustible diésel convencional en cualquier proporción o se utilizan como combustible puro (biodiésel 100 por ciento) en cualquier motor diésel. El glicerol desplazado se recupera como un subproducto de la reacción.

El biodiésel puede mezclarse con gasóleo procedente del refinado de petróleo en diferentes cantidades. Se utilizan notaciones abreviadas según el porcentaje por volumen de biodiésel en la mezcla B100, en caso de utilizar solo biodiésel, u otras notaciones como B5, B15, B30 o B50, donde la numeración indica el porcentaje por volumen de biodiésel en la mezcla.

El biodiésel tiene un sin número de beneficios para el medio ambiente, este combustible tiene 50 por ciento menos emisiones de monóxido de carbono y 78 por ciento menos emisiones de dióxido de carbono que el petrodiésel.

Dado que los cultivos de plantas aceitosas usados para producir el biodiésel absorben el dióxido de carbono presente en la atmósfera, el uso del biodiésel tiene un promedio de cero emisiones de gases contribuyentes al calentamiento global, dándole otra gran ventaja sobre los combustibles basados en el petróleo.

2.1.2.2. Origen del biodiésel

El biodiésel se origina de un sin número de productos orgánicos, ya que su elaboración puede partir tanto desde cáscara de aguacate hasta semilla de girasol, pero por las condiciones y las características de cada producto es recomendado extraer el biodiésel de plantas oleaginosas tales como:

- Soya
- Girasol
- Maní
- Colza
- Palma
- Lino
- Cártamo
- Nabo

Además, también se pueden utilizar aceites usados, grasas animales tales como la manteca de cerdo, sebos y grasas amarillas, y otros vegetales que en su semilla pueden generar aceites tales como:

- Algodón
- Maíz

Realmente el biodiésel no tiene definición estricta, sino que simplemente se obtiene de aceites vegetales, grasas animales y sus ésteres metílicos que se utilizan después de un proceso, como combustibles. Sin embargo, la tendencia es cada día mayor hacia los ésteres alquílicos de aceites vegetales o grasas animales y no a aceites o grasas solas, utilizados como combustible en los motores diésel.

Por otra parte los químicos definen el biodiésel como una mezcla de los ésteres metílicos de los ácidos grasos triglicéridos de los aceites vegetales y/o grasas animales empleados como materia prima.

Estos ésteres grasos pueden mezclarse o no con diésel petrolífero. Al porcentaje de biodiésel puro que se encuentra en el combustible se le denomina porcentaje de biomasicidad o, simplemente, bioesteraje.

Así, el biodiésel B30 tiene 30 por ciento de bioesteraje, es decir, un 30 por ciento de ésteres grasos y un 70 por ciento de diésel petrolífero. Este es el tipo de diésel que han de consumir los coches que tengan mangueras de caucho natural.

El biodiésel B100 tiene un bioesteraje del 100 por ciento, es decir, solo contiene ésteres grasos (no contiene diésel petrolífero). Este tipo de diésel solo lo pueden utilizar los coches que tengan mangueras de caucho sintético. Lógicamente, cambiándole al coche las mangueras de caucho natural por caucho sintético o bien comprándolo de fábrica con las mangueras de dicho material se podrá consumir este tipo de biodiésel puro.

2.1.2.3. Siembra de plantas oleaginosas

Las plantaciones oleaginosas, y en especial la palma africana, han pasado a ocupar una gran extensión en el territorio guatemalteco. Estas plantaciones vinieron a sustituir las plantaciones de algodón que dejaron de ser rentables por el alto costo de los plaguicidas utilizados para el control de insectos devoradores.

La palma africana mide en promedio 6 metros de altura y tiene un diámetro de tronco de 1,5 metros. Es muy parecida a la palma normal y se siembra en hileras, a 3 metros de distancia entre cada una y tres metros de distancia entre cada hilera. No requiere de ningún cuidado especial, salvo los primeros 2 años de riego y fertilización.

La planta da sus primeros frutos aproximadamente a los tres años de haber sido sembrada. El fruto es una gran semilla ovalada de medio metro de largo por 40 centímetros de radio con un peso promedio de 16 libras.

El tiempo de vida productivo de la palma es de 22 a 25 años y no requiere ningún cuidado especial, salvo si es atacada por algún insecto se debe de aplicar un insecticida. Pero esto no trae grandes gastos para los agricultores. Realmente este es un cultivo que no requiere de grandes gastos y crea muy buenos beneficios ya que todas las partes de la palma se utilizan, por lo tanto no hay desperdicios.

Otro beneficio de este tipo de cultivos es que crea un ambiente forestal, evita la erosión del suelo y se convierte en un pulmón, ayudando a la elaboración de oxígeno para un país tan contaminado como Guatemala.

2.1.2.4. Extensión de plantas oleaginosas en el país

El área sembrada actualmente con palma africana es aproximadamente 15 000 hectáreas, principalmente en la costa sur, en los municipios de La Gomera y Tiquisate del departamento de Escuintla. Esta actividad emplea permanentemente más o menos a 6 500 personas. El cultivo inicia su producción a los tres años y puede explotarse por veinticinco años más.

Produce dos tipos de aceite: de pulpa (llamado de palma) y de almendra (llamado de palmiste). El primero posee dos fracciones: líquida (oleína) usado en la elaboración de aceites comestibles y sólida (estearina) utilizado en la elaboración de mantecas; el aceite palmiste es usado en la elaboración de jabón. Actualmente existen siete plantas distribuidas en Tecún Umán, Tiquisate, Gomera, Retalhuleu, Cobán y Mazatenango.

La producción de aceite en el ámbito nacional es de 336 600 quintales. El costo total aproximado por hectárea para una producción de ochenta quintales es de Q 6 000. Este es el material oleaginoso de mayor producción en el país.

Mediante procesos mecánicos y térmicos se extrae del fruto de la palma el aceite crudo (de color rojo), el cual se incorpora a otros procesos para su fraccionamiento y así obtener otros productos.

2.1.3. Lípidos

Los lípidos son un conjunto de moléculas orgánicas, la mayoría son biomolecular, compuestas principalmente por carbono e hidrógeno y en menor medida oxígeno, aunque también pueden contener fósforo, azufre y nitrógeno, tienen como característica principal el ser hidrofobias o insolubles en agua y en solventes orgánicos como la bencina, el benceno y el cloroformo. En el uso coloquial a los lípidos se les llama incorrectamente grasas, ya que las grasas son sólo un tipo de lípidos procedentes de animales.

Los lípidos cumplen funciones diversas en los organismos vivientes, entre ellas la de reserva energética (triglicéridos), la estructural (fosfolípidos de las bicapas) y la reguladora (esteroides). Los lípidos son un grupo muy heterogéneo que usualmente se clasifican en dos grupos, atendiendo a que

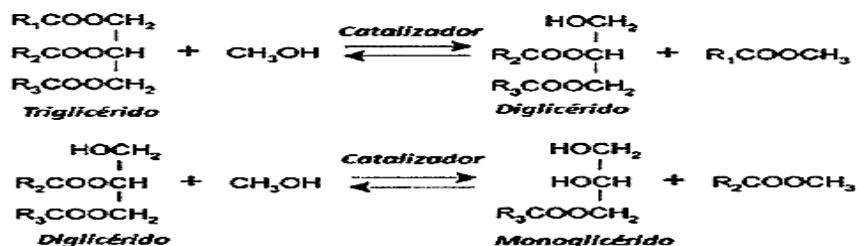
posean en su composición ácidos grasos (lípidos saponificables) o no lo posean (lípidos saponificables).

2.1.4. Reacción de transesterificación

El método utilizado comercialmente para la obtención de biodiésel es la transesterificación. Se basa en la reacción de moléculas de triglicéridos (el número de átomos de las cadenas está comprendido entre 15 y 23, siendo el más habitual de 18) con alcoholes de bajo peso molecular (metanol, etanol, propanol, butanol) para producir ésteres y glicerina.

La reacción de transesterificación, figura 1, se desarrolla en una proporción molar de alcohol a triglicérido de 3 a 1, reaccionando en la metanólisis 1 mol de triglicérido con 3 moles de alcohol (aunque se añade una cantidad adicional de alcohol para desplazar la reacción hacia la formación del éster metílico). El triglicérido es el principal componente del aceite vegetal o la grasa animal. Además, la formación de la base de la glicerina, inmiscible con los ésteres metílicos, juega un papel importante en el desplazamiento de la reacción hacia la derecha.

Figura 1. **Reacción de transesterificación**



Fuente: <http://www.patentados.com/patente/procedimiento-produccion-biocarburantes-mediante-catalisis-heterogenea-empleando>. Consulta: 11 de febrero de 2014.

2.1.5. Especificaciones del biodiésel

Los respectivos Comités Técnicos de Normalización o Reglamentación Técnica a través de los entes de normalización o reglamentación técnica de los países miembros de la región centroamericana y sus sucesores han establecido los parámetros de calidad para el biodiésel mediante el Reglamento Técnico Centroamericano, RTCA 75.02.43:07, biocombustibles, biodiésel (b100) y sus mezclas con aceite combustible diésel. A continuación se mencionan las especificaciones.

2.1.5.1. Punto de inflamabilidad

Para que se produzca la reacción de combustión, la mezcla de combustible y comburente debe alcanzar una temperatura mínima necesaria que recibe el nombre de punto de inflamación o temperatura de ignición. Una vez que se alcanza dicha temperatura, el calor producido mantendrá la temperatura por encima de la de ignición y la reacción continuará hasta que se agote el combustible o el comburente.

2.1.5.2. Contenido de azufre total, porcentaje masa

Es importante conocer el contenido de S de los combustibles ya que esto determina la cantidad de SO_2 que aparecerá en los humos, como resultado de la combustión. El SO_2 se oxida lentamente a SO_3 (trióxido de azufre) que es el responsable de las llamadas lluvias ácidas. Una forma de reducir la formación de SO_3 es controlar el exceso de aire de forma tal que se emplee el mínimo exceso de aire posible.

2.1.5.3. Corrosión tira de cobre, 3 horas a 50 °C

La presencia de azufre o compuestos de azufre es indicado por la corrosión o coloración de la lámina de cobre expuesta a una temperatura y comparada con una lámina recientemente pulida.

2.1.5.4. Calor de combustión, MJ/kg

EL calor de combustión es la cantidad de calor que se libera cuando se quema cierta cantidad de masa de un combustible; las unidades están dadas en energía por unidades de masa, es decir, kilojulios por kilogramo o kilocaloría por kilogramo o Unidad Térmica Británica (BTU) por libra.

2.1.5.5. Gravedad API, °API

La gravedad API es una medida de densidad que describe cuán pesado o liviano es el petróleo comparándolo con el agua. Si los grados API son mayores a 10 es más liviano que el agua, y por lo tanto flotaría en esta. La gravedad API es también usada para comparar densidades de fracciones extraídas del petróleo.

Por ejemplo, si una fracción de petróleo flota en otra, significa que es más liviana, y por lo tanto su gravedad API es mayor. La gravedad API es medida con un instrumento denominado densímetro.

2.1.5.6. Viscosidad cinemática

Se define como la resistencia a fluir de un fluido bajo la acción de la gravedad. En el interior de un fluido, dentro de un recipiente, la presión hidrostática (la presión debida al peso del fluido) está en función de la densidad. La viscosidad cinemática puede definirse como el tiempo requerido por un volumen dado de fluido en fluir a través de un tubo por acción de la gravedad.

2.1.5.7. Ceniza, porcentaje peso

Los materiales que forman cenizas en un biodiésel se pueden presentar de tres formas: sólidos abrasivos, jabones metálicos solubles, catalizadores no eliminados en el proceso.

2.1.5.8. Índice de cetano, calculado

La facilidad con la que se inflama el combustible en los motores diésel es el índice de cetano. Guarda relación con el tiempo que transcurre entre la inyección del carburante y el comienzo de su combustión, denominado intervalo de encendido. Una combustión de calidad ocurre cuando se produce una ignición rápida seguida de un quemado total y uniforme del carburante. Cuanto más elevado es el número de cetano, menor es el retraso de la ignición y mejor es la calidad de combustión.

2.1.5.9. Agua y sedimentos, porcentaje volumen

El agua se puede formar por condensación en el tanque de almacenamiento. La presencia de agua y sólidos de desgaste normalmente pueden obstruir filtros y darle al combustible unas propiedades de lubricidad menores. El biodiésel puede absorber hasta 40 veces más agua que el diésel.

2.1.5.10. Destilación, 760 mm Hg con base a recuperado °C

La destilación (volatilidad) en los hidrocarburos tiene una gran importancia en el desempeño especialmente en el caso de combustibles y solventes. El rango de ebullición nos brinda la información de la composición, de propiedades y del comportamiento del combustible al ser usado en el futuro. La volatilidad es el mejor determinante de la tendencia de un hidrocarburo que produce potencialmente vapores explosivos.

2.1.5.11. Glicerina libre y total

La glicerina libre es la cantidad de glicerina remanente en el combustible. Mientras que la glicerina total es la suma de la glicerina libre y la porción de glicerina de un aceite o grasa que no ha reaccionado o que ha reaccionado parcialmente.

2.1.6. Adsorción

La adsorción es el proceso mediante el cual un sólido poroso (a nivel microscópico) es capaz de retener partículas ya sean líquidas o gaseosas en su superficie tras entrar en contacto con este.

El adsorbente dispone de microporos, lo que se conoce como centros activos, en los que las fuerzas de enlace entre los átomos no están saturadas. Estos centros activos admiten que se instalen moléculas de naturaleza distinta a la suya, procedentes de un gas o un líquido en contacto con su superficie. La adsorción es un proceso exotérmico y se produce por tanto de manera espontánea si el adsorbente no se encuentra saturado.

2.1.6.1. Quimisorción

La quimisorción ocurre cuando un enlace químico, definido en este caso como un intercambio de electrones, se forma. El grado de intercambio y lo simétrico que sea dependen de los materiales involucrados. A menudo hay un paralelismo con las situaciones encontradas en química de coordinación. La quimisorción es particularmente importante en la catálisis heterogénea, la forma más común en la industria, donde un catalizador sólido interacciona con un flujo gaseoso, el reactivo o los reactivos, en lo que se denomina reacción en lecho fluido.

La adsorción del reactivo por la superficie del catalizador crea un enlace químico, alterando la densidad electrónica alrededor de la molécula reactiva y permitiendo reacciones que normalmente no se producirían en otras circunstancias, la corrosión es un ejemplo de ello.

Las características generales de la quimisorción se enlistan a continuación:

- Hay especificidad, sólo algunos sitios superficiales adsorben ciertas moléculas.

- Hay una interacción de los estados electrónicos del adsorbato (gas) y del adsorbente (sólido), lo que se traduce en la formación de un verdadero enlace químico.
- Como consecuencia de la reacción química superficial (rompimiento y formación de enlace) se desprende una cantidad elevada de calor.
- La quimisorción requiere del suministro de una cierta cantidad de energía para iniciar el proceso (energía de activación). Proceso activado no espontáneo.

2.1.6.2. Fisorción

La fisorción es la forma más simple de adsorción y es debida a débiles fuerzas atractivas, generalmente fuerzas de Van der Waals. Dado que estas fuerzas son omnipresentes resulta que rápidamente cualquier superficie limpia expuesta al ambiente acumula una capa de material fisorbido. Las características generales de la fisorción son:

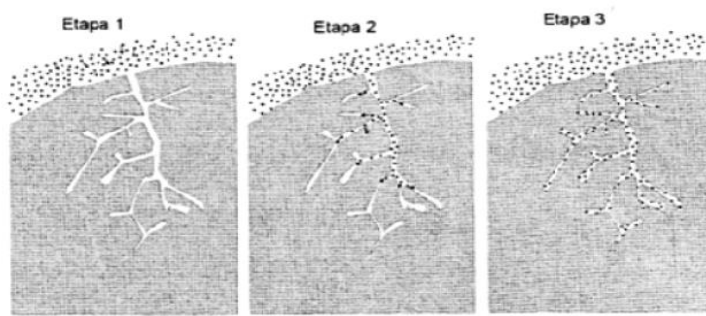
- El fenómeno es general y se produce en cualquier sólido o de sistemas de fluidos, a pesar que ciertas interacciones moleculares específicas pueden ocurrir, especialmente derivadas de las propiedades geométricas o electrónica del adsorbente y / o adsorción.
- Evidencia de la perturbación de los estados electrónicos del adsorbente y adsorbato es mínima.
- Las especies adsorbidas son químicamente idénticas a las de la fase fluida, por lo que la naturaleza química de los fluidos no se ve alterada por la adsorción y desorción posterior.
- La energía de interacción entre las moléculas de adsorbato y adsorbente es del mismo orden de magnitud, pero suele ser mayor que la energía de la condensación de la adsorción.

- La etapa primaria en la adsorción de una fase gaseosa no implica una energía de activación lenta, la temperatura de equilibrio puede resultar determinante para la velocidad de los procesos de transporte.
- En la adsorción física el equilibrio se establece entre el adsorbato y la fase fluida. En los sistemas sólido-gas a presiones no muy altas el grado de adsorción aumenta con el incremento de la presión del gas y por lo general disminuye con el aumento de la temperatura.
- En condiciones apropiadas de presión y temperatura, las moléculas de la fase gaseosa pueden ser adsorbidas por encima de quienes están en contacto directo con la superficie.

2.1.6.3. Descripción del proceso de adsorción

El proceso de adsorción se da en una serie de etapas sucesivas como se muestra en la figura.

Figura 2. **Etapas en el proceso de adsorción**



Fuente: http://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pi=S0718-07642010000600016,
Consulta: 24 de febrero de 2014.

- Etapa 1, difusión externa: el adsorbato se aproxima a la superficie externa del sólido, para lograrlo debe vencer la resistencia de una fina capa acumulada alrededor del adsorbente (interface sólido-fluido).
- Etapa 2, difusión interna: debido a que la superficie externa expuesta por las partículas tiende a ser menor al 1 por ciento del total, el adsorbato migra a través de la red porosa del sólido.
- Etapa 3, la adsorción del adsorbato: en esta etapa el adsorbato se adhiere a la superficie del adsorbente.

2.1.6.4. Adsorción de mezclas

En la aplicación de la adsorción al tratamiento de aguas residuales, siempre se presentan mezclas de compuestos orgánicos. Ello suele provocar un descenso de la capacidad de adsorción individual para cada uno de los compuestos presentes si se hallan en una solución que contiene varios compuestos, aunque la capacidad de adsorción global puede ser superior a la capacidad de adsorción individual de cada uno de ellos. El grado de inhibición del proceso de adsorción de cada uno de los adsorbatos depende del tamaño de las moléculas a adsorber, de sus afinidades para la adsorción y de sus concentraciones relativas.

2.1.6.5. Cinética de la adsorción

El estudio de las isotermas de adsorción nos permite determinar para un sistema soluto-adsorbente dado, el grado de separación que puede ser logrado y la separabilidad del proceso respecto a la concentración del soluto.

Sin embargo, para el desarrollo del modelo de la adsorción es necesario poder establecer, mediante el empleo de coeficientes de transferencia de masa, la velocidad de adsorción o el tiempo necesario para alcanzar cierta separación.

La velocidad efectiva de la adsorción depende tanto de las condiciones de operación (flujo, temperatura, composición y presión), como de la configuración del sistema (intermitente o de columna) y del tamaño del equipo donde se realizará la operación.

2.2. Mecanismos de transporte en la adsorción

Para que una partícula de soluto pueda ser adsorbida en la superficie del adsorbente, el soluto tiene que pasar del seno de la fase líquida a la superficie del adsorbente. Varias resistencias al movimiento del soluto existen en este proceso que pueden visualizarse principalmente como:

- Resistencia de la película del líquido que rodea al adsorbente: el soluto se difunde desde el seno del líquido a través de la película de líquido que rodea a la partícula de adsorbente.
- Resistencia a la difusión en el seno del adsorbente: el soluto se difunde a través del seno del adsorbente.
- Resistencia a la difusión dentro del poro: la adsorción se efectúa principalmente dentro del poro, por lo que el soluto se debe difundir a través del líquido al interior de los poros.
- Resistencia a la reacción en la superficie: el soluto se une al sitio de adsorción por medio de una reacción de superficie, la cual es más rápida que los procesos anteriores.

2.3. Isotermas de adsorción

Las isotermas de adsorción son las funciones matemáticas más usadas para describir los procesos de adsorción. Se construyen relacionando la capacidad de adsorción del adsorbente (q) versus la concentración o presión en equilibrio de su precursor en el fluido, manteniendo constante las otras variables involucradas (pH, masa del adsorbente, tiempo de contacto, entre otras). Esta relación depende considerablemente de la temperatura del sistema, por ello se obtiene a temperatura constante. La selección de la temperatura es un factor importante ya que se debe controlar para mantener las condiciones de operación. Generalmente se prefiere acondicionar la temperatura a condiciones próximas a la temperatura ambiente.

Cuando el proceso de adsorción se lleva a cabo en un sistema sólido-gas, la isoterma nos ayuda también a determinar el área superficial del adsorbente, el volumen de poros y la distribución de estos por tamaño. Así también, proporciona información relevante sobre la magnitud del calor de adsorción y la adsorptividad del gas o vapor sobre el adsorbente.

Los datos de adsorción pueden ser representados por varios modelos de isotermas que sirven para explicar las diversas formas que puede adoptar esta isoterma. Entre estos, los más importantes son los de Langmuir, Freundlich, Temkin, Elovich, Brunauer-Emmet-Teller (BET) y Dubinin.

2.3.1. Isotermas de adsorción en un sistema sólido-líquido

La adsorción en un sistema sólido-líquido es un proceso frecuente (ya que muchos contaminantes se encuentran en solución), pero a su vez es más complejo que en un sistema sólido-gas. Esto se debe a que el solvente podría

participar en el proceso de adsorción (adsorción cooperativa) compitiendo con el o los solutos por ocupar los centros activos del adsorbente.

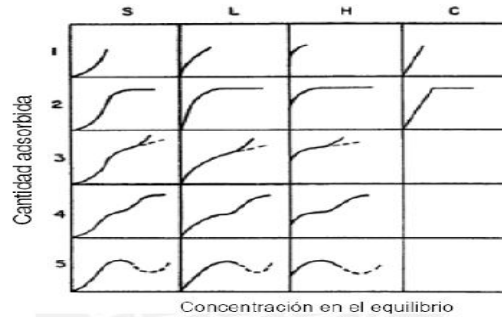
Las isothermas de adsorción en el sistema sólido-líquido se obtienen relacionando la cantidad de soluto adsorbido por gramo de adsorbente (q_e) *versus* la concentración del soluto en el equilibrio (C_e).

La clasificación de isothermas más usada para los sistemas sólido-líquido es la de Giles y Smith, en la que se propone cuatro clases de modelos: S, L, H y C, las cuales se diferencian por el comportamiento inicial de la isoterma. La del tipo S es convexa y la del tipo L es cóncava en relación al eje de concentración del soluto en la solución, asemejándose a las del tipo III y I, de la clasificación de la IUPAC.

La del tipo H se caracteriza por una fuerte adsorción del adsorbato a bajas concentraciones, mientras que la del tipo C presenta un comportamiento lineal para bajas concentraciones, característica de un sistema no competitivo.

Así también, para mostrar las diferencias que se encuentran a altas concentraciones de soluto se divide a las isothermas en los subgrupos 1, 2, 3, 4 y 5. La figura muestra las isothermas de acuerdo con la clasificación de Giles.

