

Procedimiento para transformar el aceite de soya usado en ésteres etílicos

Claudia A. Fandiño-Rodríguez^{1*}, Anabel Sarracent-López², José Gandón-Hernández²

1. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar (Icidca).
Via Banca 804 y Carretera Central. San Miguel del Padrón, La Habana, Cuba.
* claudia.fandino@azcuba icidca.cu
2. Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría (CUJAE).
Calle 114 No. 11901 e/ Ciclovía y Rotonda, Marianao, La Habana, Cuba.

RESUMEN

La posibilidad de convertir desechos potencialmente peligrosos para el medio ambiente y dañinos para la salud como son los aceites de freír usados en un combustible ecológico como el biodiesel, puede ser una actividad experimental significativa pues se le estaría dando solución a un problema de importancia tecnológica y con repercusiones económicas, sociales y ambientales. Se investigó con aceite de soya residual, proveniente de una empresa productora de alimentos fritos y etanol. Se conoce que con este alcohol el proceso de transformación presenta dificultades que no aparecen con el metanol, pero se evitan dos inconvenientes de este último: toxicidad y adquisición, pues al ser un derivado de la industria azucarera nacional, no constituye una materia prima de importación. Se experimentó con concentraciones de etanol de 90, 95 y 99,5 %, concentraciones de catalizador 0,31 y 0,41 y relaciones molares 4:1, 6:1 y 8:1. La mejor condición obtenida fue: concentración de etanol 99,5 %, relación molar 8:1 y concentración de catalizador 0,41 con un rendimiento de 71 %, viscosidad de 20,78 cSt y grado de acidez de 1,153 mg KOH/g de aceite. Finalmente se estableció un procedimiento para una concentración de etanol de 95% pues es el más comúnmente comercializado en nuestro país.

Palabras clave: aceite vegetal usado, transesterificación, etanol, ésteres etílicos .

ABSTRACT

The possibility of converting waste to the environment and harmful to the environment such as biodiesel, can be a significant experimental activity because it would give a solution to a problem of technological importance and economic, social and environmental repercussions. It was investigated with residual soybean oil, from a company that produces fried foods and ethanol. It is known that with this alcohol the process presents difficulties that do not appear with methanol, but the disadvantages of the latter are avoided: toxicity and acquisition, since it is a derivative of the national sugar industry, it does not constitute an import raw material. It was experimented with ethanol concentrations of 90, 95 and 99.5 %, catalyst concentrations 0.31 and 0.41 and molar ratios 4:1, 6:1 and 8:1. The best condition obtained was: ethanol concentration 99.5 %, molar ratio 8:1 and catalyst concentration 0.41 with a yield of 71 %, viscosity of 20.78 cSt and degree of acidity of 1.153 mg KOH / g of oil. Finally, a procedure was established for an ethanol concentration of 95 % as it is the most commonly marketed in our country.

Key words: used vegetable oil, transesterification, ethanol, ethyl esters.

INTRODUCCIÓN

El aceite vegetal tiene un sinnúmero de aplicaciones en la esfera alimenticia, una de ellas es la fritura de productos a condiciones severas, siendo capaz de transmitir calor y proporcionar al alimento sabor, color y textura (1). Tanto en el aceite como el

alimento ocurren cambios físicos y químicos mientras ocurre la fritura (2).

El proceso de fritura se ha extendido en los establecimientos de alimentos rápidos, en la industria alimentaria e incluso en los hogares, acarreando un mayor consumo de aceites en cocinas y por consiguiente mayor cantidad de residuo del mismo (3).

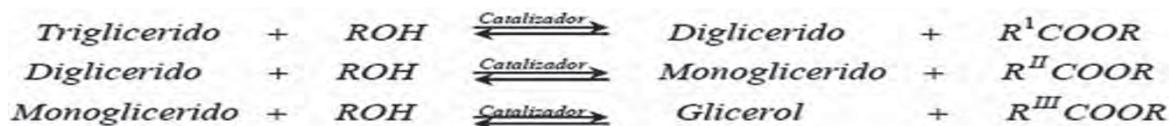


Figura 1. Etapas de la reacción de transesterificación de aceite vegetal usado para obtener las fases glicerina y ésteres de ácidos grasos.

El uso inadecuado que se le ha dado a los aceites vegetales usados indica que se deben establecer alternativas viables para su aprovechamiento (4): por lo que convertirlo a biodiesel en una alternativa sumamente atractiva (5).