Figura 3. Tipos de isotermas



Fuente: <http://www.publicaciones.ua.es/publica/Detalles.aspx?fndCod=LI9788479087227&idet>,
 Consulta: 24 de febrero de 2014.

Para describir las isotermas de equilibrio para un solo componente existen muchos modelos de isotermas. Entre los más usados para un sistema sólido-líquido están el de Freundlich, Langmuir, Temkin, Elovich, entre otras.

2.3.1.1. Isotherma de Freundlich

El modelo de Freundlich está basado en la adsorción sobre una superficie energéticamente heterogénea; es decir, los sitios de adsorción con la misma energía de interacción adsorbato-adsorbente se encuentran agrupados en pequeñas áreas sugiriendo que los sitios de enlace no son equivalentes. Se caracteriza por la siguiente ecuación:

$$q_e = K_F C_e^{1/n} \text{ [Ec. 1]}$$

Donde:

q_e = concentración del soluto retenido en el adsorbente en el equilibrio (mg/g)

C_e = concentración de soluto en la solución en el equilibrio (mg/L)

K_F = medida de la capacidad del adsorbente ($L \cdot mg^{-2}$)

n= intensidad de la adsorción.

Los parámetros K_F y n son determinados al graficar $\ln(q_e)$ vs. $\ln(C_e)$

$$\ln q_e = \ln K_F + \left(\frac{1}{n}\right) \ln(C_e) \quad [\text{Ec. 2}]$$

2.3.1.2. Isoterma de Langmuir

El modelo de Langmuir, en cambio, es válido para la adsorción sobre una superficie con un número finito de sitios idénticos, los cuales se consideran que están homogéneamente distribuidos sobre la superficie del adsorbente. Se expresa de la siguiente manera:

$$q_e = \frac{q_m C_e}{1 + b C_e} \quad [\text{Ec. 3}]$$

Donde:

q_m y b = parámetros de Langmuir relacionados a la máxima capacidad de adsorción y la energía de enlace de la adsorción, respectivamente.

q_e = concentración del soluto retenido en el adsorbente en el equilibrio (mg/g)

C_e = concentración de soluto en la solución en el equilibrio (mg/L)

La ecuación precedente puede ser linealizada como se muestra a continuación:

$$\frac{C_e}{q_e} = \left(\frac{1}{q_m}\right) C_e + \frac{1}{b q_m} \quad [\text{Ec. 4}]$$

Donde b y q_m son calculados al graficar (C_e/q_e) versus C_e .

2.3.2. Área superficial

La mayor o menor utilidad de un determinado sustrato a la hora de llevar a cabo un proceso dado de adsorción, el cual puede ser una actividad catalítica, de desecación, de eliminación de humos u otros contaminantes, se determina apelando al concepto de área superficial; esto es, al área de la superficie disponible por el sólido para que tenga lugar la adsorción. En particular son determinantes las relaciones área superficial/ (volumen de sustrato) y área superficial/ (masa de sustrato).

Como el área superficial depende no solo de las características geométricas del adsorbato (forma y número de partículas en que se encuentre dividido) sino también del tipo de interacción entre adsorbato y sustrato (mayor o menor afinidad entre ellos), el área superficial de un sustrato es función de la situación de adsorción particular.

2.4. Minerales adsorbentes

Los adsorbentes minerales son utilizados para limpiar derrames en hidrocarburos y químicos que pueden llegar a producir contaminación en el agua o el suelo. Existen diferentes tipos de adsorbentes basados en la arcilla.

2.4.1. Caolín

El mineral caolinita es uno de los minerales mayoritarios en los diez primeros metros de la corteza continental. Comparte la clasificación en abundancia con minerales como cuarzo, micas, feldespato y calcita. Solo en contadas ocasiones posee todas las propiedades necesarias para que merezca la pena su explotación.

Caolinita es el nombre que recibe un mineral del grupo de arcilla, blanco, silicato, aluminico hidratado. El término caolín es aplicado a productos principalmente compuestos por caolinita (en algunos casos haloisita), el cual se produce a partir de yacimientos minerales que contengan una cantidad significativa de caolinita. Se podría definir como caolín a toda roca masiva con un porcentaje variable de minerales de la arcilla, de composición igual o próxima a la del mineral caolinita, que sean fáciles de concentrar por separación de los restantes minerales.

Las arcillas caoliníferas son materiales de uso directo en la industria, mientras que los caolines son procesados previamente para incrementar las propiedades deseadas, que residen en las partículas más finas.

Las razones para esta serie de aplicaciones derivan de un conjunto de propiedades entre las que destacan las siguientes: blancura, inercia ante los reactivos químicos, atoxicidad, poder cubriente, resistencia mecánica tras la cocción, elevada refractariedad, suspensiones de altas concentraciones en sólidos y baja viscosidad, disponibilidad y bajo costo.

La utilización más común es la de cubriente y carga en la industria del papel. Otros mercados incluyen catálisis, pinturas, plásticos y caucho. Los

caolines hidratados (no calcinados) se venden atomizados y en suspensiones (65-70 % contenido en solidos), y deshidratado (calcinado que está disponible como polvo y en suspensiones con un contenido en solidos entre 50-55 por ciento.

Figura 4. **Caolín, mineral pulverizado y tamizado**



Fuente: <http://procomin.co/portfolio-item/caolines/>
Consulta: 15 de septiembre de 2014.

2.4.2. Talco

El talco es un silicato de magnesio hidratado, de color blanco o gris verdoso. Teóricamente contiene 31,7 por ciento de óxido de magnesio, 63,5 por ciento de óxido de silicio y 4,8 por ciento de agua.

El talco raramente se encuentra en forma pura, en grandes reservas minerales está asociado con otros varios minerales. El acompañante más común es la tremolita, aunque otros minerales, tales como serpentina, clorita, antofilita y actinolita, son a menudo encontrados en las rocas de talco. El talco de más alta pureza es derivado de las rocas sedimentarias de carbonato de magnesio. El talco menos puro se obtiene de rocas ígneas.

La industria del papel es la principal consumidora de talco. Existen dos usos principales de talco en esta industria como cobertura, y como carga. El talco para uso en la manufactura del papel debe ser suave, químicamente inerte, alta reluctancia, siendo hidrofóbico y organofílico.

El talco es añadido a los cosméticos para facilitar la aplicación del polvo y su esparcimiento, y para impartir buenas propiedades de deslizamiento y adhesión. Como el poder de cobertura y la capacidad de absorción de la humedad son relativamente bajas es combinado frecuentemente con otros polvos como caolín y óxido de zinc. El talco es además un ingrediente en la producción de champú en seco que pueden ser empleados para remover la grasa o suciedad del cabello difícil de lavar, y para algunos champú de mascotas.

Figura 5. **Talco, mineral pulverizado y tamizado**



Fuente: <http://spanish.alibaba.com/product-tp-img/talco-300-qu-mico-108135409.html>

Consulta: 15 de septiembre de 2014.

2.4.3. Carbonato de calcio

El carbonato de calcio, principal componente de la piedra caliza, es una enmienda muy utilizada para neutralizar la acidez del suelo y suministrar calcio (Ca) para la nutrición de las plantas. El término cal puede referirse a varios productos, pero en el uso agrícola generalmente se refiere a la piedra caliza molida.

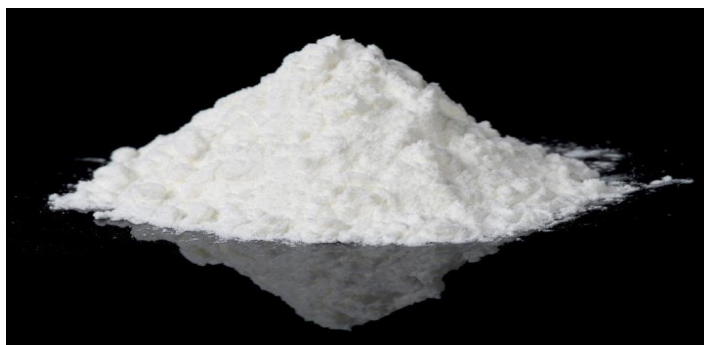
La piedra caliza es una roca sedimentaria común que se encuentra ampliamente distribuida en depósitos geológicos. Se ha utilizado a lo largo de la historia como material de construcción, como agente de cementación, y en la agricultura para mejorar los suelos ácidos. Un material de encalado agrícola (cal agrícola) se define, en general, como cualquier sustancia que contenga Ca o magnesio (Mg) y sea capaz de neutralizar la acidez. Muchos materiales pueden ser clasificados como cal agrícola.

La cal agrícola se extrae de canteras o minas y por lo general requiere de trituración mecánica. La granulometría de la cal agrícola es importante en la determinación de la rapidez con que reacciona con la acidez del suelo. La piedra caliza de tamaño de partícula más pequeña reacciona rápidamente ya que posee más superficie expuesta para la reacción química. Las partículas más grandes son más lentas en reaccionar, pero constituyen una fuente sostenida, a largo plazo, de neutralización de la acidez. Usualmente se indica la medida del tamaño de partícula en la etiqueta del producto.

La piedra caliza es uno de los materiales terrestres más utilizados. Además de su uso en la construcción, se utiliza en diversas aplicaciones como el control de la contaminación del aire, sistemas de tratamiento de agua potable

y aguas residuales, la estabilización de suelos, medicamentos, antiácidos y cosméticos.

Figura 6. **Carbonato de calcio, mineral pulverizado**



Fuente: <http://mexico-distr.all.biz/carbonato-de-calcio-g45154#.VEXeTfmG980>

Consulta: 15 de septiembre de 2014.

2.5. Espectroscopía y medición de absorbancia y transmitancia

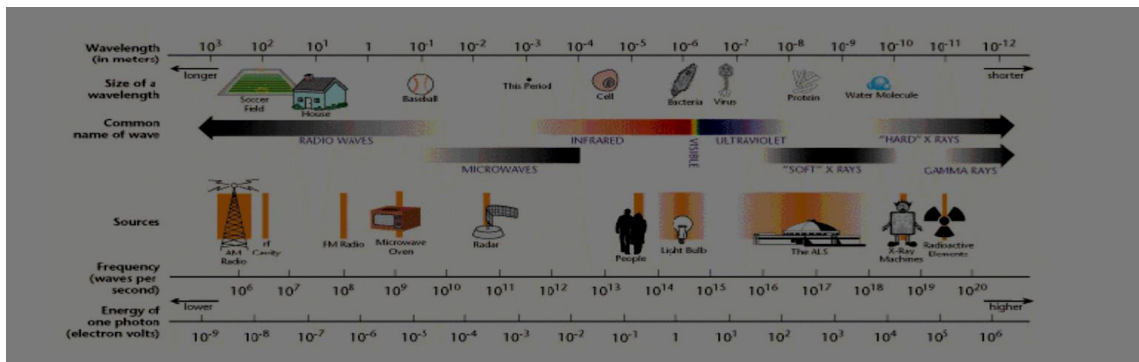
Se denomina espectroscopía a la medición de la cantidad de energía radiante que absorbe un sistema químico en función de la longitud de onda de la radiación basada en la interacción materia-radiación electromagnética, y a las mediciones a una determinada longitud de onda.

La teoría ondulatoria de la luz propone la idea de que un haz de luz es un flujo de cuantos de energía llamados fotones. La luz de una cierta longitud de onda está asociada con los fotones, cada uno de los cuales posee una cantidad definida de energía.

La longitud de onda, λ , del movimiento ondulatorio por el cual es transmitida la energía radiante varía en un intervalo extremadamente amplio, la

magnitud de esta longitud sirve como medio cómodo para clasificar las diversas formas de radiación electromagnética. En la figura 7 se muestra una representación esquemática del espectro electromagnético.

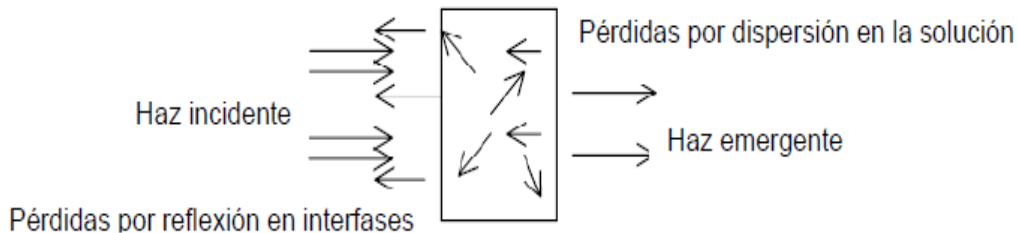
Figura 7. Espectro electromagnético



Fuente: <http://www.ieec.fcr.es.com>. Consulta: 25 de febrero de 2014.

La transmitancia y la absorbancia se miden en un instrumento llamado espectrofotómetro, la solución del analito se debe contener en algún recipiente transparente, tubo o celda.

Figura 8. **Comportamiento de un haz sobre una celda**



Fuente: <http://www.ieec.fcr.es.com>. Consulta: 25 de febrero de 2014.

Como se ve en la representación, ocurre reflexión en las interfases: aire-pared, tanto como en la pared-solución. La atenuación del haz resultante es sustancial. Además, la atenuación de un haz puede ocurrir por dispersión de las moléculas grandes y a veces por absorción de las paredes del recipiente.

Para compensar estos efectos, la potencia del haz transmitido por la solución del analito P es comparada comúnmente con la potencia del haz transmitido por una celda idéntica que contiene solamente solvente, P0.

En un espectrofotómetro la luz de una fuente continua pasa a través de un monocromador (un prisma, rejilla de difracción o filtro), el cual aísla las radiaciones de las longitudes de onda deseadas a partir de las radiaciones heterocromáticas que inciden o se reflejan desde el objeto, seleccionando así una banda estrecha de longitudes de onda de luz incidente. Esta luz monocromática atraviesa una muestra de espesor conocido, contenida en una celda o cubeta fabricada con material que permite el paso de la radiación en la región espectral que interesa, para luego medir la potencia radiante de la luz que sale por medio de un detector.

2.6. Refractometría

Es una técnica analítica que consiste en la medida del índice de refracción de un líquido con objeto de investigar su composición si se trata de una disolución o de su pureza si es un compuesto único.

2.6.1. Índice de refracción

Cuando un haz de luz que se propaga por un medio ingresa a otro distinto, una parte del haz se refleja mientras que la otra sufre una refracción que consiste en el cambio de dirección del haz. Para esto el índice de refracción del material sirve para determinar la diferencia entre el ángulo de incidencia y el de refracción del haz (antes y después de ingresar al nuevo material). El índice de refracción es una magnitud exclusiva de cada compuesto y que cambia si se diluye o mezcla con otras soluciones.

2.7. Purificación de compuestos polares en el biodiésel

Este proceso consiste en neutralizar la cantidad excedente de ácidos grasos libres y otras impurezas mediante una neutralización con una solución al 20 por ciento de NaOH. Seguida de una remoción de los ácidos grasos libres convertidos ya en jabones mediante una serie de lavados en donde se elimina además de jabón, fosfátidos, trazas metálicas, compuestos carotenoides y proteínas. Estos procesos son recomendables ya que mejora la calidad de los aceites disminuyendo además los compuestos de oxidación primaria y secundaria a fin de obtener mejores conversiones para fines comerciales, disminuye los requerimientos energéticos de la destilación.

El proceso a nivel industrial es de la siguiente forma: en un tanque de mezclado homogeniza el aceite y puede ser agregado el ácido fosfórico para el caso de materias primas que contengan fosfátidos no hidrolizables. Posteriormente el aceite pasa a través de un mezclador donde se le va agregando una solución de sosa para llevar a cabo la neutralización de los ácidos grasos libres.

Una vez convertidos los ácidos grasos en jabón son removidos del aceite mediante una centrífuga primaria donde el producto al entrar contiene aproximadamente entre 2 000 - 2 500 partes por millón de jabón (variable en función de la calidad del aceite), en la centrífuga primaria se remueve la parte pesada del jabón, mediante fuerza centrífuga. La segunda centrífuga recibe el producto con aproximadamente 200 partes por millón de jabón y son removidas por fuerza centrífuga y agua para una remoción eficiente de estas trazas, la cantidad de agua es aproximadamente 10 por ciento de agua en base al flujo de a aceite tratado, en ocasiones ciertos procesos requieren centrífugas secundarias. Finalmente se pasa el aceite a un tanque de vacío donde se calienta hasta secar el aceite.

La remoción de jabones y otros compuestos polares también se puede lograr mediante un proceso de adsorción. En donde los materiales polares disueltos o suspendidos en el aceite en concentraciones relativamente bajas, se retienen sobre superficies de partículas sólidas en un material adsorbente. Estas superficies tienen centros cargados eléctricamente, debido a las heterogeneidades en las redes cristalinas que constituyen las partículas.

Las consideraciones anteriores muestran que la adsorción de compuestos está regida en una forma importante por el número de centros de adsorción disponibles, así mismo, por la concentración de material polar en el aceite.

Dependiendo de la naturaleza de los compuestos que se adsorben y de la naturaleza del adsorbente, puede haber diferentes grados de adsorción que van desde la adsorción física en la que las fuerzas de Van der Waals, entre las moléculas retienen materiales adsorbidos hasta la quimisorción o incluso la reacción química, en la cual actúa la formación de enlace químico de naturaleza estable. Hasta que se establece un equilibrio entre materiales adsorbidos y disueltos o suspendidos.

Los requerimientos recomendados para un correcto funcionamiento son:

- El contenido de humedad en el aceite a tratar debe de ser aproximadamente de 0,2 a 0,5 por ciento y juega un papel importante ya que es responsable del transporte de compuestos polares a la superficie de adsorción.
- El tiempo de contacto recomendado es de 15 a 75 minutos.

Durante el proceso de secado la correcta operación de un sistema de vacío es clave para buenos resultados ya que el adsorbente funciona como una esponja liberando el agua que contiene el material adsorbente y dejando atrapados los componentes polares

2.7.1. Decantación

Después de la reacción de transesterificación existen dos productos principales: glicerina y ésteres. Estos dos productos tienen densidades diferentes. Los ésteres tienen densidad del orden de 0,83 gramos por centímetro cúbico, mientras que el glicerol tiene una densidad de orden de 1,05 gramos por centímetro cúbico o más.

La densidad de la fase de glicerol depende de la cantidad de alcohol, agua y catalizador que contenga. Esta diferencia de densidad es suficiente para que las fases puedan ser separadas por gravedad en un decantador. Como alternativa a la decantación puede ser utilizada una centrífuga para separar estos dos compuestos, siendo esta operación más rápida pero requiere de una mayor inversión en equipos; o la utilización de aditivos que promuevan la aglomeración de moléculas de glicerol tornando el proceso más rápido. La glicerina arrastra consigo la mayor parte del jabón, catalizador y alcohol.

Aún con esto, la tasa de separación es afectada por diversos factores. La mayoría de los procesos utilizan una agitación intensa durante la reacción, al menos en su inicio para la incorporación del alcohol en exceso en la fase de aceite. Si este grado de agitación se prolonga durante todo el tiempo de reacción el glicerol se dispersará en el medio en partículas más pequeñas. Esta dispersión acarreará un mayor tiempo de decantación de las partículas en la fase de glicerol.

Otro factor importante es el pH del medio de reacción. Cuanto más cerca al neutro más rápida será la separación de fases. Esta es una de las razones por las cuales se debe minimizar la cantidad de catalizador utilizado. La presencia de alcohol en una o ambas fases también afectaría el proceso de separación. Esto se debe al hecho de que el alcohol es miscible en ambas fases tornando el éster soluble en glicerol y viceversa.

2.7.2. Lavado del biodiésel

Los ésteres deben ser lavados para remover vestigios de catalizador, de jabón y de glicerol libre y ligado. El lavado proporciona un medio para la adición de una solución ácida (ácido fosfórico o acético por ejemplo) con el objetivo de

neutralizar el catalizador remanente en la mezcla formando una sal que es eliminada conjuntamente con el agua de lavado. La separación de fases entre el éster y el agua ocurre rápidamente y de forma bien definida.

Existen diferentes tipos de lavado entre los que se pueden mencionar:

- Lavado con burbuja: el lavado con burbujas consiste en añadir agua en pequeñas cantidades al biodiésel (generalmente en proporciones de 1/3 de agua y 2/3 de biodiésel), agregar una piedra de aire de acuario y colocar una bomba de aire en la porción de agua (localizada bajo una capa flotante de biodiésel) que burbujee el aire a través del agua. Las burbujas de aire recogen una diminuta cantidad de agua y la transportan a través del biodiésel creando una agitación indirecta de los dos líquidos y recogiendo jabones y otros contaminantes en el camino.
- Lavado de atomización: se usa un atomizador suspendido sobre un recipiente de biodiésel. Las minúsculas gotas de agua que rocía el atomizador caen y pasan lentamente por el biodiésel agitando el combustible menos que el lavado con burbujas y removiendo los contaminantes gradualmente. Una agitación moderada da menos lugar a que los jabones y los monoglicéridos y diglicéridos formen una emulsión.
- Lavado estático: consiste en verter agua (preferiblemente caliente) en un tanque de biodiésel y dejar que los líquidos reposen juntos. El contacto entre la capa de agua en la base y la capa de biodiésel arriba crea un efecto de limpieza lento y gentil debido a la polaridad del agua y a las gentiles corrientes de convección creadas a medida que la temperatura se equilibra. Por ello, el lavado estático es un lavado inicial excelente.

- Lavado de agitación: consiste en mezclar el biodiésel y el agua y agitar (normalmente al transportar el biodiésel y el agua a través de una bomba u otro aparato para mezclar). Los tiempos de lavado son de 5 a 30 minutos. La agitación puede ser el método de lavado más rápido, pero tiene algunos peligros. Primero, el lavado es fuerte y tiene la más alta probabilidad de producir una emulsión.

2.7.3. Secado del biodiésel

Por último el biodiésel sufre un proceso de secado antes de ser enviado para almacenamiento. En algunos sistemas industriales se procede aún a la destilación del biodiésel con vista a la obtención de un producto de mayor pureza.

2.7.4. Recuperación del alcohol

En las reacciones de transesterificación se utiliza un exceso de alcohol de 100 por ciento. La razón para utilizar este exceso es que conduce la reacción a elevados niveles de rendimientos. Este exceso puede ser recuperado para su posterior utilización por medio de destilación *flash*.

2.8. Norma ASTM 6751 relacionada con el contenido de glicerina libre y total

La Norma ASTM 6751 define que el contenido de glicerina residual no debe superar el 0,02 por ciento y para la glicerina total 0,24 por ciento. La cantidad de glicerina libre y total presentes en el biodiésel está relacionada con la calidad del mismo. Un alto contenido de glicerina libre puede causar problemas durante el almacenamiento debido a la decantación de la glicerina.

Un alto contenido de glicerina total puede conducir a fallas en los inyectores y también puede provocar incrustaciones en los inyectores, pistones y válvulas. Las incrustaciones aparecen porque la glicerina por las altas temperaturas se incendia y no llega a la cámara de combustión en forma de gas.

2.9. Valoración yodométrica

La yodometría es un método volumétrico indirecto donde un exceso de iones yoduro son adicionados a una solución conteniendo el agente oxidante que reaccionará produciendo una cantidad equivalente de yodo que será titulado con una solución estandarizada de tiosulfato de sodio, y se utiliza principalmente para la determinación de reductores fuertes.

Los iones yoduro son reductores débiles que reducen oxidantes fuertes cuantitativamente. Los iones no son usados directamente como titulante por varias razones, entre ellas por la falta de un indicador visual apropiado y por lenta la velocidad de reacción.

En la titulación yodométrica de agentes oxidantes, donde un exceso de yoduro está presente en la solución, no se debe demorar mucho para empezar la titulación del yodo. El yodo es soluble en agua en la proporción de 0,001 moles por litro, a temperatura ambiente, pero su solubilidad es aumentada en la presencia de iones yoduro. Así, la pérdida de yodo por volatilización es evitada por la adición de un gran exceso de iones yoduro, los cuales reaccionan con el yodo para formar iones triyoduro. En titulaciones a una temperatura de aproximadamente 25 grados Celsius, las pérdidas de yodo por volatilización son despreciables.

3. METODOLOGÍA

3.1. Variables

Para el tratamiento del biodiésel obtenido a partir de aceites vegetales con materiales adsorbentes se involucran las siguientes variables:

Tabla I. Cuadro de análisis de variables

No.	Variable	Dimensional	Factor potencial de Estudio		Factores Perturbadores	
			Independiente	Dependiente	Controlable	No Controlable
Análisis de Ambiente Externo						
1	Temperatura	°C	X		X	
2	Presión	Atm	X			X
Análisis de Experimentación						
3	pH	----		X		X
4	Densidad	g/ml		X		X
5	Índice de refracción			X		X
6	Glicerina libre y total			X		X
6	Proporción	% (v/v)	X		X	
7	Velocidad de Agitación	RPM	X		X	
8	Volumen	L	X		X	
9	Tiempo de agitación	Min		X	X	
10	Concentración	Mol/L	X		X	

Continuación de la tabla I.

11	Concentración del adsorbente	%m/ m	X		X	
12	Tipo de adsorbente y tamaño de partícula	-----	X		X	

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación del campo de estudio

El estudio se limitó al tratamiento de biodiésel con materiales adsorbentes por maceración dinámica a escala laboratorio. Se dosificó glicerina grado reactivo (5% m/m) el cual será sometido al proceso de adsorción, variando el tipo de adsorbente (caolín, carbonato de calcio y talco), la concentración de los mismos (2, y 4% m/m) y velocidad de agitación (600 y 800 rpm).

Se monitoreó el proceso de adsorción mediante la medición del índice de refracción y absorbancia la cuantificación de la glicerina libre y total se realizó mediante el Método AOCS⁸ Ca 14-56, en función del tiempo de contacto sólido-líquido, hasta determinar el punto de ruptura o la saturación del adsorbente. Se caracterizó fisicoquímicamente el producto final para evaluar si cumple con las especificaciones del Reglamento Técnico Centroamericano, RTCA 75.02.43:07.

3.3. Ubicación

A continuación se detallarán los lugares donde se llevó a cabo la obtención del biodiésel a partir de aceite vegetal de soya, el tratamiento de

refino del biodiésel con materiales adsorbentes y la caracterización fisicoquímica.

3.3.1. Lugar de obtención del biodiésel a partir de aceite de soya

El biodiésel obtenido a partir de soya materia fue producido en las instalaciones del Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEXVE), Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria, zona 12.

3.3.2. Lugar del tratamiento de refino del biodiésel

El proceso de tratamiento de refino del biodiésel mediante el uso de tres diferentes adsorbentes comerciales se llevó a cabo en el Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEXVE), sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria, zona 12.

3.3.3. Lugar de caracterización fisicoquímica

La caracterización fisicoquímica del biodiésel obtenido a escala laboratorio y el tratado mediante el contacto con adsorbentes se llevó a cabo en el Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria, zona 12. La caracterización fisicoquímicas del biodiésel obtenido mediante parámetros establecidos por el reglamento técnico centroamericano RTCA 75.02.43:07 se realizó en los

Laboratorios Técnicos del Ministerio de Energía y Minas en la Sección de Hidrocarburos, ubicado en la zona 11 de la ciudad de Guatemala.

3.4. Recursos humanos

Para la realización del presente estudio se contó con la asesoría profesional del personal del Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria, zona 12.

- Desarrollo del proyecto: Lee Stevens Hernández Rivera
- Asesor: Ing. Mario José Mérida Meré
- Asesora: Inga. Telma Maricela Cano Morales
- Revisor: Ing. César Alfonso García Guerra

3.5. Recursos materiales

El presente estudio fue necesario la adquisición de reactivos y materia prima, las cuales fueron obtenidos por compra directa con diversos proveedores y reactivos existentes en el Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria, zona 12.

- Aceite vegetal de soya.
- Agua destilada.
- Agua potable.
- Acetona para limpieza del equipo y cristalería.
- Etanol al 95 por ciento volumen-volumen para limpieza del equipo y cristalería.

- Biodiésel obtenido a partir de aceite vegetal refinado.
- Etanol grado reactivo al 95 por ciento, marca Baker.
- Agua destilada.
- Solución de fenolftaleína al 1 por ciento (porcentaje volumen-volumen).
- Carbonato de calcio grado comercial muestras proporcionadas por PROMISA.
- Arena sílice grado comercial muestras proporcionadas por PROMISA.
- Caolín grado comercial provisto por PROMISA.
- Glicerina grado reactivo marca QUIMIPROVA.
- Ácido periyódico, grado reactivo marca Merck.
- Hidróxido de potasio, grado reactivo marca Merck.
- Cloroformo grado reactivo al 95 por ciento (porcentaje volumen-volumen) marca Merck.
- Yoduro de potasio, grado reactivo marca Merck.
- Tiosulfato de potasio pentahidratado marca Merck.
- Ácido acético glacial, grado reactivo al 99,5 por ciento Marca Baker U.T.
- Almidón soluble.
- Dicromato de potasio anhidro, grado reactivo marca Aldrich

3.6. Equipo y cristalería

El equipo y cristalería necesario para la ejecución del diseño experimental fue suministrado en su totalidad por el Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria, zona 12.

- Balanza analítica marca: adventur serie: G1231202040133
- Pipeta volumétrica de 10 mL
- Pipeta volumétrica de 5 mL
- Balón aforado
- Termómetro
- Bureta con precisión $\pm 0,01$ mL
- Refráctometro tipo abbé
- Espectrofotómetro marca precisión
- Campana de extracción; marca Serproma de motor de $\frac{3}{4}$ Hp
- Agitadores magnéticos
- Bomba de vacío marca: Gast, Modelo: O523-VAFG588DX
- Centrífuga marca Precisión
- Vasos de precipitación de 1000 mL
- Embudos de separación
- Vasos de precipitación de 100 mL
- Vasos de precipitación de 50 mL
- Varilla de agitación
- Matraces Erlenmeyer de 1000 mL
- Vidrio de reloj
- Probeta
- Tubos de ensayo
- Matraz de fondo redondo para calentamiento

3.7. Técnica cuantitativa

Se procedió a realizar el tratamiento de biodiésel mediante un diseño de lotes de 25 mililitros de biodiésel para cada lote a escala laboratorio, en el Laboratorio de Extractos Vegetales (LIEEXVE), Sección Química Industrial del

Centro de Investigaciones de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala; variando el tipo de adsorbente (caolín, carbonato de calcio y talco) a utilizar en el proceso de purificación del biodiésel, variando la concentración del material adsorbente (2, y 4% m/m), la velocidad de agitación 600 Y 800 rpm y el tiempo de contacto adsorbente-adsorbato (15, 30, 45, 60 y 75 minutos) realizando para cada lote 2 repeticiones. La temperatura se mantendrá constante y acondicionada a $18^{\circ}\text{C}\pm 1$. La selección de lotes se realizó al azar escogiendo uno de los lotes entre las 24 opciones establecidas.

Durante el tratamiento del biodiésel se procedió a cuantificar el contenido de glicerina libre y glicerina total mediante el Método AOCS⁸ Ca 14-56, y para monitorear el proceso de adsorción se midió el índice de refracción y la absorbancia del biodiésel en intervalos de 15 minutos hasta definir el punto de ruptura y saturación del adsorbente.

3.8. Procedimiento

A continuación se detalla el procedimiento seguido para cada uno de los tratamientos realizados al biodiésel mediante el contacto con tres diferentes adsorbentes. Así como la metodología para el monitoreo, análisis y caracterización fisicoquímica del producto final.

3.8.1. Lavado y secado del biodiésel

Se lavó el biodiésel obtenido mediante lavados con agua para remover glicerina, jabones y trazas de metanol. El sistema se dejó decantar durante 3 horas para separar las fases. Se evaporó al vacío, con el fin de separar toda el agua de lavado.

3.8.2. Dosificación de glicerina

Con la finalidad de evaluar el grado de adsorción que poseen los materiales adsorbentes a evaluar se dosificó glicerina grado reactivo al 5 por ciento masa-masa respecto al biodiésel. La mezcla se agitó durante 15 minutos para homogenizar la solución.

3.8.3. Purificación y secado del biodiésel

El tratamiento del biodiésel con materiales adsorbentes y el secado del biodiésel para llevarlo a una calidad óptima que cumpla con las especificaciones técnicas consiste en separar los jabones y glicerol del biodiésel; se lavó con diferentes proporciones de caolín, carbonato de calcio y talco (2 y 4% m/m de biodiésel-adsorbente), con agitación constante durante un tiempo mínimo de contacto de 15 minutos y se varió la velocidad de agitación (600 y 800 rpm). Después se dejó reposar hasta que se observó claramente la separación de las dos fases. El biodiésel limpio quedó encima y el adsorbente con los jabones y glicerina disueltos se separó mediante una ampolla de decantación para su posterior filtración al vacío.

El agua mezclada en el biodiésel se evaporó, calentando lentamente hasta que el biodiésel deje de borbotear.

3.8.4. Medición del índice de refracción

Durante el proceso de adsorción se tomó una muestra de 0,1 gramos de material adsorbente utilizado, el cual fue lavado con agua para remover los materiales adsorbidos. Al agua resultado del lavado se le midió el índice de

refracción, el cual fue comparado respecto a la medición realizada del blanco de agua desmineralizada.

A continuación se describe el procedimiento llevado a cabo.

- Primero se verificó que el prisma esté limpio.
- Se agregaron dos gotas de la muestra líquida al prisma, esto se realizó con una micropipeta.
- Se encendió la lámpara usando el interruptor en el lado izquierdo y se ajustó para asegurar el brillo adecuado en el prisma de medición.
- Se observó por el ocular, se giró la perilla de compensación de color hasta que aparezca una línea clara y definida en el campo de visión.
- Se giró la perilla de medición alineando la línea delimitadora, con las líneas de intersección (ajustar claro y oscuro al centro).
- Se movió la palanca de la parte inferior izquierda y leer en la escala superior el índice de refracción.
- Se registró el índice de refracción.

3.8.5. Medición de absorbancia

Se encendió el espectrofotómetro y se esperó el auto revisión del equipo. Se seleccionó el programa de lectura a una longitud de onda de 550 nanómetros. La muestra de blanco (agua) se vertió a una celda. Se tomó la

lectura correspondiente para la muestra de blanco y dicho valor se estableció como 0 por ciento de absorbancia. De forma similar se vertió en una celda las diferentes soluciones de agua de lavado, resultado del tratamiento de refino con los diferentes materiales adsorbentes y se tomó la lectura correspondiente. Se graficó el comportamiento de la absorbancia en función del tiempo de contacto adsorbente-adsorbato (en las ordenadas absorbancia y en las abscisas tiempo de contacto adsorbente-adsorbato).

3.8.6. Caracterización fisicoquímica del biodiésel obtenido según el Reglamento Técnico Centroamericano RTCA 75.02.43:07

El biodiésel obtenido mediante el tratamiento de refino con diferentes adsorbentes comerciales fue caracterizado de acuerdo a los métodos de análisis seleccionados en el *Reglamento Técnico Centroamericano* (RTCA) 75.02.43:07. Los análisis se realizaron al biodiésel lavado con agua y al biodiésel tratado con el adsorbente mineral que presentó mayor porcentaje de remoción de glicerina libre y total durante el proceso de adsorción, con la finalidad de establecer si existe diferencia significativa entre los diferentes métodos de purificación. Los análisis seleccionados del reglamento fueron:

- Punto de inflamabilidad (°C). Norma ASTM D-93
- Corrosión en la tira de cobre (3 horas a 50 °C). Norma ASTM D-130
- Poder calorífico superior (MJ/Kg). Norma ASTM D-240
- Viscosidad cinemática (50 °C, mm²/s). Norma ASTM D-445
- Agua y sedimento (% volumen). Norma ASTM D-1796

3.8.6.1. Método AOCS⁸ Ca 14-56 para cuantificación de glicerina libre y total

Previo a determinar el contenido de glicerina libre y total es necesario preparar soluciones de reactivos. A continuación se describe la metodología para su elaboración.

- Solución de ácido peryódico. Se disolvió 5,4 gramos de ácido peryódico en 100 mililitros de agua destilada y adicionar 1 900 mililitros de ácido acético glacial, mezclando vigorosamente. Almacenar en un frasco oscuro o en un sitio apartado de la luz.
- Solución de tiosulfato de sodio 0,1 normal. Disolver 24,8 gramos de tiosulfato de sodio en agua destilada y diluir en un litro. La solución se estandarizó como sigue: se tomó 25 mililitros de una solución de dicromato de potasio y se vertió en un vaso de precipitados de 400 mililitros. Se adicionó 5 mililitros de ácido clorhídrico concentrado, 10 mililitros de la solución de yoduro de potasio y se agitar para mezclar. Se dejó reposar por 5 minutos sin mezclado y se adicionó 100 mililitros de agua destilada. La muestra se tituló con solución de tiosulfato de sodio, agitando continuamente hasta que el color amarillo casi haya desaparecido. Se añadió 2 mililitros de solución de almidón y se continuar titulado, adicionando la solución de tiosulfato lentamente, hasta que el azul desaparezca. La concentración de la solución de tiosulfato se expresó en términos de la normalidad.

$$\text{Normalidad de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{25}{\text{mL de Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ requerido}} \text{ [Ec. 5]}$$

- Solución de yoduro de potasio: se disolvieron 150 gramos de yoduro de potasio en agua destilada y se diluyó a un litro. Esta solución se protegió de la luz.
- Solución indicadora de almidón: se preparó haciendo una pasta homogénea de 10 gramos de almidón soluble en agua destilada fría. Se añadió esta pasta a un litro de agua destilada hirviendo, se agitó rápidamente por unos segundos y se dejó enfriar. Para probar su sensibilidad se vertieron 2 mililitros de solución de almidón en 100 mililitros de agua destilada y se adicionó 0,05 mililitros de solución de yodo 0,1 normal. El color oscuro producido debe eliminarse con 0,05 mililitros de tiosulfato de sodio 0,1 normal.
- Solución estándar de dicromato de potasio 0,1 normal: se preparó disolviendo 4,9035 gramos de $K_2Cr_2O_7$ finamente pulverizado y seco en agua destilada aforando a un litro a 25 grados Celsius.
- Solución alcohólica de KOH: para prepararla se disolvió 40 gramos de KOH en un litro de alcohol etílico al 95 por ciento. En caso de estar turbia, filtrar la solución antes de usar.
- Se pesaron muestras de biodiésel duplicadas con una tolerancia de 0,1 gramos en un matraz Erlenmeyer. El tamaño de la muestra de biodiésel se indica en la tabla II.
- Se adicionó la cantidad indicada de KOH alcohólico referido en la tabla II, conectar el condensador y hervir suavemente por 39 minutos.

- Se agregó la cantidad indicada de cloroformo (de acuerdo a la tabla II) en un matraz aforado de un litro con una tolerancia de 0,5 mililitros. Se adicionó 25 mililitros de ácido acético glacial.
- Quitar del calor el matraz donde se realizó la saponificación, desconectar el condensador y transferir la muestra a un matraz aforado de 1 litro, lavando el matraz con aproximadamente 500 mililitros de agua destilada.
- Se agitó vigorosamente el matraz aforado de 30 a 60 segundos.
- Se aforó el matraz con agua destilada hasta la marca, se mezcló completamente invirtiendo y alineando hasta que las fases acuosas y de cloroformo se separaron.
- Se adicionó 50 mililitros de ácido peryódico en un vaso de 400 mililitros y se prepararon dos blancos añadiendo 50 mililitros de agua destilada a cada uno.
- Se tomó 50 mililitros de la capa acuosa obtenida en el matraz aforado de un litro y se mezcló a un *beacker* de 400 mililitros que contenga 50 mililitros de ácido peryódico reactivo y se agitar hasta mezclar completamente. Se cubrió con un vidrio de reloj y se dejó reposar por 30 minutos.
- Se añadió 20 mililitros de la solución de yoduro de potasio, se agitó la muestra vigorosamente y se dejó reposar por un minuto antes de la titulación. Para evitar el contacto de la muestra con la luz solar se cubrió el matraz con papel aluminio.

- Se diluyó la muestra en aproximadamente 200 mililitros de agua destilada y se tituló con la solución estandarizada de tiosulfato de sodio (0,078 N). Se continuó la titulación hasta que el color café del yodo casi hubo desaparecido. Se añadieron 2 mililitros de solución indicadora de almidón titulación hasta que el color azul del complejo yodo-almidón desaparezca.
- Se leyó la bureta con una precisión de 0,1 mililitros.
- Se realizó la determinación en los blancos que contienen muestras de agua, procediendo exactamente de la misma forma que con las muestras de biodiésel.
- Si la titulación de la muestra es menor de 0,8 de la titulación del blanco:
 - Repetir la prueba usando porciones más pequeñas (50, 25,10 y 5 mililitros), hasta que la titulación de la muestra sea mayor a 0,8 del blanco.

Tabla II. **Mediciones para el procedimiento de cuantificación de glicerina libre y total**

Glicerol Total (%)	Peso de la muestra (g)	Precisión (g)	KOH (mL)	CHCL3 (mL)
10 a 40	2	0,001	50	99
5 a 20	4	0,003	50	96
2 a 8	10	0,01	100	91

Fuente: elaboración propia.

El procedimiento para cuantificar el contenido de glicerina libre se describe a continuación:

- Se pesó $10 \pm 0,01$ gramos de muestra.
- La muestra se fundió calentando cuidadosamente y se vertió en un matraz volumétrico de 1 litro con 90 mililitros de cloroformo.
- Se añadió aproximadamente 500 mililitros de agua destilada, se tapó y agitó el matraz vigorosamente.
- Se aforó con agua destilada, se tapó y mezcló completamente invirtiendo continuamente el matraz hasta que las capas acuosas y cloroformo se separen.
- Se midió 50 mililitros de ácido peryódico reactivo y se adicionó en *beakers* de 400 mililitros; se prepararon dos blancos agregando 100 mililitros de agua destilada a cada uno.
- Se tomó 100 mililitros de la fase acuosa que contiene la mezcla cloroformo-biodiésel y se añadió a *beaker* que contenga 50 mililitros de ácido peryódico reactivo, se agitó hasta mezclar por completo. Se cubrió con un vidrio de reloj y reposar por 30 minutos.
- Se adicionó 20 mililitros de solución de yoduro de potasio, mezclando por agitación y dejando reposar por un minuto (no más de 5 minutos) antes de la titulación. La muestra debe mantenerse alejada de la luz brillante o luz solar.

- Se diluyó la muestra aproximadamente 200 mililitros de agua destilada y se tituló con la solución de tiosulfato de sodio. Se continuó la titulación hasta que el color café del yodo casi hubo desaparecido. Se añadieron 2 mililitros de solución indicadora de almidón y se continuó con la titulación hasta que el color azul del complejo yodo-almidón desaparezca.
- Se leyó la bureta con una precisión de 0,01 mililitros.
- La determinación en los blancos, se realizó exactamente de la misma forma que con las muestras.
- Si la titulación de la muestra (paso anterior) es menor de 0,8 la titulación del blanco, repetir la determinación usando un tamaño de muestra más pequeño.

Reportar el glicerol total cercano al 0,1%

$$\% \text{glicerol total} = \frac{B - S * N * 2.302}{P} \text{ [Ec. 6]}$$

Donde:

S= mL de titulación de la muestra

B= mL de titulación del blanco

N= normalidad de la solución de tiosulfato de sodio

P= peso de la muestra representado por alícuota (mL) tomada para el análisis de la muestra en el procedimiento para glicerol total, en el cual;

$$P = \frac{\text{peso de la muestra} * \text{mL de la muestra}}{900} \text{ [Ec. 7]}$$

3.9. Diseño experimental

El diseño experimental es bifactorial completamente al azar obteniendo como variable respuesta el porcentaje de glicerina libre y total en función del tiempo de contacto adsorbente-adsorbato. Se evaluarán 3 diferentes adsorbentes minerales comerciales (caolín, carbonato de calcio y talco), 2 velocidades de agitación (600 y 800 rpm), 2 concentraciones en porcentaje masa (2% y 4%, %m/m), 5 tiempos de contacto adsorbente-adsorbato (15, 30, 45, 60 y 75 minutos) y 2 repeticiones para cada una, dando como resultado 120 tratamientos experimentales.

3.10. Análisis estadístico

El análisis estadístico se lleva a cabo para determinar si existe una relación significativa entre dos variables o factores que influyen directamente en los resultados de un estudio, para ello se lleva a cabo un análisis de varianza (ANOVA).

En este caso es importante determinar si existe una interacción significativa entre los dos factores, los cuales son: el tipo de material adsorbente (a concentración y velocidad de agitación determinada), en función del tiempo de agitación.

La tabla III muestra el bosquejo de un diseño experimental de dos factores para determinar si existen diferencias significativas entre las variables del estudio (tipo de adsorbente y tiempo de contacto adsorbente-adsorbato).

Tabla III. Experimento de dos factores

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 2%, %m/m, 600 rpm	Y_{111}	Y_{121}	Y_{131}	Y_{141}	Y_{151}	$T_{1..}$	$X_{1..}$
	Y_{112}	Y_{122}	Y_{132}	Y_{142}	Y_{152}		
	Y_{113}	Y_{123}	Y_{133}	Y_{143}	Y_{153}		
Carbonato de calcio 2% %m/m, 600 rpm	Y_{211}	Y_{221}	Y_{231}	Y_{241}	Y_{251}	$T_{2..}$	$X_{2..}$
	Y_{212}	Y_{222}	Y_{232}	Y_{242}	Y_{252}		
	Y_{213}	Y_{223}	Y_{233}	Y_{243}	Y_{253}		
Talco 2%, %m/m, 600 rpm	Y_{311}	Y_{321}	Y_{331}	Y_{341}	Y_{351}	$T_{3..}$	$X_{3..}$
	Y_{312}	Y_{322}	Y_{332}	Y_{342}	Y_{352}		
	Y_{313}	Y_{323}	Y_{333}	Y_{343}	Y_{353}		
Total	$T_{.1}$	$T_{.2}$	$T_{.3}$	$T_{.4}$	$T_{.5}$	$T_{...}$	$X_{...}$
Media	$X_{.1}$	$X_{.2}$	$X_{.3}$	$X_{.4}$	$X_{.5}$	$T_{...}$	$X_{...}$

Fuente: elaboración propia.

Donde:

$T_{i..}$ = suma de las observaciones para el i-ésimo nivel del factor A

$T_{.j}$ = suma de las observaciones para el j-ésimo nivel del factor B

$T_{...}$ = suma de todas las abn observaciones

$X_{i..}$ = media de las observaciones para el i-ésimo nivel del factor A

$X_{.j}$ = media de las observaciones para el j-ésimo nivel del factor B

$X_{...}$ = media de todas las abn observaciones

Factor A = tipo de material adsorbente (concentración y velocidad de agitación)

Factor B = tiempo de contacto adsorbente-adsorbato.