El proceso más utilizado para la obtención de este biocombustible, es a partir de la transesterificación (figura 1) (6). La misma constituye una variante ventajosa, no solo para el tratamiento de un residual muy peligroso, el aceite desechado proveniente de la fritura de alimentos, sino que puedes sustituir a los combustibles fósiles, al petróleo y sus derivados, pues se están agotando y a mediano plazo no será posible cubrir la demanda mundial (7).

Esta alternativa en el contexto cubano pretende ser una solución local con el fin de erradicar el problema medioambiental que provoca el vertimiento del residual y tratar de contrarrestar el uso incontrolado del mismo. Por lo que el objetivo de este trabajo es establecer un procedimiento con transesterificación alcalina para la obtención de ésteres etílicos a partir de aceite de soya usado.

MATERIALES Y MÉTODOS

Preparación del material experimental

Los aceites desechados de fritura contienen inicialmente sólidos suspendidos, por lo que se realizó una operación de filtrado al vacío para eliminar dichas impurezas (2). Además fue necesario el secado del mismo en una hornilla eléctrica a una temperatura de 100 °C y en presencia de agitación constante para eliminar el agua captada durante los procesos de fritura (2).

Caracterización de la materia prima

Al aceite de soya usado se le determinó el porcentaje de compuestos polares, viscosidad cinemática, grado e índice de acidez.

Determinación del porcentaje de compuestos polares

Inicialmente el equipo fue calibrado usando un aceite de referencia para el cual debe obtenerse un 6,9 % de materiales totales polares (TPM) para aproximadamente un 0,5 de nivel de tolerancia (8). Una vez calibrado el instrumento, cuando la muestra alcanzaba los 40 °C era introducido el medidor de

compuestos polares del aceite, denominado Testo, hasta el nivel indicado. En la pantalla digital del equipo se observa el porcentaje de compuestos polares y además un color que se encarga de indicar en qué intervalo se encuentra el valor de TPM medido. La escala de colores se muestra a continuación:

- Verde si el valor se encuentra por debajo de 20 %, significa que el aceite se encuentra en buen estado.
- Naranja si el valor se encuentra entre 20 % y 24 % se recomienda cambiar el aceite.
- Rojo si el valor se encuentra por encima de 24 % significa que el aceite debe ser necesariamente sustituido.

A continuación se muestran algunas de las especificaciones principales del equipo:

- La temperatura del aceite de fritura a evaluar no debe ser menor de 40 °C.
- La exactitud del equipo es de $\pm 1,5$ °C de temperatura y ± 2 % en CP (8).

Determinación de la viscosidad

Para determinar la viscosidad se utilizó un viscosímetro automático con las especificaciones que aparecen en la tabla 1.

Tabla 1. Características del viscosímetro

Método estándar	ASTM D 445, D 7279, ISO 3104
Cantidad de capilares	4 capilares de cristal
Intervalo de temperatura	20 °C a 110 °C
Dimensiones	43,5 x 47,5 x 62,0 cm
Peso	33 kg
Inyección	manual
Limpieza	Automática con tolueno

Se inició la medición cuando la temperatura del baño del viscosímetro fue la requerida (40 °C), la cual fue verificada mediante un termómetro. Luego se seleccionó el número de serie del capilar a emplear en función de la viscosidad esperada para el aceite, siendo seleccionado el capilar 2 a 0,2.

Este equipo tiene acoplado un sistema computacional que reporta los valores de viscosidades en cSt, medidas en el mismo.

Determinación de acidez y grado de acidez

Esta técnica se realizará con el objetivo de determinar los ácidos grasos libres en los aceites. El contenido en ácidos grasos libres se expresa mediante la acidez calculada según el método convencional. Tiene como principio disolver la muestra en una mezcla de disolventes y valorar de los ácidos grasos libres mediante una solución etanólica de hidróxido de potasio.

Procedimiento

1. Preparación de la muestra para la prueba: La determinación se efectuará en una muestra filtrada. Si el contenido global de humedad e impurezas es inferior al 1 %, se utilizará la muestra tal cual.
2. Muestra para la prueba: Tomar la muestra, según el grado de acidez previsto, de acuerdo a la tabla 2.
3. Pesar la muestra en el matraz erlenmeyer.
4. Disolver la muestra en 50 mL de la mezcla de éter dietílico y etanol, previamente neutralizada.
5. Valorar, agitando, con la solución de hidróxido de potasio de 0,1M hasta el viraje del indicador (la coloración rosa de la fenostaleína debe permanecer rosa al menos por 10 segundos).

Tabla 2. Peso de la muestra según el grado de acidez

Grado de acidez previsto	Peso de la muestra (g)	