Tabla IV. **Análisis de varianza para el experimento de dos factores con n-repeticiones**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada
A	SSA	a - 1	$S^2_1=SSA / (a - 1)$	$F_1=S^2_1 / S^2$
B	SSB	b - 1	$S^2_2=SSA / (b - 1)$	$F_2=S^2_2 / S^2$
Interacción de dos factores AB	SS(AB)	(a - 1)(b - 1)	$S^2_3=SS(AB) / (a - 1)(b - 1)$	$F_3=S^2_3 / S^2$
Error	SSE	ab(n - 1)	$S^2=SSE / ab(n - 1)$	
Total	SST	abn - 1		

Fuente: RAYMOND, Walpole. *Probabilidad y estadística*. p. 488.

Fórmulas para el cálculo de la suma de cuadrados:

$$SST = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n T^2_{ijk} - T^2 \dots / abn \text{ [Ec. 8]}$$

$$SSA = \frac{\sum_{i=1}^a T^2_{i \dots}}{bn} - \frac{T^2 \dots}{abn} \text{ [Ec. 9]}$$

$$SSB = \frac{\sum_{j=1}^b T^2_{\dots j}}{an} - \frac{T^2 \dots}{abn} \text{ [Ec. 10]}$$

$$SS(AB) = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b T^2_{ij}}{n} - \frac{\sum_{i=1}^a T^2_{i \dots}}{bn} - \frac{\sum_{j=1}^b T^2_{\dots j}}{an} + \frac{T^2_{\dots \dots}}{abn} \quad [\text{Ec. 11}]$$

$$SSE = SST - SSA - SSB - SS(AB) \quad [\text{Ec. 12}]$$

Según los resultados del análisis de varianza (ANOVA) para evaluar el rechazo de cada una de las hipótesis estadísticas planteadas se seguirá una distribución de Fisher con un nivel de confianza del 95 por ciento para encontrar la F crítica y compararla con la F calculada siguiendo el siguiente criterio.

- Si la F calculada es mayor a la F crítica se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa.
- Si la F calculada es menor que la F crítica se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa.

3.10.1. Análisis de varianza de dos factores para el contenido de glicerina libre

Se realizó el análisis de varianza de dos factores para evaluar el efecto del tipo de material adsorbente (concentración y velocidad de agitación definidos) y del tiempo de contacto adsorbente-adsorbato sobre el contenido de glicerina libre, obteniéndose las matrices de experimentos de dos factores, para luego proceder a realizar un análisis de ANOVA. A continuación se presentan los resultados obtenidos para cada uno de los tratamientos experimentales.

Tabla V. Experimento de dos factores para el porcentaje de glicerina libre (2 % m/m, 600 rpm)

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 2%, %m/m, 600 rpm	0,25	0,18	0,11	0,15	0,19	1,84	0,184
	0,28	0,17	0,12	0,18	0,21		
Suma	0,53	0,35	0,23	0,33	0,4		
Carbonato de calcio 2%, %m/m, 600 rpm	0,37	0,25	0,21	0,19	0,28	2,57	0,257
	0,32	0,26	0,19	0,16	0,34		
Suma	0,69	0,51	0,40	0,35	0,62		
Talco 2%, %m/m, 600 rpm	0,11	0,09	0,08	0,1	0,11	1,05	0,105
	0,13	0,1	0,1	0,09	0,14		
Suma	0,24	0,19	0,18	0,19	0,25		

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (2 % m/m, 600 rpm)

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	0,11558	2	0,05779	4,59428	3,31589
Tiempo de contacto	0,04961	4	0,01240	0,98606	2,68963
Interacción de dos factores	0,01759	8	0,00220	0,17477	2,26616
Total	0,37146	29			

Fuente: elaboración propia.

Tabla VII. Experimento de dos factores para el porcentaje de glicerina libre (4 % m/m, 600 rpm)

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 4%, %m/m, 600 rpm	0,16	0,18	0,19	0,22	0,18	1,99	0,199
	0,18	0,21	0,23	0,25	0,19		
Suma	0,34	0,39	0,42	0,47	0,37		
Carbonato de calcio 4%, %m/m, 600 rpm	0,19	0,18	0,18	0,17	0,22	1,86	0,186
	0,2	0,17	0,17	0,15	0,23		
Suma	0,39	0,35	0,35	0,32	0,45		
Talco 4%, %m/m, 600 rpm	0,07	0,06	0,08	0,09	0,1	0,9	0,09
	0,08	0,06	0,1	0,12	0,14		
Suma	0,15	0,12	0,18	0,21	0,24		

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (4 % m/m, 600 rpm)

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	0,07089	2	0,03544	595,909	331,589
Tiempo de contacto	0,0046	4	0,00115	0,19335	268,963
Interacción de dos factores	0,00988	8	0,00124	0,20764	226,616
Error	0,08922	15	0,00595		
Total	0,17458	29			

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. Experimento de dos factores para el porcentaje de glicerina libre (2 % m/m, 800 rpm)

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 2%, %m/m, 800 rpm	0,21	0,17	0,13	0,14	0,16	1,77	0,177
	0,23	0,19	0,15	0,18	0,21		
Suma	0,44	0,36	0,28	0,32	0,37		
Carbonato de calcio 2%, %m/m, 800 rpm	0,21	0,16	0,14	0,11	0,17	1,69	0,169
	0,27	0,18	0,11	0,15	0,19		
Suma	0,48	0,34	0,25	0,26	0,36		
Talco 2%, %m/m, 800 rpm	0,09	0,08	0,07	0,08	0,09	0,83	0,083
	0,08	0,08	0,07	0,09	0,1		
Suma	0,17	0,16	0,14	0,17	0,19		

Fuente: elaboración propia.

Tabla X. Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (2 % m/m, 800 rpm)

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	0,05432	2	0,02716	475,768	331,589
Tiempo de contacto	0,01745	4	0,00436	0,76404	268,963
Interacción de dos factores	0,00761	8	0,00095	0,16671	226,616
Error	0,08563	15	0,00571		
Total	0,16501	29			

Fuente: elaboración propia.

Tabla XI. Experimento de dos factores para el contenido de glicerina libre (4 % m/m, 800 rpm)

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 4%, %m/m, 800 rpm	0,28	0,19	0,14	0,16	0,23	2,02	0,202
	0,26	0,2	0,15	0,18	0,23		
Suma	0,54	0,39	0,29	0,34	0,46		
Carbonato de calcio 4%, %m/m, 800 rpm	0,17	0,16	0,14	0,16	0,18	1,66	0,166
	0,19	0,15	0,13	0,18	0,2		
Suma	0,36	0,31	0,27	0,34	0,38		
Talco 4%, %m/m, 800 rpm	0,06	0,05	0,07	0,09	0,12	0,81	0,081
	0,05	0,05	0,08	0,11	0,13		
Suma	0,11	0,1	0,15	0,2	0,25		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XII. Análisis de varianza para el contenido de glicerina libre (4 % m/m, 800 rpm)

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	0,07721	2	0,0386	5,269,041	331,589
Tiempo de contacto	0,01578	4	0,00394	0,53846	268,963
Interacción de dos factores	0,01536	8	0,00192	0,26206	226,616
Error	0,1099	15	0,00733		
Total	0,21824	29			

Fuente: elaboración propia.

3.10.2. Análisis de varianza para el contenido de glicerina total

Se realizó el análisis de varianza para evaluar el efecto del tipo de adsorbente (caolín, carbonato de calcio y talco, a una concentración y velocidad de agitación definida) y el tiempo de contacto adsorbente-adsorbato (en intervalos de tiempo de 15 minutos) sobre el contenido de glicerina total con un nivel de confianza del 95 por ciento. Los resultados muestran el experimento de dos factores y el análisis de varianza para cada adsorbente bajo las mismas condiciones de concentración (porcentaje masa/masa) y velocidad de agitación (revoluciones por minuto).

Tabla XIII. Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 600 rpm)

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 2%, %m/m, 600 rpm	2,98	2,02	1,74	1,98	2,02	21,62	2,162
	3,05	2,14	1,83	1,92	1,94		
Suma	6,03	4,16	3,57	3,9	3,96		
Carbonato de calcio 2%, %m/m, 600 rpm	2,69	1,67	0,97	1,34	1,84	18,24	1,824
	2,85	1,97	1,13	1,66	2,12		
Suma	5,54	3,64	2,1	3	3,96		
Talco 2%, %m/m, 600 rpm	1,05	0,91	0,85	1,03	1,14	10,06	1,006
	0,98	0,95	0,81	1,13	1,21		
Suma	2,03	1,86	1,66	2,16	2,35		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. **Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 600 rpm)**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	0,07721	2	0,0386	5,269,041	331,589
Tiempo de contacto	0,01578	4	0,00394	0,53846	268,963
Interacción de dos factores	0,01536	8	0,00192	0,26206	226,616
Error	0,1099	15	0,00733		
Total	0,21824	29			

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 600 rpm)**

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 4%, %m/m, 600 rpm	1,95	0,85	1,04	0,93	0,78	11,41	1,141
	2,01	0,91	1,11	0,99	0,84		
Suma	3,96	1,76	2,15	1,92	1,62		
Carbonato de calcio 4%, %m/m, 600 rpm	1,01	0,87	1,12	1,21	1,13	11,3	1,13
	1,11	1,08	1,23	1,35	1,19		
Suma	2,12	1,95	2,35	2,56	2,32		
Talco 4%, %m/m, 600 rpm	0,75	0,69	0,45	0,53	0,62	6,13	0,613
	0,81	0,61	0,42	0,58	0,67		
Suma	1,56	1,3	0,87	1,11	1,29		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. **Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 600 rpm)**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	1,820,646	2	0,910323	3,448415	3,315829
Tiempo de contacto	0,759746	4	0,189936	0,719503	2,689627
Interacción de dos factores	1,317,053	8	0,164631	0,623644	2,266163
Error	3,959,746	15	0,263983		
Total	7,857,193	29			

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 800 rpm)**

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 2%, %m/m, 800 rpm	3,13	2,77	1,02	0,97	1,16	18,23	1,823
	3,18	2,86	1,18	0,85	1,11		
Suma	6,31	5,63	2,2	1,82	2,27		
Carbonato de calcio 2%, %m/m, 800 rpm	1,65	0,97	0,84	1,03	1,08	10,84	1,084
	1,72	0,84	0,61	0,93	1,17		
Suma	3,37	1,81	1,45	1,96	2,25		
Talco 2%, %m/m, 800 rpm	0,88	0,69	0,45	0,53	0,62	6,32	0,632
	0,81	0,62	0,49	0,56	0,67		
Suma	1,69	1,31	0,94	1,09	1,29		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (2 % m/m, 800 rpm)**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	7,229,686	2	3,614,843	306,085	3,315829
Tiempo de contacto	5,648,346	4	1,412,086	1,195677	2,689627
Interacción de dos factores	4,756,513	8	0,594564	0,503444	2,266163
Error	17,714,896	15	1,180993		
Total	35,349,443	29			

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Experimento de dos factores para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 800 rpm)**

Factor A	Factor B					Total	Media
	15 min	30 min	45 min	60 min	75 min		
Caolín 4%, %m/m, 800 rpm	0,55	0,41	0,39	0,31	0,45	2,02	0,202
	0,58	0,45	0,34	0,28	0,41		
Suma	1,13	0,86	0,73	0,59	0,86		
Carbonato de calcio 4%, %m/m, 800 rpm	2,56	2,45	1,39	1,78	2,02	20,07	2,007
	2,41	2,39	1,45	1,67	1,95		
Suma	4,97	4,84	2,84	3,45	3,97		
Talco 4%, %m/m, 800 rpm	0,28	0,19	0,14	0,16	0,23	4,17	0,417
	0,26	0,2	0,15	0,18	0,23		
Suma	0,54	0,39	0,29	0,34	0,46		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XX. **Análisis de varianza para el contenido de glicerina total (4 % m/m, 800 rpm)**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F calculada	F crítica
Tipo de adsorbente	19,441,166	2	9,720583	687,286	3,315829
Tiempo de contacto	0,888046	4	0,222011	0,156971	2,689627
Interacción de dos factores	0,858333	8	0,107291	0,075859	2,266163
Error	21,215,146	15	1,414343		
Total	42,402,693	29			

Fuente: elaboración propia.

3.11. Muestra de cálculo para la comparación de medias en la determinación de las características fisicoquímicas del biodiésel tratado con adsorbentes minerales

Para comparar dos muestras independientes con igual tamaño muestral y varianza se hace uso de la prueba t-Student, la cual se calcula mediante las siguientes ecuaciones:

$$t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_{X_1X_2} \cdot \sqrt{\frac{2}{n}}} \text{ [Ec. 9]}$$

$$S_{X_1X_2} = \sqrt{\frac{(S_{X_1}^2 + S_{X_2}^2)}{2}} \text{ [Ec. 10]}$$

Donde:

\bar{X}_1 = media aritmética del grupo 1

\bar{X}_2 = media aritmética del grupo 2

$S_{X_1X_2}$ = varianza combinada

$S_{X_1}^2$ = desviación estándar del grupo 1

$S_{X_2}^2$ = desviación estándar del grupo 2

n = total de datos

t = prueba t-Student

Según los resultados de la prueba t-Student, para evaluar el rechazo de cada una de las hipótesis estadísticas planteadas se seguirá una distribución t-Student con un nivel de confianza del 95 por ciento para encontrar la t crítica, y compararla con la t calculada siguiendo el siguiente criterio:

- Si la t calculada es mayor a la t crítica se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa.
- Si la t calculada es menor que la t crítica se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa.

La t crítica se obtiene a partir del nivel de significancia definido en el experimento y $2n-2$ grados de libertad donde n es el número de repeticiones realizadas para cada ensayo.

Ejemplo: para comparar las medias del ensayo de punto de inflamabilidad del biodiésel tratado con talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa, respecto

al biodiesel sin tratamiento, se obtuvieron los siguientes resultados con un nivel de confianza del 95 % los resultados son los siguientes:

Datos:

$$\bar{X}_1 = 75 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\bar{X}_2 = 71 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$S_{X_1}^2 = 0,25$$

$$S_{X_2}^2 = 0,18$$

$$n = 5$$

$$S_{X_1X_2} = \sqrt{\frac{(0.25 - 0.18)}{2}} = 0.1871$$

$$t = \frac{75 - 71}{0.1871 \cdot \sqrt{\frac{2}{5}}} = 33.80$$

Comparando el valor de t calculado se procede a compararlo con el valor de t crítico, según la distribución t-Student.

Nota: de la misma forma se hicieron los cálculos para la comparación de medias para los diferentes análisis fisicoquímicos que se realizaron a las muestras de biodiésel.

4. RESULTADOS

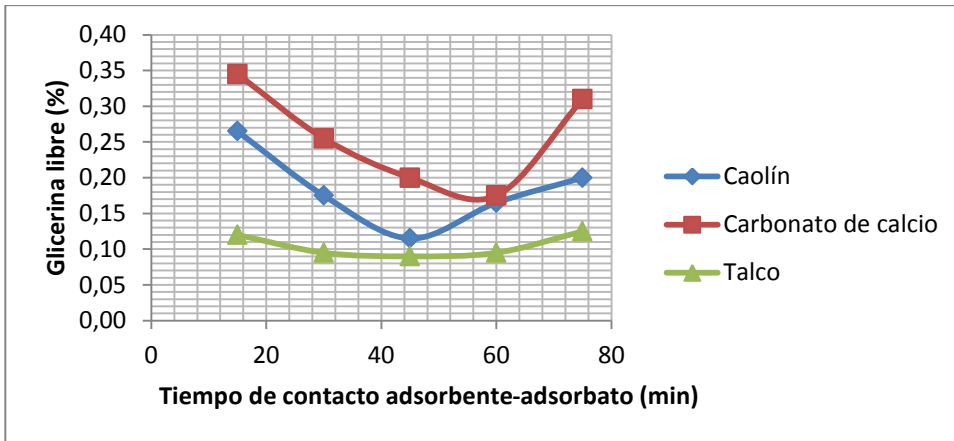
A continuación se presentan los resultados del porcentaje de remoción de glicerina libre y total, el monitoreo del índice de refracción y absorbancia en función del tiempo de contacto; las isothermas de adsorción obtenidas para cada tipo de mineral adsorbente, a diferentes concentraciones y velocidades de agitación. Además se presenta la caracterización fisicoquímica del biodiésel tratado con el mineral que presentó mayor eficiencia en la adsorción de glicerina libre y total comparado con el biodiésel lavado con agua.

Tabla XXI. **Contenido de glicerina libre en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m, a 600 rpm**

Tiempo (min)	Glicerina libre (%)			Glicerina total (%)		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,27	0,35	0,12	3,02	2,77	1,02
30	0,18	0,26	0,1	2,08	1,82	0,93
45	0,12	0,2	0,09	1,79	1,05	0,83
60	0,17	0,18	0,1	1,95	1,5	1,08
75	0,2	0,31	0,13	1,98	1,98	1,18

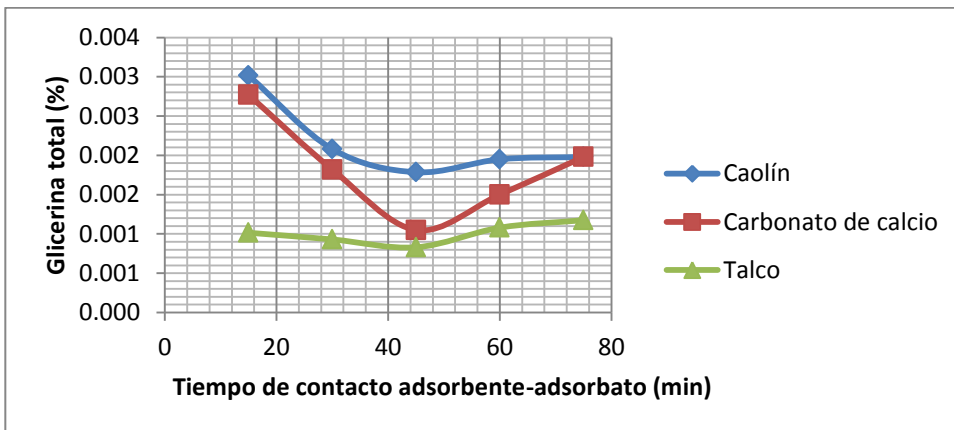
Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 9. **Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXI.

Figura 10. **Porcentaje de glicerina total en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**



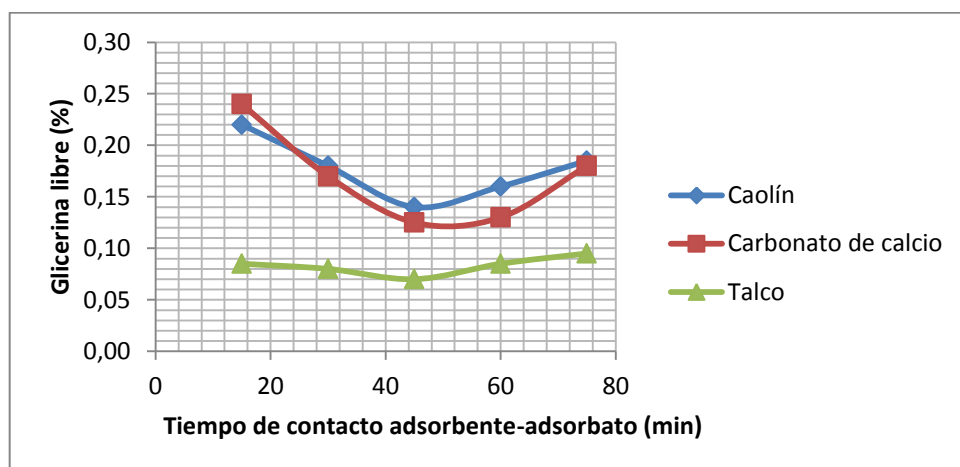
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXI.

Tabla XXII. **Contenido de glicerina libre y total en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m, a 800 rpm**

Tiempo (min)	Glicerina libre (%)			Glicerina total (%)		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,22	0,24	0,09	3,16	1,69	0,85
30	0,18	0,17	0,08	2,82	0,91	0,66
45	0,14	0,13	0,07	1,1	0,73	0,47
60	0,16	0,13	0,09	0,91	0,98	0,55
75	0,19	0,18	0,1	1,14	1,13	0,65

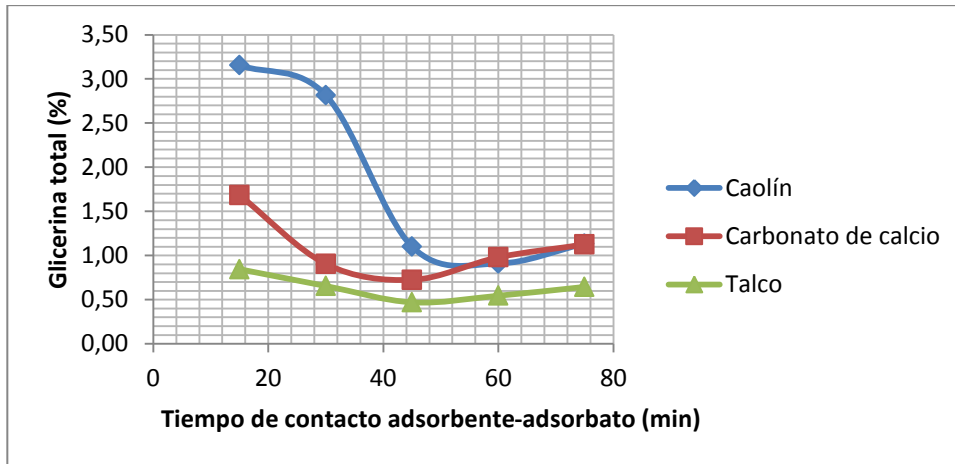
Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 11. **Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXII.

Figura 12. **Porcentaje de glicerina total en función del tiempo de contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**



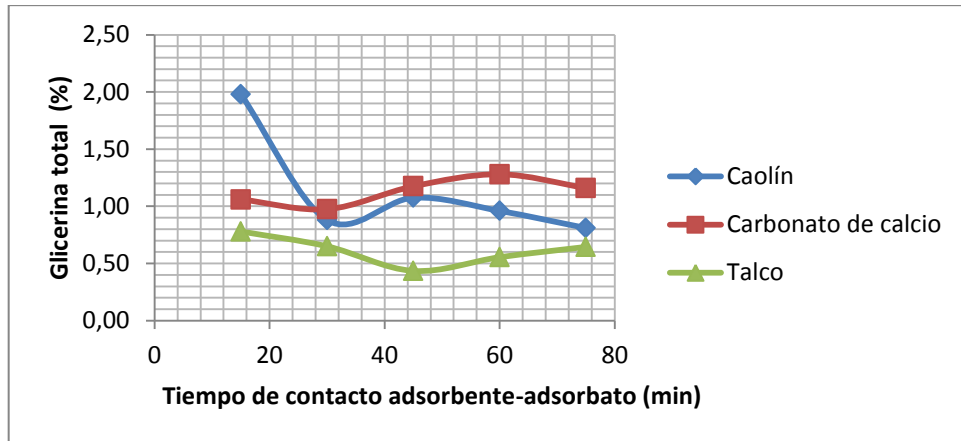
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXII.

Tabla XXIII. **Contenido de glicerina libre y total en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**

Tiempo (min)	Glicerina libre (%)			Glicerina total (%)		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,17	0,2	0,08	1,98	1,06	0,78
30	0,2	0,18	0,06	0,88	0,98	0,65
45	0,21	0,18	0,09	1,08	1,18	0,44
60	0,24	0,16	0,11	0,96	1,28	0,56
75	0,19	0,23	0,12	0,81	1,16	0,65

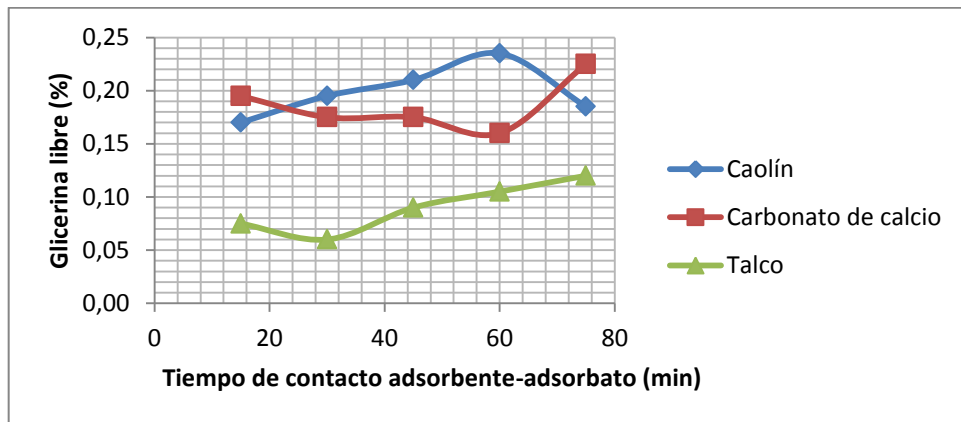
Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 13. **Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo de contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXIII.

Figura 14. **Porcentaje de glicerina total en función del tiempo de contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**



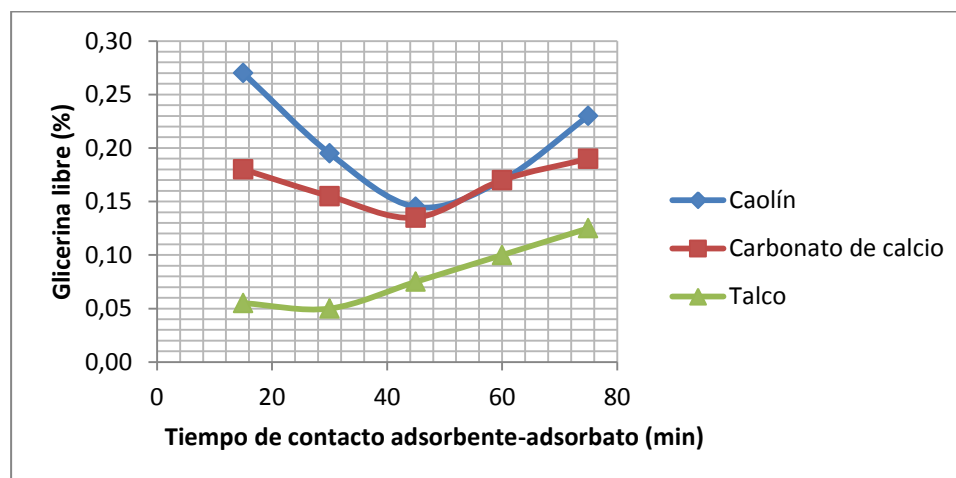
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXIII.

Tabla XIV. **Contenido de glicerina libre y total en las muestras de biodiésel, tratados con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**

Tiempo (min)	Glicerina libre (%)			Glicerina total (%)		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,27	0,18	0,06	2,08	2,49	0,57
30	0,2	0,16	0,05	1,54	2,42	0,43
45	0,15	0,14	0,08	0,99	1,42	0,37
60	0,17	0,17	0,1	0,86	1,73	0,14
75	0,23	0,19	0,13	0,79	1,99	0,33

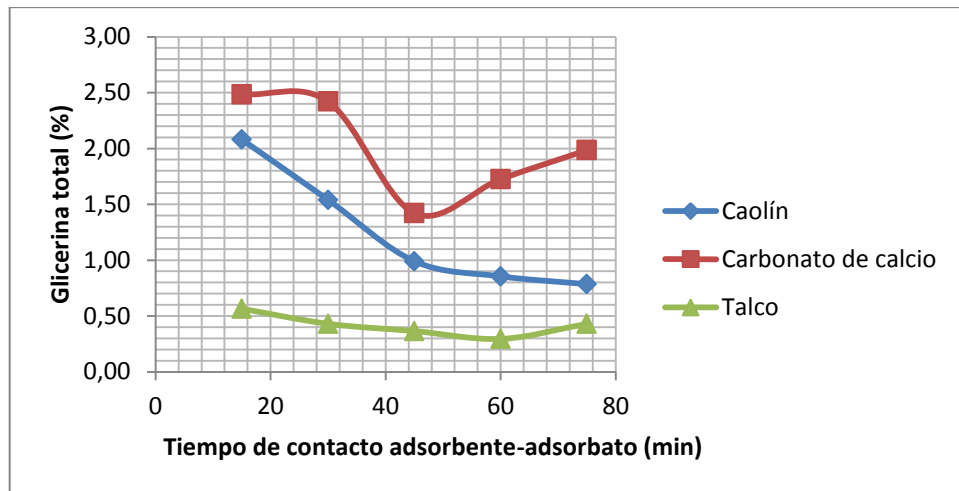
Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 15. **Porcentaje de glicerina libre en función del tiempo contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXIV.

Figura 16. **Porcentaje de glicerina total en función del tiempo de contacto para el tratamiento de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**



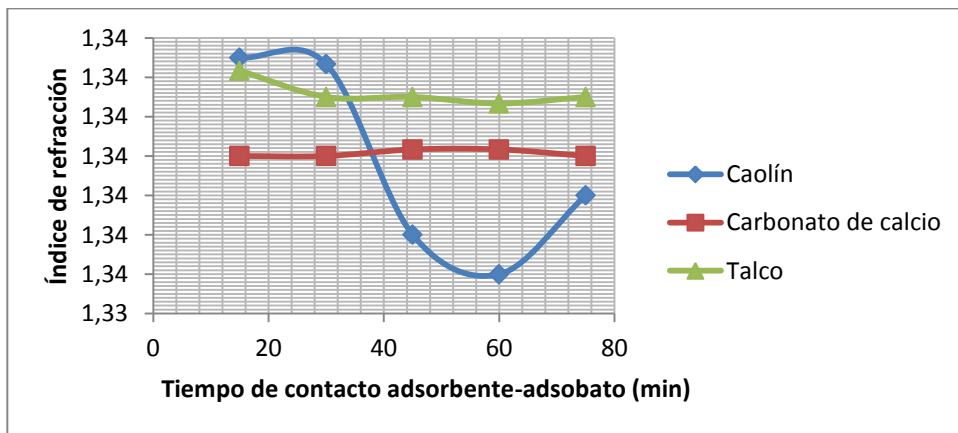
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXIV.

Tabla XXV. **Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refinado de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**

Tiempo (min)	Índice de refracción		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	1,3405	1,3380	1,3402
30	1,3403	1,3380	1,3395
45	1,3360	1,3382	1,3395
60	1,3350	1,3382	1,3393
75	1,3370	1,3380	1,3395

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 17. Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm



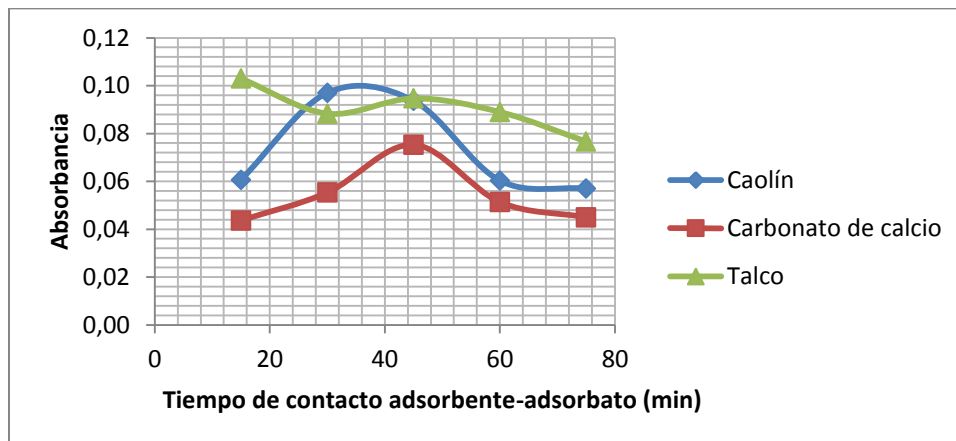
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXV.

Tabla XXVI. Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm

Tiempo (min)	Absorbancia		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,061	0,044	0,103
30	0,097	0,055	0,088
45	0,094	0,075	0,095
60	0,06	0,051	0,089
75	0,057	0,045	0,077

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 18. **Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**



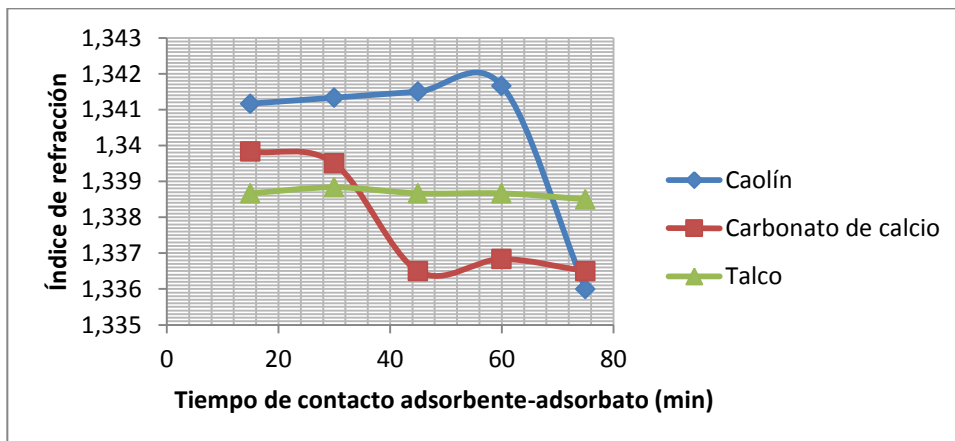
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXVI.

Tabla XVII. **Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**

Tiempo (min)	Índice de refracción		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	1,3412	1,3398	1,3387
30	1,3413	1,3395	1,3388
45	1,3415	1,3365	1,3387
60	1,3417	1,3368	1,3387
75	1,3360	1,3365	1,3385

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 19. **Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXVII.

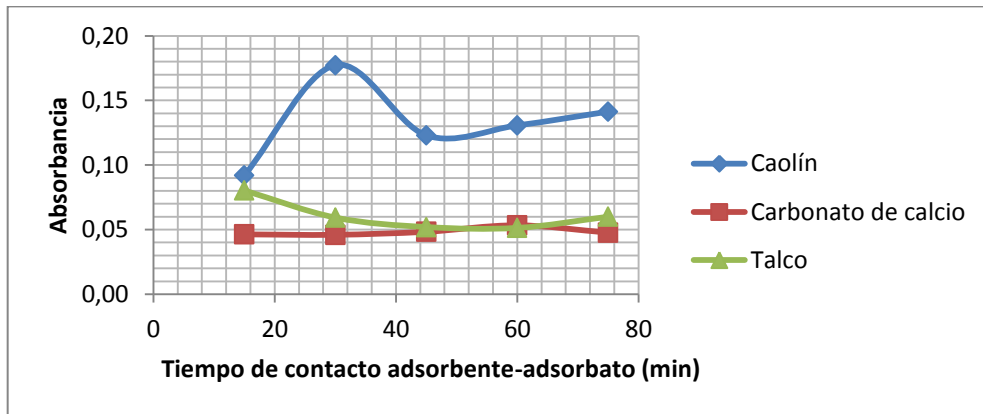
Tabla XVIII. **Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**

Tiempo (min)	Absorbancia		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,092	0,046	0,08
30	0,177	0,046	0,059
45	0,123	0,048	0,052
60	0,131	0,053	0,051
75	0,141	0,048	0,060

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 20.

Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXVIII.

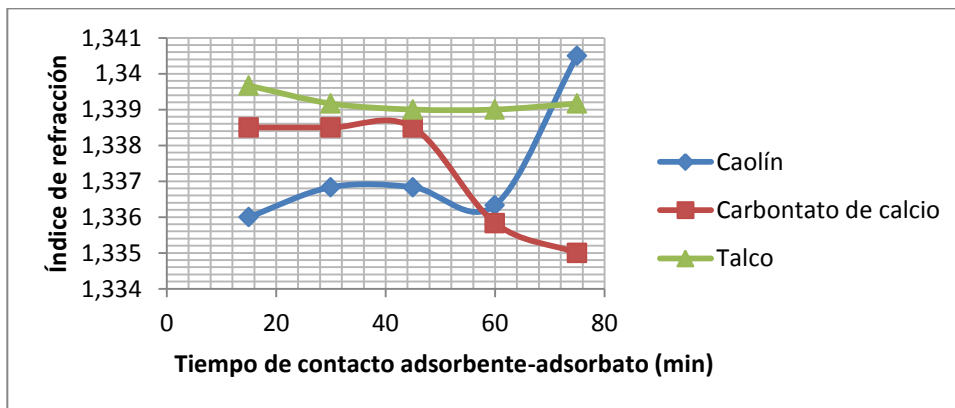
Tabla XXIX.

Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm

Tiempo (min)	Índice de refracción		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	1,3360	1,3385	1,3397
30	1,3368	1,3385	1,3392
45	1,3368	1,3385	1,3390
60	1,3363	1,3358	1,3390
75	1,3405	1,3350	1,3392

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 21. Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm



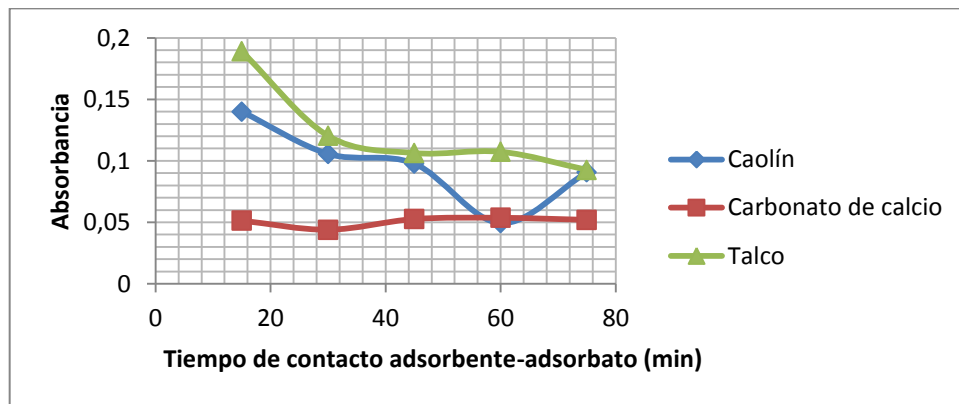
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXIX.

Tabla XXX. Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm

Tiempo (min)	Absorbancia		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,140	0,051	0,189
30	0,106	0,044	0,12
45	0,098	0,053	0,106
60	0,049	0,054	0,107
75	0,091	0,052	0,093

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 22. **Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**



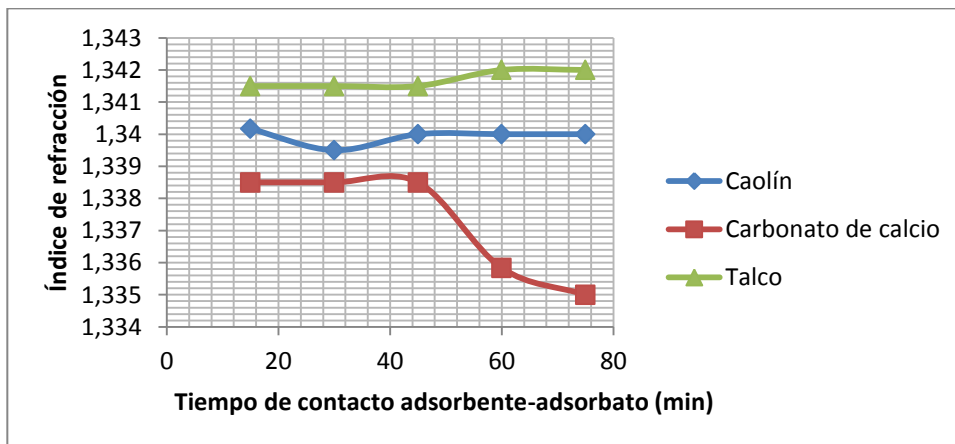
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXX.

Tabla XXXI. **Índice de refracción del agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**

Tiempo (min)	Índice de Refracción		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	1,340	1,339	1,342
30	1,340	1,339	1,342
45	1,340	1,339	1,342
60	1,340	1,336	1,342
75	1,340	1,335	1,342

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 23. **Índice de refracción en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**



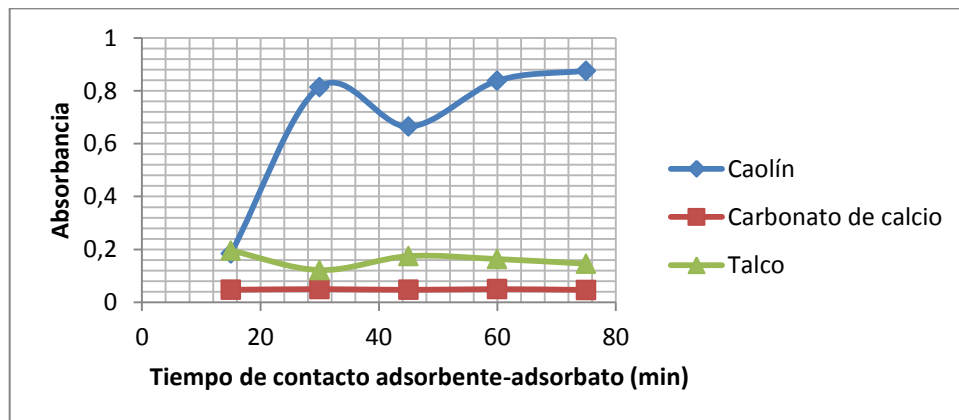
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXXI.

Tabla XXXII. **Absorbancia en las muestras de agua de lavado obtenida del tratamiento de refino de biodiésel, con tres diferentes adsorbentes minerales al 4% m/m a 800 rpm**

Tiempo (min)	Absorbancia		
	Caolín	Carbonato de calcio	Talco
15	0,185	0,048	0,196
30	0,814	0,050	0,122
45	0,664	0,047	0,175
60	0,838	0,050	0,164
75	1,029	0,047	0,146

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 24. **Absorbancia en función del tiempo contacto para el agua de lavado obtenida mediante el tratamiento de refino de biodiésel con tres diferentes adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXXII.

Tabla XXXIII. **Prueba de t-Student para el análisis de punto de inflamabilidad (°C), asumiendo varianzas iguales**

Parámetros Estadísticos	Punto de Inflamabilidad (°C)	
	Biodiésel tratado con agua	Biodiésel tratado con Talco al 4% m/m
Media	75,5	71
Varianza	0,5	2
Grados de libertad	4	
Estadístico t	4,022	
P(T<=t) una cola	0,034	
Valor crítico de t (una cola)	2,927	

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Tabla XXXIV. **Prueba de t-Student para el análisis de corrosión en la tira de cobre (3 horas a 50 °C), asumiendo varianzas iguales**

Parámetros Estadísticos	Corrosión en la Tira de Cobre (3 horas a 50 °C)	
	Biodiésel tratado con agua	Biodiésel Tratado con Talco al 4% m/m
Media	1	1
Varianza	0,003	0,003
Grados de libertad	4	
Estadístico t	-1,226	
P(T<=t) una cola	0,144	
Valor crítico de t (una cola)	2,132	

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Tabla XXXV. **Prueba de t-Student para el análisis de poder calorífico superior (MJ/Kg), asumiendo varianzas iguales**

Parámetros Estadísticos	Poder Calorífico Superior (MJ/Kg)	
	Biodiésel tratado con agua	Biodiésel Tratado con Talco al 4% m/m
Media	39,94	39,92
Varianza	0,0016	0,0009
Grados de libertad	4	
Estadístico t	-1,039	
P(T<=t) una cola	0,179	
Valor crítico de t (una cola)	2,132	

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Tabla XXXVI. **Prueba de t-Student para el análisis de viscosidad cinemática (50 °C, mm²/s), asumiendo varianzas iguales**

	Viscosidad Cinemática (50 °C, mm²/s)	
Parámetros Estadísticos	Biodiésel tratado con agua	Biodiésel Tratado con Talco al 4% m/m
Media	5,8	5,8
Varianza	0,09	0,09
Grados de libertad	4	
Estadístico t	-0,204	
P(T<=t) una cola	0,424	
Valor crítico de t (una cola)	2,131	

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Tabla XXXVII. **Prueba de t-Student para el análisis de agua y sedimento (por ciento volumen), asumiendo varianzas iguales**

	Agua y Sedimento (% Volumen)	
Parámetros Estadísticos	Biodiésel tratado con agua	Biodiésel Tratado con Talco al 4%, m/m
Media	3,3	1,2
Varianza	0,16	0,16
Grados de libertad	4	
Estadístico t	6,277	
P(T<=t) una cola	0,002	
Valor crítico de t (una cola)	2,132	

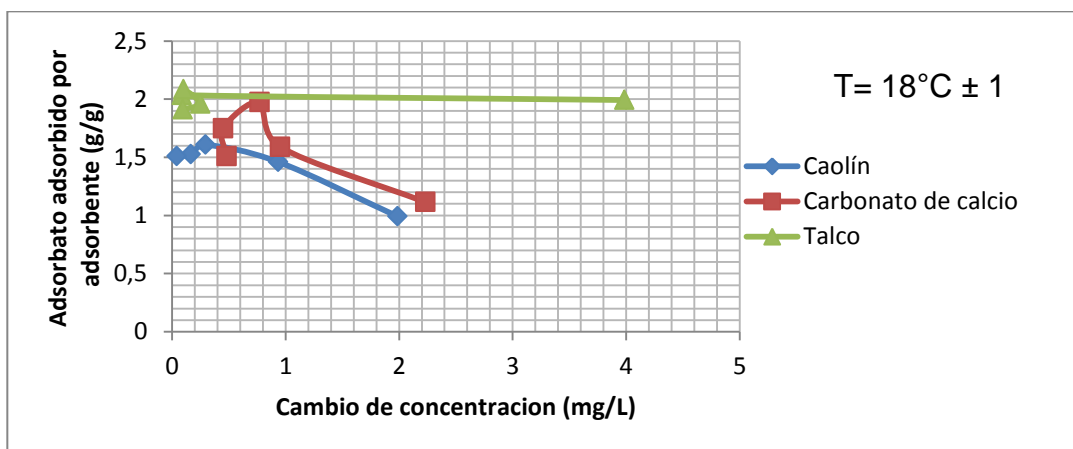
Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Tabla XXXVIII. **Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiesel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**

Caolín 2% m/m, 600 rpm		Carbonato de calcio 2% m/m, 600 rpm		Talco 2% m/m, 600 rpm	
ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e
1,985	0,993	0,080	1,980	1,060	0,780
0,935	1,460	0,060	0,880	0,980	0,650
0,295	1,608	0,090	1,080	1,180	0,440
0,165	1,525	0,110	0,960	1,280	0,560
0,04	1,510	0,120	0,810	1,160	0,650

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 25. **Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**



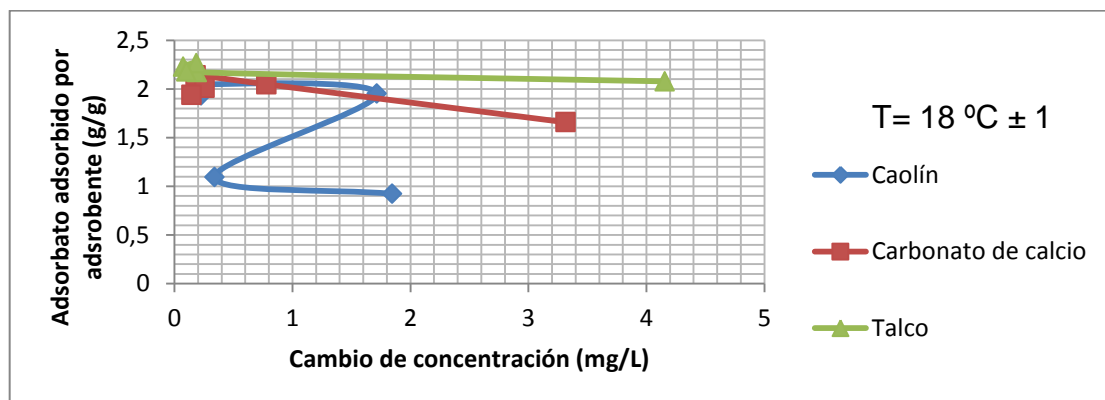
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXXVIII.

Tabla XXXIX. **Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**

Caolín 2%, m/m, 800 rpm		Carbonato de calcio 2% m/m, 800 rpm		Talco 2% m/m, 800 rpm	
ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e
1,845	0,923	3,315	1,658	4,155	2,078
0,340	1,093	0,780	2,048	0,190	2,173
1,715	1,950	0,180	2,138	0,185	2,265
0,190	2,045	0,255	2,010	0,075	2,228
0,225	1,933	0,145	1,938	0,100	2,178

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 26. **Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**



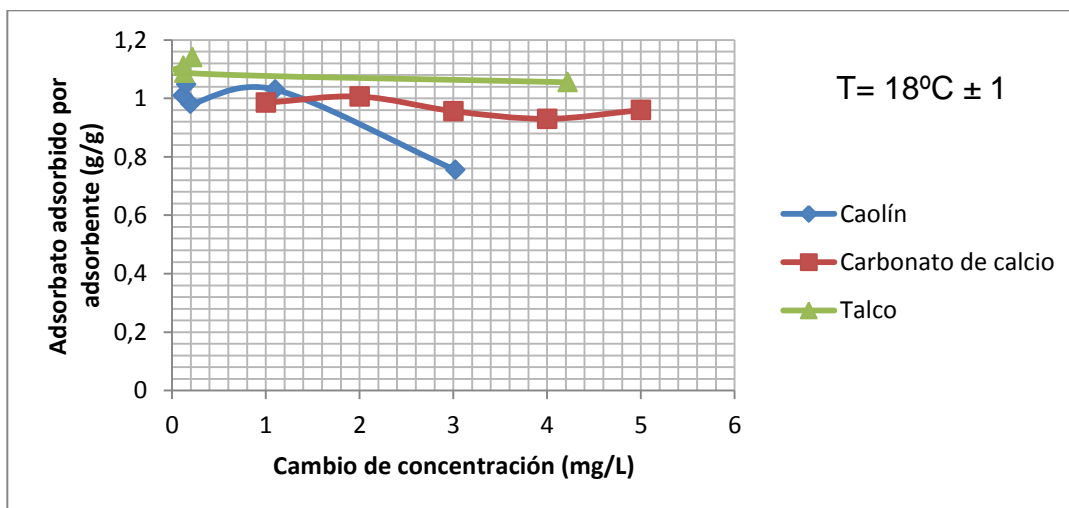
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XXXIX.

Tabla XL. **Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**

Caolín 4% m/m, 600 rpm		Carbonato de calcio 4% m/m, 600 rpm		Talco 4% m/m, 600 rpm	
ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e
3,020	0,755	0,985	4,220	1,055	3,020
1,100	1,030	1,006	0,130	1,088	1,100
0,195	0,981	0,956	0,215	1,141	0,195
0,115	1,010	0,930	0,120	1,111	0,115
0,150	1,048	0,960	0,090	1,089	0,150

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 27. **Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**



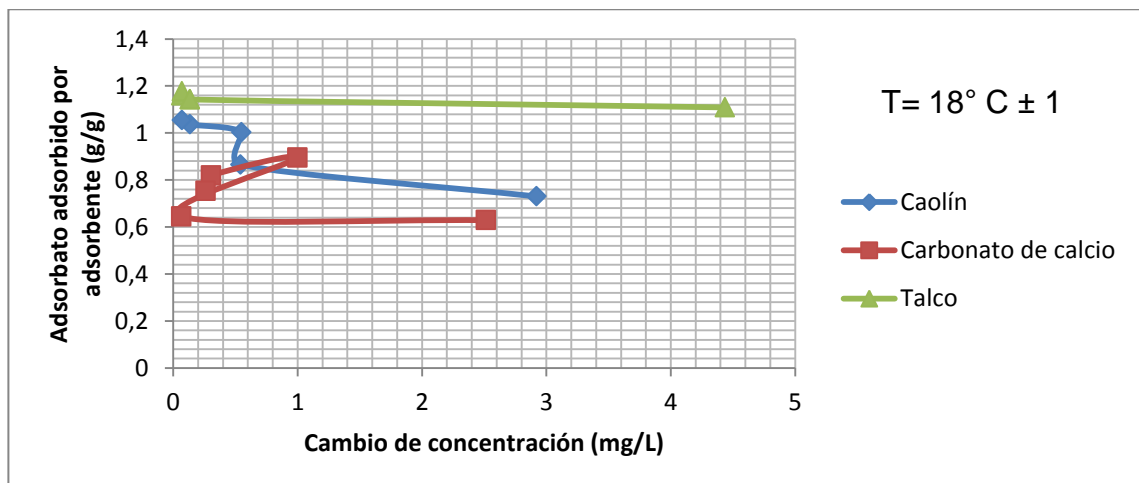
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XL.

Tabla XLI. **Relación adsorbato-adsorbente, en función del cambio de concentración para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**

Caolín 4% m/m, 800 rpm		Carbonato de calcio 4% m/m, 800 rpm		Talco 4% m/m, 800 rpm	
ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e	ΔC (mg/L)	q_e
2,920	0,730	2,515	0,629	4,435	1,109
0,540	0,865	0,065	0,645	0,135	1,143
0,550	1,003	1,000	0,895	0,065	1,159
0,135	1,036	0,305	0,819	0,070	1,176
0,070	1,054	0,260	0,754	0,135	1,143

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 28. **Isotermas de adsorción para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**



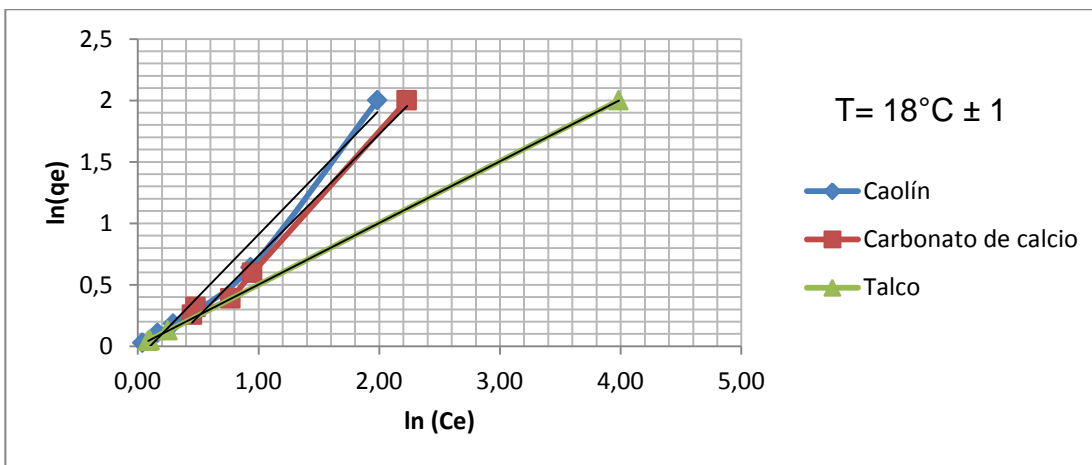
Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XLI.

Tabla XLII. **Parámetros de las isothermas de Freundlich a $18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**

Caolín 2% m/m, 600 rpm		Carbonato de calcio 2% m/m, 600 rpm		Talco 2% m/m, 600 rpm	
$\ln(q_e)$	$\ln(C_e)$	$\ln(q_e)$	$\ln(C_e)$	$\ln(q_e)$	$\ln(C_e)$
2,000	1,991	2,000	2,230	2,000	3,997
0,640	0,942	0,597	0,950	0,041	0,091
0,183	0,303	0,39	0,771	0,048	0,102
0,108	0,174	0,257	0,452	0,128	0,251
0,026	0,041	0,318	0,481	0,050	0,091

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 29. **Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XLII.

Tabla XLIII. **Correlación matemática de las isothermas de Freundlich a 18 °C ± 1, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**

Correlación lineal: $y = ax+b$				
Color	Tipo de adsorbente	a	b	R²
	Caolín	1,0105	-0,0994	0,9778
	Carbonato de calcio	0,9911	-0,2548	0,9823
	Talco	0,5018	0,0002	1

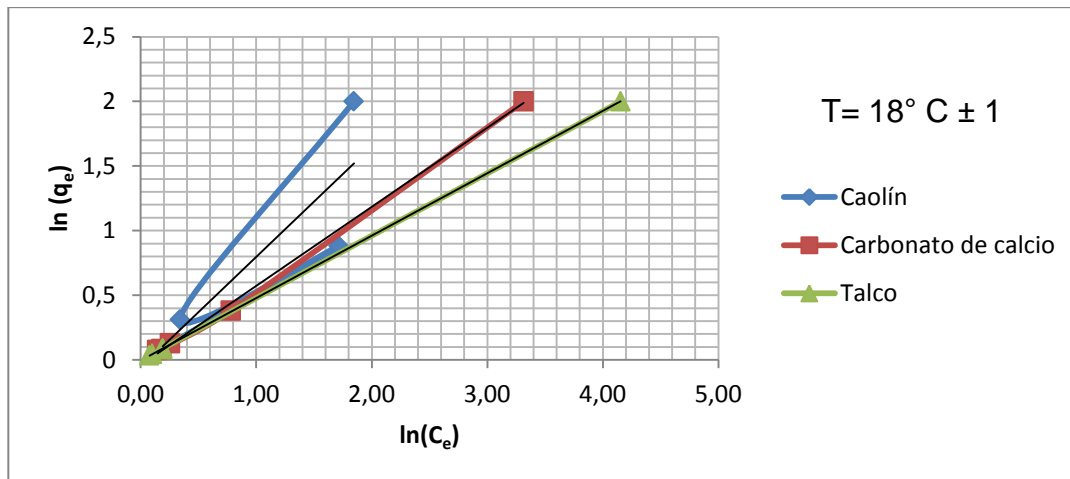
Fuente: elaboración propia.

Tabla XLIV. **Parámetros de las isothermas de Freundlich a 18 °C ± 1, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 800 rpm**

Caolín 2% m/m, 800 rpm		Carbonato de calcio 2% m/m, 800 rpm		Talco 2% m/m, 800 rpm	
ln(q_e)	ln(C_e)	ln(q_e)	ln(C_e)	ln(q_e)	ln(C_e)
2,000	1,850	2,000	3,320	2,000	4,160
0,311	0,340	0,381	0,780	0,087	0,190
0,880	1,720	0,084	0,180	0,082	0,190
0,093	0,190	0,127	0,260	0,034	0,080
0,116	0,230	0,075	0,150	0,046	0,100

Fuente: elaboración propia.

Figura 30. **Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales, al 2 % m/m a 800 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XLIV.

Tabla XLV. **Correlación matemática de las isotermas de Freundlich a $18^\circ \text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 2 % m/m a 600 rpm**

Correlación lineal: $y = ax+b$				
Color	Tipo de adsorbente	a	b	R^2
	Caolín	0,8548	-0,0577	0,7996
	Carbonato de calcio	0,6116	-0,0384	0,9884
	Talco	0,4823	-0,0041	1

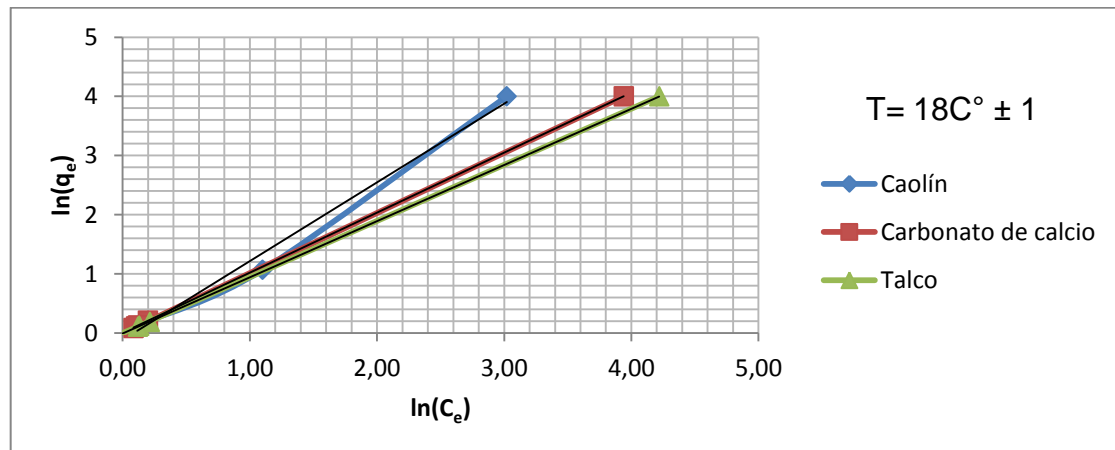
Fuente: elaboración propia.

Tabla XLVI. **Parámetros de las isothermas de Freundlich a 18 °C ± 1, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**

Caolín 4% m/m, 600 rpm		Carbonato de calcio 4%, m/m, 600 rpm		Talco 4%, m/m, 600 rpm	
$\ln(q_e)$	$\ln(C_e)$	$\ln(q_e)$	$\ln(C_e)$	$\ln(q_e)$	$\ln(C_e)$
2,000	1,850	2,000	3,320	2,000	4,160
0,311	0,340	0,381	0,780	0,087	0,190
0,880	1,720	0,084	0,180	0,082	0,190
0,093	0,190	0,127	0,260	0,034	0,080
0,116	0,230	0,075	0,150	0,046	0,100

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 31. **Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XLVI.

Tabla XLVII. **Correlación matemática de las isotermas de Freundlich a 18 °C ± 1, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 600 rpm**

Correlación lineal: $y = ax+b$				
Color	Tipo de adsorbente	a	b	R²
	Caolín	1,3317	-0,1151	0,991
	Carbonato de calcio	1,0144	0,0035	1
	Talco	0,9273	-0,0068	1

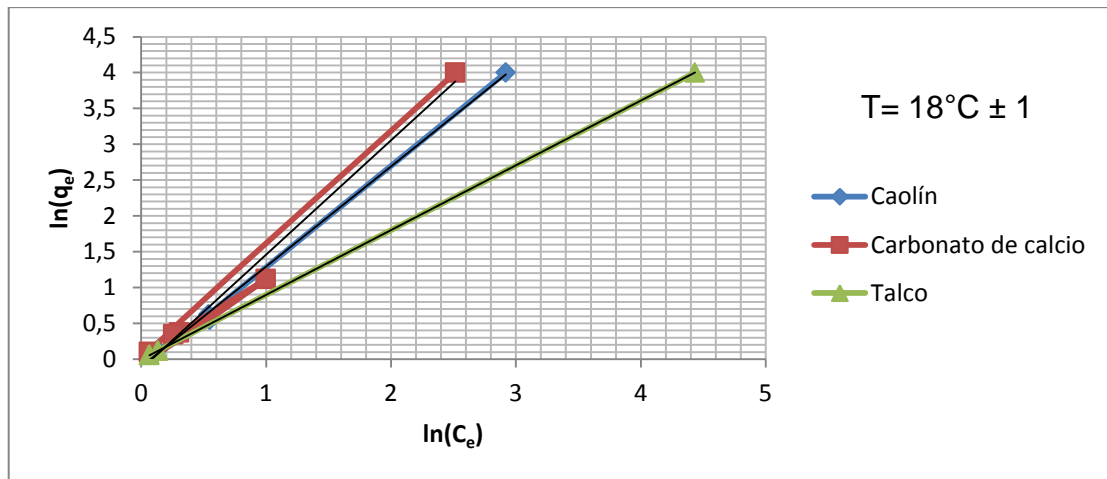
Fuente: elaboración propia.

Tabla XLVIII. **Parámetros de las isotermas de Freundlich a 18 °C ± 1, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**

Caolín 4% m/m, 600 rpm		Carbonato de calcio 4% m/m, 600 rpm		Talco 4% m/m, 600 rpm	
ln(q_e)	ln(C_e)	ln(q_e)	ln(C_e)	ln(q_e)	ln(C_e)
4,000	2,920	4,000	2,515	4,000	4,435
0,624	0,540	0,101	0,065	0,118	0,135
0,549	0,550	1,117	1,000	0,056	0,065
0,130	0,135	0,372	0,305	0,059	0,070
0,066	0,070	0,345	0,260	0,118	0,135

Fuente: elaboración propia, datos de apéndice 2.

Figura 32. **Isotermas de Freundlich para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**



Fuente: elaboración propia, basado en la tabla XLVIII.

Tabla XLIX. **Correlación matemática de las isotermas de Freundlich a $18^\circ\text{C} \pm 1$, para el tratamiento de refino de biodiésel con tres adsorbentes minerales al 4 % m/m a 800 rpm**

Correlación lineal: $y = ax+b$				
Color	Tipo de adsorbente	a	b	R^2
	Caolín	1,3978	-0,1045	0,998
	Carbonato de calcio	1,5952	-0,1353	0,9852
	Talco	0,9027	-0,0034	1

Fuente: elaboración propia.

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El presente informe a nivel de trabajo de graduación consistió en evaluar el tratamiento de refinado de biodiésel obtenido a partir de aceite de soya, mediante el uso de tres diferentes adsorbentes comerciales (caolín, carbonato de calcio, talco), para la remoción de glicerina libre y total a escala laboratorio.

Para realizar el estudio se procedió a sintetizar biodiésel a partir de aceite de soya, mediante el método de transesterificación alcalina, utilizando metanol en una relación molar metanol-aceite 6:1 e hidróxido de sodio, grado reactivo, a una concentración de 1,5 por ciento, porcentaje masa/masa respecto a la cantidad de aceite vegetal. El proceso de separación biodiésel-glicerina se realizó mediante decantación durante 4 horas. Para eliminar el exceso de metanol se procedió a evaporar la muestra de biodiésel al vacío a una temperatura de 65 grados Celsius durante un período de tiempo de 3 horas. El rendimiento del producto final fue de 86,8 por ciento en base a la cantidad de aceite inicial.

Durante la etapa de purificación, el biodiésel obtenido se separó en dos partes. La primera muestra se trató mediante lavados con agua, con agitación constante (200 revoluciones por minuto) durante 10 minutos, agregando pequeñas cantidades de agua evitando la emulsión del biodiésel con agua. El fenómeno de adsorción fue sujeto a evaluación, con la segunda parte del biodiésel, mediante el contacto con adsorbentes minerales (caolín, carbonato de calcio, talco) utilizando el método de maceración dinámica a diferentes concentraciones y velocidades de agitación. El tamaño partícula promedio los adsorbentes utilizados es fue de 1 200 micrometros.

La metodología de tratamiento de refino de biodiésel con adsorbentes minerales se ejecutó de la siguiente manera: se tomó una muestra de 25 mililitros de biodiésel a la cual se dosificó glicerina grado USP al 5 por ciento respecto a la masa de biodiésel; la muestra se agitó durante 2 minutos o hasta homogenizar la mezcla. Luego se adicionó el adsorbente mineral según la concentración y velocidad de agitación definidos en el diseño experimental.

El contenido de glicerina libre y total y el tiempo de contacto adsorbente-adsorbato fueron una las variables analizadas. Los tiempos de contacto evaluados fueron 15, 30, 45, 60 y 75 minutos. Para monitorear el proceso de adsorción en función del tiempo se tomaron muestras de 2 mililitros durante cada intervalo de tiempo mencionado con anterioridad, las cuales se almacenaron en tubos de ensayo. Las muestras se centrifugaron a 1 000 revoluciones por minuto durante 15 minutos para separar las fases de biodiésel y mineral de adsorbente.

Se cuantificó el contenido de glicerina libre y total a la fase de biodiésel por yodometría del ácidoperiyódico según el Método AOCS⁸ Ca 14-56. El mineral adsorbente precipitado se lavó con agua, y para monitorear las variaciones en dicho material durante el proceso de adsorción se realizaron mediciones de índice de refracción y absorbancia.

Los porcentajes de glicerina libre y total en función del tiempo de contacto para cada mineral adsorbente a diferente concentración y velocidad de agitación se encuentran en las tablas XXI, XXII, XXIII, XIV. La tendencia del porcentaje de glicerina libre y total en función del tiempo se puede visualizar en el rango de figuras de la 9 a la 16. Exceptuando las figuras 13 y 14 se observa que el contenido de glicerina libre y total disminuye a medida que transcurre el

tiempo, hasta que alcanza un punto de inflexión específico, dependiendo el adsorbente evaluado en donde se evidencia un crecimiento de la curva.

Los resultados descritos con anterioridad comprueban que el material adsorbente retiene glicerina en la superficie hasta alcanzar la saturación y el punto de ruptura en donde el material pierde sus propiedades como adsorbente y comienza el fenómeno de desorción, es decir, la eliminación de materia desde un medio adsorbente. Además en la tabla XXIV se encuentra el mayor porcentaje de remoción de glicerina libre y total el cual se obtiene con el mineral talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa a 800 revoluciones por minuto.

Para el monitoreo del proceso de adsorción se tomó una muestra de 2 mililitros en intervalos de 15 minutos, la cual se centrifugó. La fase pesada (mineral adsorbente) se decantó sobre el tubo de ensayo para luego ser separada y lavada con 5 mililitros de agua destilada con agitación constante durante 10 minutos.

Las tablas XXV, XXVII, XIX, XXI muestran los resultados de la medición del índice de refracción realizado al agua de lavado por cada mineral adsorbente. El índice de refracción es una medida que establece la reducción de la velocidad de la luz al propagarse por un medio homogéneo, además que permite caracterizar fisicoquímicamente una sustancia química. El valor teórico de índice de refracción para el agua asciende a 1,3330, por lo que cualquier desviación hacia arriba o hacia debajo de dicho valor representa que ha sufrido variaciones en su composición.

Las tablas mencionadas con anterioridad muestran que todas las mediciones realizadas con el refractómetro se desvían del valor teórico, lo cual permite deducir que el agua analizada presenta trazas de otros materiales

disueltos, considerando la premisa que el agua es totalmente soluble en glicerina por ser ambos compuestos polares.

El comportamiento del índice de refracción en función del tiempo de contacto se muestra en las figuras 17, 19, 21 y 23. Analizando las gráficas se visualiza tendencias ascendentes y descendentes, lo que confirma que durante el proceso de adsorción existen variaciones de concentración en la superficie del mineral adsorbente. El valor mínimo reportado en las mediciones de Índice de Refracción fue el del caolín al 2 por ciento, porcentaje masa-masa a 600 revoluciones por minuto después de 60 minutos de extracción (1,3350) mientras que el valor máximo se obtuvo con el talco 4 por ciento, porcentaje masa-masa a 800 revoluciones por minuto después de 75 minutos de extracción (1,3425).

De forma similar se tomó 2 mililitros de agua de lavado y se realizó la medición de absorbancia por medio del espectrofotómetro. La metodología para medir absorbancia fue la siguiente: se tomó una disolución de agua destilada mezclada con glicerina al 5 por ciento, porcentaje masa-masa, la cual funcionó como blanco; se realizó un barrido en el espectro visible para mostrar los valores máximos de la curva y así seleccionar el rango de longitud de onda que represente menor error.

El rango de longitud de onda máximo registrado en la curva asciende a los 550 nanómetros. Se tomó una muestra de agua destilada y se midió la absorbancia y se ajustó a 0 por ciento de absorbancia. Definida la longitud de onda se procedió a realizar mediciones de absorbancia a cada una de las muestras de monitoreo.

Es importante hacer mención que el objetivo de utilizar dicha metodología es para demostrar que las mediciones de absorbancia del agua de lavado

presentan variaciones dependiendo del tiempo de contacto del mineral adsorbente. Para fines del presente estudio, la medición de absorbancia es un indicador del comportamiento del fenómeno de adsorción.

En las tablas XXVI, XVIII, XXX y XXXII se muestran los resultados de las mediciones de absorbancia, los valores confirman que las muestras analizadas presentan valores diferentes de cero, lo cual confirma el supuesto de que existen diferencias en la concentración del agua de lavado.

Las figuras 18, 20, 22 y 24 muestran que las curvas de absorbancia en función del tiempo de contacto no presentan una tendencia definida, ya que se observan comportamientos ascendentes y descendentes. Este hallazgo conjuntado con los valores obtenidos en las mediciones de índice de refracción confirman de que durante el contacto del adsorbente con el biodiésel ocurren fenómenos de adsorción y desorción del adsorbato asociados con la saturación de la superficie del material adsorbente.

Con el propósito de explicar, fisicoquímicamente, el fenómeno de adsorción se procedió a graficar las isotermas de adsorción a 18 grados Celsius con una tolerancia de ± 1 grado Celsius para cada adsorbente. Las figuras 25, 26, 27 y 28 grafican la relación entre los gramos de adsorbato adsorbido por gramos de adsorbente en función del cambio de concentración de la glicerina de las muestras de biodiésel.

En cada figura se compara los tres minerales adsorbente en condiciones iguales respecto a su concentración y velocidad de agitación. En los gráficos se observa un patrón común: durante los primeros minutos de la etapa de adsorción se observa una tendencia ascendente controlada, luego se observa

un patrón de crecimiento pronunciado hasta llegar a un valor máximo, y después de alcanzar dicho valor, la curva empieza a descender.

Los perfiles de concentración de las figuras mencionadas con anterioridad tienen una explicación coherente y sistemática. Según la teoría de transferencia de masa, durante la primera etapa de adsorción el cambio de concentración de adsorbato sobre la superficie del adsorbente es lento y tiende a cero hasta que empieza a elevarse hasta alcanzar al punto de ruptura que es donde se manifiesta la transferencia de masa entre el adsorbente y el soluto.

El fenómeno de adsorción no es infinito ya que el material se satura de adsorbato, por lo que el perfil de concentración crece rápidamente hasta llegar a un valor máximo. Si el adsorbente no se regenera en dicho valor máximo, la consecuencia es que el material empieza a provocar desorción, es decir, eliminación de adsorbato desde la superficie del adsorbente.

Las isothermas de adsorción se obtienen relacionando la cantidad de soluto adsorbido por gramo de adsorbente (q_e) en función de la concentración del soluto en equilibrio (C_e). Existen diferentes modelos matemáticos que permiten obtener una relación lineal entre las variables mencionadas con anterioridad y de esta manera caracterizar la adsorción. Los minerales utilizados en el presente estudio se clasifican dentro de las arcillas, las cuales se caracterizan por tener superficies heterogéneas, es decir, las áreas de interacción adsorbato-adsorbente se agrupan en pequeñas regiones sobre el material, por lo tanto el modelo de isoterma de adsorción que mejor adapta a las características de los materiales utilizado es la isoterma de Freundlich.

Las figuras 29, 30, 31, y 32 muestran las isothermas de Freundlich a una temperatura $18^{\circ}\text{C} \pm 1$, resultado de graficar los logaritmos naturales q_e *versus* C_e . Se relacionaron las variables mediante el método de mínimos cuadrados y el modelo matemático-estadístico que mejor se ajusta es la regresión lineal, tal como se puede visualizar en las tablas XLIII, XLV, XLVII y XLIX, ya que los coeficientes de correlación de las curvas analizadas tienden a 1.

Según los resultados de la tabla XXIV, el mineral adsorbente que demostró mayor eficiencia en la remoción de glicerina libre y total fue el talco bajo las siguientes condiciones experimentales: 4 por ciento de concentración, porcentaje masa-masa bajo una agitación constante de 800 revoluciones por minutos. Los tiempos óptimos de adsorción fueron los siguientes: 30 minutos para glicerina libre (0,05 por ciento) y 60 minutos para la glicerina total (0,14 por ciento). Según la Norma ASTM 6751 el porcentaje de glicerina libre y total presente en una muestra de biodiésel no debe exceder al 0,02 y 0,24 por ciento respectivamente. Por lo que la muestra tratada con talco al 4 por ciento y 800 revoluciones por minuto cumple los parámetros de remoción de glicerina total mas no de glicerina libre.

El biodiésel tratado con talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa y 800 revoluciones por minuto se procedió a caracterizarlo fisicoquímicamente, para analizar si cumple con las especificaciones del Reglamento Técnico Centroamericano RTCA 75.02.43:07, y a la vez compararlo con la muestra de biodiésel lavada con agua con el objetivo de determinar si existen diferencias significativas. Los análisis fueron realizados en los Laboratorios Técnicos, Área de Hidrocarburos del Ministerio de Energía y Minas de Guatemala.

La tabla XXXIII muestra la comparación de medias utilizando la prueba estadística t-Student para el punto de inflamabilidad. Los resultados muestran

que el biodiésel tratado con talco presenta un menor punto de inflamabilidad comparado con la muestra tratada con agua. El análisis estadístico revela que existen diferencias significativas entre las dos mediciones, sin embargo, ambos valores no cumplen con la especificación mínima para el biodiésel (130 grados Celsius). El punto de inflamabilidad es la menor temperatura en la que un combustible puede mantener una combustión si una fuente de calor está presente. Los factores que pueden influir en un bajo punto de inflamabilidad son: el método de síntesis de biodiésel, presencia de trazas de agua y solventes orgánicos y las condiciones de almacenamiento.

Para cuantificar el contenido de hidróxido de sodio en una muestra de biodiésel se realiza la prueba de corrosión en la tira de cobre, ensayo en el cual se sumerge una tira de cobre en la muestra de biodiésel durante 3 horas a 50 grados Celsius. Esta prueba permite definir el grado de corrosividad del biocombustible obtenido y es de suma importancia a considerar ya que ciertas partes de los motores contienen piezas elaboradas de cobre. La especificación del biodiésel establece que el valor máximo no debe exceder al número de clasificación 3 (valor adimensional). En la tabla XXXIV, el valor obtenido en las muestras analizadas es 1, por lo que ambas cumplen con la especificación además que no existe diferencia significativa entre ellas.

Cuando un biocombustible es combustionado en un motor la cantidad de energía teórica que se puede obtener se denomina poder calorífico. Para cuantificarlo se procede a quemar una muestra en un recipiente aislado conocido como calorímetro; se registra la cantidad de calor absorbido por el agua dentro de este. El valor reportado de poder calorífico en las muestras de biodiésel según la tabla XXXV es 39,92 megajoules por kilogramo para la muestra tratada con talco y 39,94 megajoules por kilogramo para el biodiésel lavado con agua.

El análisis estadístico determinó que no existen diferencias significativas entre las muestras de biodiésel. Comparando los valores obtenidos respecto al rango de valores teóricos esperados según la especificación se puede afirmar que es tolerable ya que una muestra de biodiésel sintetizado debe tener un poder calorífico entre 33 a 40 megajoules por kilogramo.

El adecuado funcionamiento de los equipos de combustión interna depende de la adecuada Viscosidad Cinemática del combustible, ya que determina el flujo correcto del fluido a través de las tuberías, válvulas de inyección, entre otros. La especificación para biocombustibles establece que el valor mínimo de viscosidad cinemática es de 1,90 milímetros cuadrados por segundo mientras que el máximo es de 4,10 milímetros cuadrados por segundo. Según la tabla XXXVI el valor de viscosidad reportado en las dos muestras analizadas excede el valor máximo.

En las muestras tratadas con talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa y con lavados de agua es importante hacer mención que previo a realizar el proceso de adsorción se dosificó glicerina grado USP (5% m/m), para controlar y cuantificar el proceso de adsorción, por consecuencia la viscosidad de la mezcla aumentó. El análisis estadístico según la prueba t-Student muestra que no existe diferencia significativa entre los valores reportados por los análisis.

Si un biocombustible es quemado en un motor de combustión interna es importante conocer la materia extraña dentro de él, ya que impurezas como agua y sedimentos pueden afectar el funcionamiento del equipo. Por lo tanto es importante definir que el porcentaje de agua y sedimentos no debe exceder a 0,05 por ciento, porcentaje volumen-molmen. Los resultados del análisis de agua y sedimentos se muestran en la tabla XXXVII; ambas muestras exceden considerablemente el porcentaje tolerado, esto se debe a que la metodología de

secado de biodiésel utilizada en el diseño experimental no permitió remover la mayor cantidad de agua posible.

Sin embargo es importante realizar un análisis comparativo de los resultados de las muestras examinadas ya que se logró un menor porcentaje de Agua y Sedimentos en la muestra de biodiésel tratada con talco. La prueba t-Student mostrada en la tabla XXXVII, valida que existen diferencias significativas en las mediciones, por lo que sustentados en los resultados se puede afirmar que los minerales adsorbentes además de adsorber glicerina pueden retener en su superficie agua y sedimentos.

En las tablas VI, VIII, X, XII, XIV, XVI, XVIII y XX de la sección se presentan los resultados del análisis estadístico para comprobar las hipótesis. Para ello se hizo un análisis de varianza para determinar el efecto del tipo de adsorbente y el tiempo de contacto adsorbente-adsorbato para la remoción de glicerina libre y total. Para ello se utilizó de la prueba de Fisher para el análisis de dos factores con un nivel de significancia del 95 por ciento. Los valores muestran que la F calculada es menor que la F crítica, por lo tanto, para todos los ensayos realizados en el presente estudio existen diferencias significativas en la remoción de glicerina libre y total dependiendo del tipo de mineral adsorbente (a concentraciones y velocidades de agitación definidos) y el tiempo de contacto.

CONCLUSIONES

1. Existen diferencias significativas en el porcentaje de remoción de glicerina libre y total en función del tipo de mineral adsorbente y el tiempo de contacto adsorbente-adsorbato.
2. El adsorbente comercial que presentó mayor eficiencia para la remoción de glicerina libre en las muestras de biodiésel es el talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa y una velocidad de agitación de 800 revoluciones por minuto, en un tiempo de contacto de 30 minutos con un porcentaje de glicerina libre asociado de 0,05 por ciento.
3. El valor mínimo de glicerina total obtenido de las muestras de biodiésel tratados con adsorbentes minerales es de 0,14 por ciento, el cual se obtuvo con el mineral talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa y una velocidad de agitación de 800 revoluciones por minuto en un tiempo de contacto de 60 minutos.
4. La metodología experimental para el tratamiento de refino de biodiésel con adsorbentes comerciales permite la reducción del contenido de glicerina libre y total, sin embargo, solo el contenido de glicerina total logró cumplir con la especificación de la Norma ASTM 6751. El contenido de glicerina libre quedó fuera de parámetros.
5. Los valores de índice de refracción reportados para el agua obtenida a partir del lavado del adsorbente en contacto con biodiésel son

superiores al dato teórico del agua destilada, por lo tanto, se deduce que las muestras contienen trazas de otros componentes disueltos. El monitoreo del índice de refracción evidencia que existen variaciones en función del tiempo de contacto.

6. El monitoreo de la absorbancia del agua obtenida a partir del lavado del adsorbente en contacto con biodiésel demuestra que los valores presentan variaciones, y que estas dependen del tiempo de contacto adsorbente-adsorbato. Todas las mediciones fueron superiores al 0 por ciento de absorbancia, por lo que existe diferencias entre el agua destilada y las muestras de agua de lavado.
7. No existen diferencias significativas entre las medias obtenidas en los ensayos de corrosión en la tira de cobre, poder calorífico y viscosidad cinemática, pruebas que forman parte de la caracterización fisicoquímica del biodiésel tratado con talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa a 800 revoluciones por minutos, y el biodiésel lavado con agua.
8. Existen diferencias significativas entre las medias obtenidas en los ensayos de punto de inflamabilidad y agua y sedimentos, pruebas de la caracterización fisicoquímica del biodiésel tratado con talco al 4 por ciento, porcentaje masa-masa a 800 revoluciones por minutos, y el biodiésel lavado con agua.
9. La isoterma de adsorción que mejor se ajusta al fenómeno de transferencia de masa entre el adsorbente y el adsorbato es la isoterma de Freundlich, ya que según el análisis de regresión lineal el coeficiente de correlación para las curvas tiende a uno.

RECOMENDACIONES

1. Realizar pruebas de tratamiento de refino de biodiésel con caolín, carbonato de calcio y talco con tiempos de contacto mayores a 75 minutos para determinar si es factible reducir el contenido de glicerina libre hasta cumplir con la especificación de la Norma ASTM 6751.
2. Impulsar un nuevo proyecto de investigación para el tratamiento de refino de biodiésel en donde se sustituya los minerales adsorbentes utilizados en el presente trabajo de graduación.
3. Promover proyectos de investigación donde se incursione en nuevas tecnologías de purificación de biodiésel, con el objetivo de conseguir producto final con la menor cantidad de impurezas.
4. Realizar un escalamiento a planta piloto para comparar los resultados con los ya obtenidos en este proyecto a nivel de trabajo de graduación.

BIBLIOGRAFÍA

1. AGUDELO, Pedro. *Biodiesel: Producción calidad y caracterización*. Trabajo de graduación de Ing. Química, Universidad de Antioquia, Facultad de Ingeniería Química, 2009. 275 p.
2. CASTRO, Paula. *Opciones para la producción y uso del biodiésel en Perú*. Perú: Soluciones Prácticas-ITDG, 2007. 173 p.
3. FINNEMORE, Horace. *The Essential Oils*. Estados Unidos: D. Van Nostrand Co, 1926. 426 p.
4. KEMP, William H. *Biodiesel. Basics and Beyond. A comprehensive guide to production and use for the home and farm*. Estados Unidos: Press Text., 2006. 225 p.
5. PERRY, Robert H. *Perry's Chemical Engineer's Handbook*. 8a ed. New York: McGraw-Hill, 2008. 1540 p.
6. ULRICH, G. *Procesos de ingeniería química*. 2a ed. México: McGraw-Hill, 1991. 412 p.
7. WALPOLE, Ronald. *Probabilidad y estadística*. 4a ed. México: McGraw-Hill, 1992. 625 p.

APÉNDICES

1. **Datos originales para las mediciones de índice de refracción y absorbancia del agua de lavado del mineral caolín**

Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 2 %, m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3405	1,3405	1,3405	1,3405	0,0000
30	1,3405	1,3400	1,3405	1,3403	0,0003
45	1,3360	1,3360	1,3360	1,3360	0,0000
60	1,3350	1,3350	1,3350	1,3350	0,0000
75	1,3370	1,3370	1,3370	1,3370	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de Biodiésel tratado con caolín al 2 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,060	0,061	0,061	0,061	0,001
30	0,098	0,097	0,096	0,097	0,001
45	0,093	0,093	0,095	0,094	0,001
60	0,061	0,059	0,061	0,06	0,001
75	0,057	0,057	0,057	0,057	0,000

Continuación del apéndice 1.

Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 2 %, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3415	1,3410	1,3410	1,3412	0,0003
30	1,3410	1,3415	1,3415	1,3413	0,0003
45	1,3415	1,3415	1,3415	1,3415	0,0000
60	1,3420	1,3415	1,3415	1,3417	0,0003
75	1,3360	1,3360	1,3360	1,3360	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 2 %, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,092	0,092	0,092	0,092	0,000
30	0,178	0,177	0,177	0,177	0,001
45	0,123	0,122	0,124	0,123	0,001
60	0,131	0,131	0,13	0,131	0,001
75	0,141	0,142	0,141	0,141	0,001
Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3360	1,3360	1,3360	1,3360	0,0000
30	1,3365	1,3370	1,3370	1,3368	0,0003
45	1,3370	1,3370	1,3365	1,3368	0,0003
60	1,3360	1,3365	1,3365	1,3363	0,0003
75	1,3405	1,3405	1,3405	1,3405	0,0000

Continuación del apéndice 1.

Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,140	0,14	0,14	0,14	0,000
30	0,106	0,105	0,106	0,106	0,001
45	0,098	0,098	0,097	0,098	0,001
60	0,050	0,049	0,049	0,049	0,001
75	0,091	0,090	0,091	0,091	0,001
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,092	0,092	0,092	0,092	0,000
30	0,178	0,177	0,177	0,177	0,001
45	0,123	0,122	0,124	0,123	0,001
60	0,131	0,131	0,13	0,131	0,001
75	0,141	0,142	0,141	0,141	0,001
Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3360	1,3360	1,3360	1,3360	0,0000
30	1,3365	1,3370	1,3370	1,3368	0,0003
45	1,3370	1,3370	1,3365	1,3368	0,0003
60	1,3360	1,3365	1,3365	1,3363	0,0003
75	1,3405	1,3405	1,3405	1,3405	0,0000

Fuente: elaboración propia.

2. **Datos originales para las mediciones de índice de refracción y absorbancia del agua de lavado del carbonato de calcio**

Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3380	1,3380	1,3380	1,3380	0,0000
30	1,3380	1,3380	1,3380	1,3380	0,0000
45	1,3380	1,3385	1,3380	1,3382	0,0003
60	1,3380	1,3385	1,3380	1,3382	0,0003
75	1,3380	1,3380	1,3380	1,3380	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,043	0,044	0,044	0,044	0,001
30	0,056	0,055	0,055	0,055	0,001
45	0,076	0,077	0,073	0,075	0,002
60	0,055	0,05	0,049	0,051	0,003
75	0,045	0,045	0,045	0,045	0,000

Continuación del apéndice 2.

Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3395	1,3400	1,3400	1,3398	0,0003
30	1,3395	1,3395	1,3395	1,3395	0,0000
45	1,3365	1,3365	1,3365	1,3365	0,0000
60	1,3370	1,3370	1,3365	1,3368	0,0003
75	1,3365	1,3365	1,3365	1,3365	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,047	0,046	0,046	0,046	0,001
30	0,046	0,046	0,046	0,046	0,000
45	0,048	0,048	0,049	0,048	0,001
60	0,055	0,053	0,052	0,053	0,002
75	0,048	0,048	0,047	0,048	0,001
Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
30	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
45	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
60	1,3355	1,3360	1,3360	1,3358	0,0003
75	1,3350	1,3350	1,3350	1,3350	0,0000

Continuación del apéndice 2

Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,051	0,051	0,052	0,051	0,001
30	0,044	0,045	0,043	0,044	0,001
45	0,053	0,053	0,052	0,053	0,001
60	0,054	0,054	0,053	0,054	0,001
75	0,052	0,052	0,052	0,052	0
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
30	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
45	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
60	1,3355	1,3360	1,3360	1,3358	0,0003
75	1,3350	1,3350	1,3350	1,3350	0,0000
Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,047	0,049	0,047	0,048	0,0010
30	0,050	0,050	0,050	0,050	0,0000
45	0,047	0,048	0,047	0,047	0,0010
60	0,050	0,050	0,050	0,050	0,0000
75	0,047	0,047	0,047	0,047	0,0000

Fuente: elaboración propia.

3. **Datos originales para las mediciones de índice de refracción y absorbancia del agua de lavado del talco**

Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3405	1,3400	1,3400	1,3402	0,0003
30	1,3395	1,3395	1,3395	1,3395	0,0000
45	1,3395	1,3395	1,3395	13395	0,0000
60	1,3395	1,3390	1,3395	1,3393	0,0003
75	1,3395	1,3395	1,3395	1,3395	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,081	0,080	0,080	0,080	0,001
30	0,061	0,059	0,058	0,059	0,002
45	0,053	0,052	0,051	0,052	0,001
60	0,051	0,053	0,050	0,051	0,002
75	0,063	0,060	0,057	0,060	0,003

Continuación del apéndice 3.

Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3385	1,3385	1,3390	1,3387	0,0003
30	1,3385	1,3390	1,3390	1,3388	0,0003
45	1,3385	1,3385	1,3390	1,3387	0,0003
60	1,3390	1,3385	1,3385	1,3387	0,0003
75	1,3385	1,3385	1,3385	1,3385	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,081	0,080	0,080	0,080	0,001
30	0,061	0,059	0,058	0,059	0,002
45	0,053	0,052	0,051	0,052	0,001
60	0,051	0,053	0,050	0,051	0,002
75	0,063	0,060	0,057	0,060	0,003
Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3395	1,3395	1,3400	1,3397	0,0003
30	1,3395	1,3390	1,3390	1,3392	0,0003
45	1,3390	1,3390	1,3390	1,3390	0,0000
60	1,3390	1,3390	1,3390	1,3390	0,0000
75	1,3395	1,3390	1,3390	1,3392	0,0003

Continuación del apéndice 3.

Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,189	0,189	0,189	0,189	0,000
30	0,121	0,120	0,120	0,120	0,001
45	0,108	0,106	0,105	0,106	0,002
60	0,108	0,108	0,106	0,107	0,001
75	0,093	0,094	0,091	0,093	0,002
Análisis	Índice de Refracción para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	1,3415	1,3415	1,3415	1,3415	0,0000
30	1,3415	1,3415	1,3415	1,3415	0,0000
45	1,3415	1,3415	1,3415	1,3415	0,0000
60	1,3420	1,3420	1,3420	1,3420	0,0000
75	1,3420	1,3420	1,3420	1,3420	0,0000
Análisis	Absorbancia para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	R1	R2	R3	Media	Desviación Estándar
15	0,198	0,193	0,197	0,196	0,003
30	0,123	0,123	0,120	0,122	0,002
45	0,193	0,172	0,159	0,175	0,017
60	0,161	0,162	0,168	0,164	0,004
75	0,146	0,148	0,144	0,146	0,002

Fuente: elaboración propia.

4. **Datos calculados para la cuantificación del contenido de glicerina libre y total para el caolín**

Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de Biodiesel tratado con caolín al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	16,80	34,10	0,49	17,30	2,98
30	14,70	25,80	0,57	11,10	2,02
45	8,80	18,90	0,47	10,10	1,74
60	10,25	21,75	0,47	11,50	1,98
75	12,70	24,45	0,52	11,75	2,02
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de Biodiesel tratado con caolín al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	3,30	4,75	0,69	1,45	0,25
30	2,00	3,85	0,52	1,85	0,18
45	2,50	3,15	0,79	0,65	0,11
60	3,60	4,45	0,81	0,85	0,15
75	3,50	4,60	0,76	1,10	0,19

Continuación del apéndice 4.

Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	16,3	34,5	0,47	18,20	3,13
30	14,0	30,1	0,46	16,10	2,77
45	9,70	15,6	0,62	5,90	1,02
60	12,8	18,4	0,70	5,60	0,97
75	7,1	13,8	0,51	6,70	1,16
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	3,90	5,15	0,76	1,25	0,21
30	3,70	4,65	0,78	0,95	0,17
45	2,70	3,45	0,78	0,75	0,13
60	2,90	3,70	0,78	0,80	0,14
75	3,02	3,95	0,76	0,93	0,16
Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	10,2	21,50	0,47	11,30	1,95
30	3,45	8,40	0,41	4,95	0,85
45	4,60	10,65	0,43	6,05	1,04
60	3,00	8,40	0,36	5,40	0,93
75	7,30	11,80	0,62	4,50	0,78

Continuación del apéndice 4.

Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	5,20	6,10	0,85	0,90	0,16
30	5,40	6,45	0,84	1,05	0,18
45	5,70	6,80	0,84	1,10	0,19
60	5,90	7,15	0,83	1,25	0,22
75	5,60	6,65	0,84	1,05	0,18
Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	7,70	19,45	0,40	11,75	2,02
30	8,70	18,80	0,46	10,10	1,74
45	10,60	16,10	0,66	5,50	0,95
60	7,90	12,35	0,64	4,45	0,76
75	6,35	11,05	0,57	4,70	0,81
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con caolín al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	4,80	6,45	0,74	1,65	0,28
30	3,85	4,95	0,78	1,10	0,19
45	3,40	4,25	0,80	0,85	0,14
60	4,10	5,05	0,81	0,95	0,16
75	4,80	6,15	0,78	1,35	0,23

Fuente: elaboración propia.

5. **Datos calculados para la cuantificación del contenido de glicerina libre y total para el carbonato de calcio**

Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	16,80	34,10	0,49	17,3	2,98
30	14,70	25,80	0,57	11,1	2,02
45	8,80	18,90	0,47	10,1	1,74
60	10,25	21,75	0,47	11,5	1,98
75	12,70	24,45	0,52	11,75	2,02
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	3,3	4,75	0,69	1,45	0,25
30	2,0	3,85	0,52	1,85	0,18
45	2,5	3,15	0,79	0,65	0,11
60	3,6	4,45	0,81	0,85	0,15
75	3,5	4,6	0,76	1,10	0,19

Continuación del apéndice 5.

Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	16,30	34,5	0,47	18,2	3,13
30	14,0	30,1	0,46	16,1	2,77
45	9,70	15,6	0,62	5,9	1,02
60	12,80	18,4	0,70	5,60 ₂	0,97
75	7,10	13,8	0,51	6,7	1,16
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	3,90	5,15	0,76	1,25	0,21
30	3,70	4,65	0,78	0,95	0,17
45	2,70	3,45	0,78	0,75	0,13
60	2,90	3,70	0,78	0,80	0,14
75	3,02	3,95	0,76	0,93	0,16
Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	10,20	21,5	0,47	11,3	1,95
30	3,45	8,40	0,41	4,95	0,85
45	4,60	10,65	0,43	6,05	1,04
60	3,00	8,40	0,36	5,40	0,93
75	7,30	11,8	0,62	4,50	0,78

Continuación del apéndice 5.

Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	5,2	6,1	0,85	0,9	0,16
30	5,4	6,45	0,84	1,05	0,18
45	5,7	6,8	0,84	1,10	0,19
60	5,9	7,15	0,83	1,25	0,22
75	5,6	6,65	0,84	1,05	0,18
Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	7,70	19,45	0,40	11,75	2,02
30	8,70	18,80	0,46	10,10	1,74
45	10,60	16,10	0,66	5,50	0,95
60	7,90	12,35	0,64	4,45	0,76
75	6,35	11,05	0,57	4,70	0,81
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con carbonato de calcio al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	4,80	6,45	0,74	1,65	0,28
30	3,85	4,95	0,78	1,10	0,19
45	3,40	4,25	0,80	0,85	0,14
60	4,10	5,05	0,81	0,95	0,16
75	4,80	6,15	0,78	1,35	0,23

Fuente: elaboración propia.

6. **Datos calculados para la cuantificación del contenido de glicerina libre y total para el talco**

Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	8,15	14,25	0,57	6,10	1,05
30	4,70	9,95	0,47	5,25	0,91
45	3,50	8,45	0,41	4,95	0,85
60	5,40	11,35	0,48	5,95	1,03
75	6,80	13,45	0,51	6,65	1,14
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	1,80	2,45	0,7346939	0,65	0,11
30	1,60	2,10	0,7619048	0,5	0,09
45	1,40	1,85	0,7567568	0,45	0,08
60	1,50	2,05	0,7317073	0,55	0,10
75	1,55	2,20	0,7045455	0,65	0,11

Continuación del apéndice 6.

Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	6,65	11,75	0,56	5,1	0,88
30	4,05	8,05	0,50	4,0	0,69
45	4,25	6,85	0,62	2,6	0,45
60	6,90	9,95	0,69	3,05	0,53
75	5,05	8,65	0,58	3,6	0,62
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con talco al 2%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	3,9	5,15	0,76	1,25	0,21
30	3,7	4,65	0,78	0,95	0,17
45	2,7	3,45	0,78	0,75	0,13
60	2,9	3,70	0,78	0,80	0,14
75	3,02	3,95	0,76	0,93	0,16
Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4%, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	5,90	10,25	0,57	4,35	0,75
30	5,40	9,40	0,57	4,00	0,69
45	3,50	6,10	0,57	2,60	0,45
60	4,70	7,80	0,60	3,10	0,53
75	4,75	8,35	0,57	3,60	0,62

Continuación del apéndice 6.

Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4 %, % m/m a 600 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	5,2	6,10	0,85	0,90	0,16
30	5,4	6,45	0,84	1,05	0,18
45	5,7	6,80	0,84	1,10	0,19
60	5,9	7,15	0,83	1,25	0,22
75	5,6	6,65	0,84	1,05	0,18
Análisis	Contenido de glicerina total para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Total
15	5,90	10,25	0,57	4,35	0,75
30	5,40	9,40	0,57	4,00	0,69
45	3,50	6,10	0,57	2,60	0,45
60	4,70	7,80	0,60	3,10	0,53
75	4,75	8,35	0,57	3,60	0,62
Análisis	Contenido de glicerina libre para la muestra de biodiésel tratado con talco al 4%, % m/m a 800 rpm				
Tiempo (min)	VTM (mL)	VTB (mL)	VTM/VTB	VTB-VTM	% Glicerina Libre
15	1,75	2,20	0,79	0,45	0,08
30	2,00	2,35	0,85	0,35	0,06
45	1,90	2,50	0,76	0,60	0,10
60	1,65	2,35	0,70	0,70	0,12
75	2,00	2,80	0,71	0,80	0,14

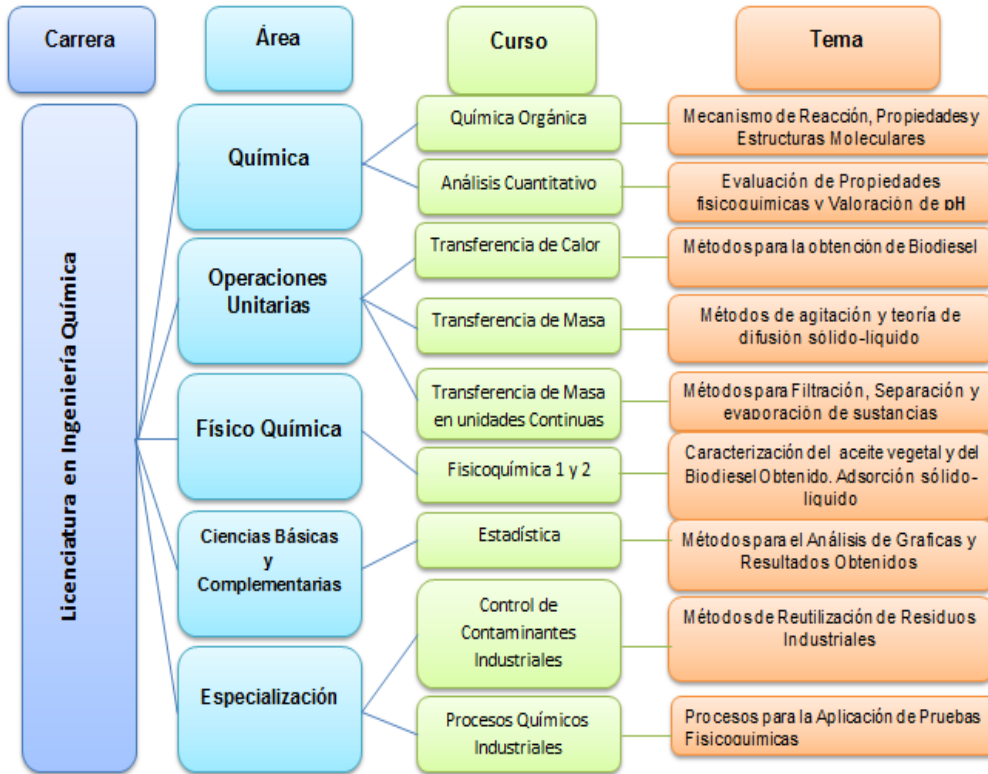
Fuente: elaboración propia.

7. Costos del proyecto de investigación

Descripción	Sub-Totales (Q)
Costos Obtención de Materia Prima (Aceite vegetal usado)	Q 389.00
Costos de Reactivos para la Producción de Biodiésel	Q 6, 465.00
Costos de Cristalería	Q 1,149.75
Costos de Equipo a Utilizar	Q 2,185.10
Costo de energía eléctrica	Q 1,961.02
Costo por Análisis (tipo de cambio 7.76 al 07/03/2014)	Q 911.28
TOTAL	Q 28,987.39

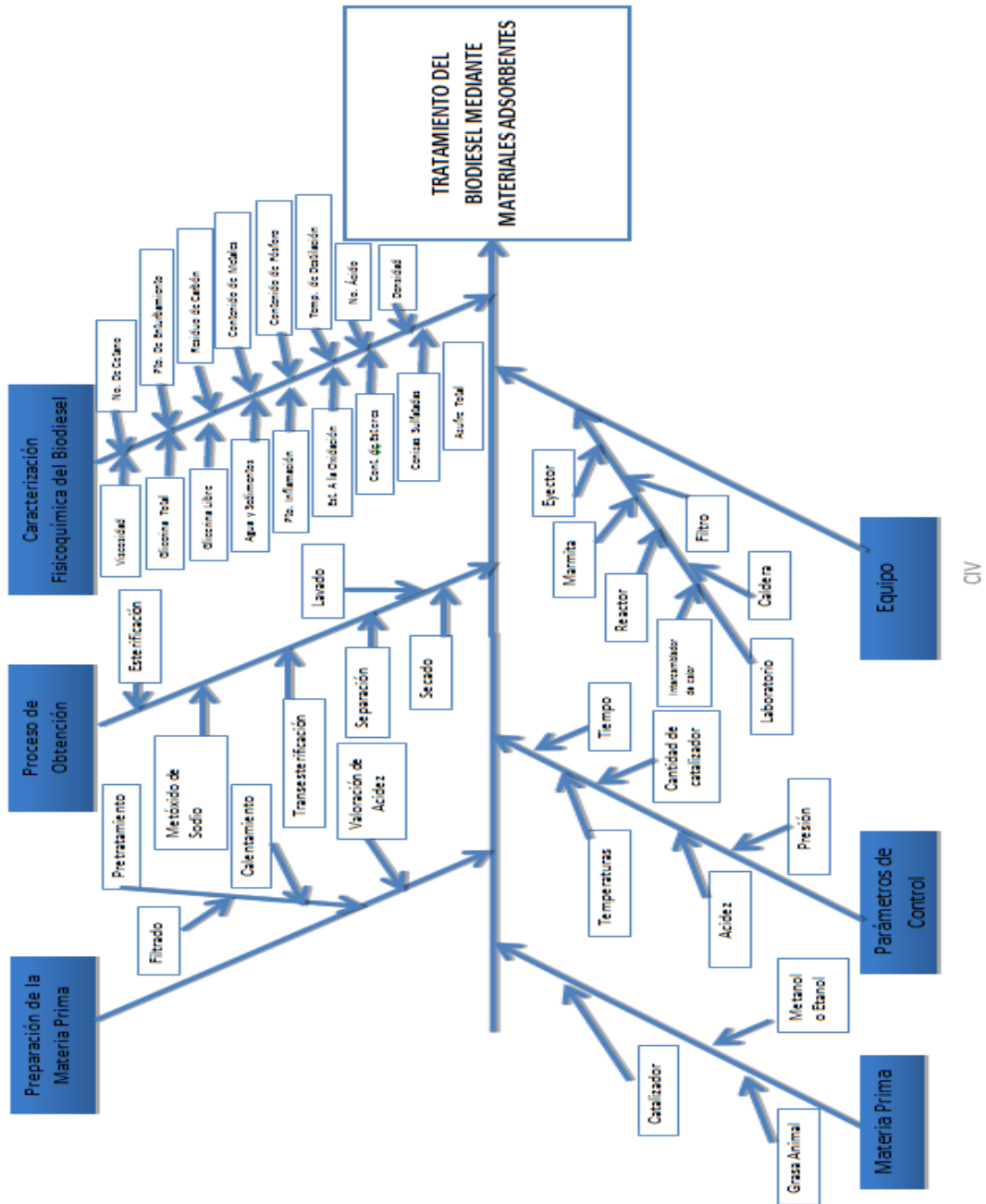
Fuente: elaboración propia.

8. Diagrama de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

9. Diagrama de Ishikawa



Fuente: elaboración propia.

ANEXOS

1. Resultados de la caracterización fisicoquímica del biodiésel tratado con agua de lavado

LABORATORIOS TECNICOS		PAGINA 1 DE (1) LAB-REP-0191-14 ORDEN No. L-077-14 GUATEMALA, 07-02-14																								
RESULTADOS DE ANALISIS																										
MUESTRA: Biodiesel PRESENTADA POR: Lee Stevens Hernández Rivera RESPONSABLE DEL MUESTREO: Lee Stevens Hernández Rivera PROCEDENCIA: Lee Stevens Hernández Rivera. Muestra: Materia Prima sin tratar LOCALIZACION: Prados de Villa Nueva, casa 145, Colonia Santa Mónica, Zona 2, Villa Nueva FECHA DE MUESTREO: Desconocida FECHA DE RECEPCION DE MUESTRA Y PAPELERIA: 31-01-14 FECHA DE ANALISIS: del 03 al 06-02-14 PRECIO DE ANALISIS: \$ 44.00 ANALISTA: Hever Pérez																										
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 40%;">DESCRIPCION</th> <th style="width: 20%;">METODO DE ANALISIS</th> <th style="width: 20%;">ESPECIFICACION (a)</th> <th style="width: 20%;">RESULTADOS (b)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C</td> <td>ASTM D-93</td> <td>-----</td> <td style="text-align: right;">75</td> </tr> <tr> <td>CORROSION EL LA TIRA DE COBRE, 3 horas a 50° C</td> <td>ASTM D-130</td> <td>-----</td> <td style="text-align: right;">1</td> </tr> <tr> <td>PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/Kg</td> <td>ASTM D-240</td> <td>-----</td> <td style="text-align: right;">(d) 39.94</td> </tr> <tr> <td>VISCOSIDAD CINEMATICA, 50 °C, mm²/s (c)</td> <td>ASTM D-445</td> <td>-----</td> <td style="text-align: right;">5.8</td> </tr> <tr> <td>AGUA Y SEDIMENTO, % volumen</td> <td>ASTM D-1796</td> <td>-----</td> <td style="text-align: right;">3.30</td> </tr> </tbody> </table>			DESCRIPCION	METODO DE ANALISIS	ESPECIFICACION (a)	RESULTADOS (b)	PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C	ASTM D-93	-----	75	CORROSION EL LA TIRA DE COBRE, 3 horas a 50° C	ASTM D-130	-----	1	PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/Kg	ASTM D-240	-----	(d) 39.94	VISCOSIDAD CINEMATICA, 50 °C, mm ² /s (c)	ASTM D-445	-----	5.8	AGUA Y SEDIMENTO, % volumen	ASTM D-1796	-----	3.30
DESCRIPCION	METODO DE ANALISIS	ESPECIFICACION (a)	RESULTADOS (b)																							
PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C	ASTM D-93	-----	75																							
CORROSION EL LA TIRA DE COBRE, 3 horas a 50° C	ASTM D-130	-----	1																							
PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/Kg	ASTM D-240	-----	(d) 39.94																							
VISCOSIDAD CINEMATICA, 50 °C, mm ² /s (c)	ASTM D-445	-----	5.8																							
AGUA Y SEDIMENTO, % volumen	ASTM D-1796	-----	3.30																							
OBSERVACIONES: <p style="margin-left: 40px;"> a) En el Acuerdo Ministerial No. 399-2012 no existen especificaciones para este producto. b) Los resultados son válidos solo para el volumen de muestra presentada en este laboratorio. c) 1 mm² /s es equivalente a 1 cSt. d) El valor de 39.94 MJ/Kg es equivalente a 9540 Kcal/Kg y a 17171 Btu/Lb. </p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-top: 20px;"> <div style="text-align: center;">  <p style="margin-top: 10px;">Ing. Julio Villacinda ÁREA DE HIDROCARBUROS</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p style="margin-top: 10px;">Vo. Bo. Ing. Mayra Villatoro COORDINADORA LABORATORIOS TECNICOS</p> </div> <div style="text-align: center;">  </div> </div>																										
Jvg El presente informe no puede ser modificado ni reproducido sin autorización del Laboratorio Técnico																										

Ministerio de Energía y Minas
 Diagonal 17, 29-78 zona 11 Las Charcas. Guatemala, Centroamérica,
 Teléfonos: (502) 2419-6464 - www.mem.gob.gt

Fuente: Laboratorios Técnicos del Ministerio de Energía y Minas, Sección de Hidrocarburos.

2. Resultados de la caracterización fisicoquímica del biodiesel tratado con talco al 4% m/m a 800 rpm

<p>LABORATORIOS TECNICOS</p>		<p>PAGINA 1 DE (1) LAB-REP-0192-14 ORDEN No. L-077-14 GUATEMALA, 07-02-14</p>																									
<p align="center">RESULTADOS DE ANALISIS</p> <p>MUESTRA: Biodiesel PRESENTADA POR: Lee Stevens Hernández Rivera RESPONSABLE DEL MUESTREO: Lee Stevens Hernández Rivera PROCEDENCIA: Lee Stevens Hernández Rivera. Muestra: Tratado con talco al 4% LOCALIZACION: Prados de Villa Nueva, casa 145, Colonia Santa Mónica, Zona 2, Villa Nueva FECHA DE MUESTREO: Desconocida FECHA DE RECEPCION DE MUESTRA Y PAPELERIA: 31-01-14 FECHA DE ANALISIS: del 03 al 06-02-14 PRECIO DE ANALISIS: \$ 44.00 ANALISTA: Hever Pérez</p>																											
<table border="1"> <thead> <tr> <th>DESCRIPCION</th> <th>METODO DE ANALISIS</th> <th>ESPECIFICACION (a)</th> <th>RESULTADOS (b)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C</td> <td>ASTM D-93</td> <td>-----</td> <td>71</td> </tr> <tr> <td>CORROSION EL LA TIRA DE COBRE, 3 horas a 50° C</td> <td>ASTM D-130</td> <td>-----</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/Kg</td> <td>ASTM D-240</td> <td>-----</td> <td>(d) 39.92</td> </tr> <tr> <td>VISCOSIDAD CINEMATICA, 50 °C, mm²/s (c)</td> <td>ASTM D-445</td> <td>-----</td> <td>5.8</td> </tr> <tr> <td>AGUA Y SEDIMENTO, % volumen</td> <td>ASTM D-1796</td> <td>-----</td> <td>1.20</td> </tr> </tbody> </table>				DESCRIPCION	METODO DE ANALISIS	ESPECIFICACION (a)	RESULTADOS (b)	PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C	ASTM D-93	-----	71	CORROSION EL LA TIRA DE COBRE, 3 horas a 50° C	ASTM D-130	-----	1	PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/Kg	ASTM D-240	-----	(d) 39.92	VISCOSIDAD CINEMATICA, 50 °C, mm ² /s (c)	ASTM D-445	-----	5.8	AGUA Y SEDIMENTO, % volumen	ASTM D-1796	-----	1.20
DESCRIPCION	METODO DE ANALISIS	ESPECIFICACION (a)	RESULTADOS (b)																								
PUNTO DE INFLAMABILIDAD, °C	ASTM D-93	-----	71																								
CORROSION EL LA TIRA DE COBRE, 3 horas a 50° C	ASTM D-130	-----	1																								
PODER CALORIFICO SUPERIOR, MJ/Kg	ASTM D-240	-----	(d) 39.92																								
VISCOSIDAD CINEMATICA, 50 °C, mm ² /s (c)	ASTM D-445	-----	5.8																								
AGUA Y SEDIMENTO, % volumen	ASTM D-1796	-----	1.20																								
<p>OBSERVACIONES:</p> <p>a) En el Acuerdo Ministerial No. 399-2012 no existen especificaciones para este producto. b) Los resultados son válidos solo para el volumen de muestra presentada en este laboratorio. c) 1 mm² /s es equivalente a 1 cSt. d) El valor de 39.92 MJ/Kg es equivalente a 9535 Kcal/Kg y a 17164 Btu/Lb.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div data-bbox="451 1186 651 1350">  </div> <div data-bbox="685 1165 919 1268"> <p>Ing. Julio Hernández AREA DE HIDROCARBUROS</p> </div> <div data-bbox="685 1276 1057 1438"> <p>Vo. Bo. Ing. Mayra Villalero COORDINADORA LABORATORIOS TECNICOS</p> </div> <div data-bbox="1024 1283 1224 1449">  </div> </div> <p align="left">Jvg</p>																											

El presente informe no puede ser modificado ni reproducido sin autorización del Laboratorio Técnico

Ministerio de Energía y Minas
Diagonal 17, 29-78 zona 11 Las Charcas. Guatemala, Centroamérica.
Teléfonos: (502) 2419-6464 - www.mem.gob.gt

Fuente: Laboratorios Técnicos del Ministerio de Energía y Minas, Sección de Hidrocarburos.

3. Obtención del biodiesel a partir del aceite de soya



Fuente: Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEXVE).

4. Tratamiento de refino de biodiesel con adsorbentes minerales



Fuente: Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEXVE).

5. Centrifugación de las muestras de biodiesel



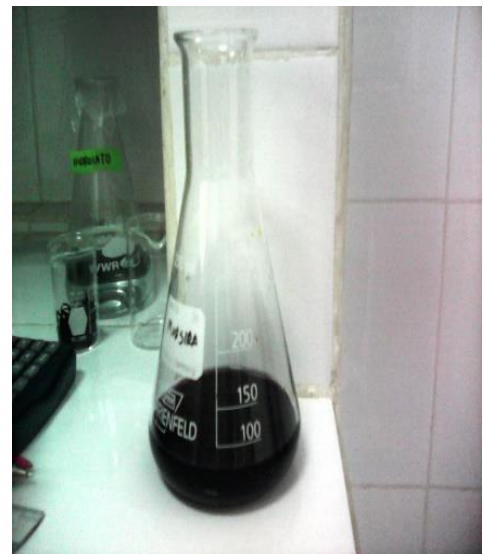
Fuente: Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEXVE).

6. Medición de Absorbancia e Índice de Refracción



Fuente: Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEXVE).

7. Cuantificación de glicerina libre y total



Fuente: Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIECVE).

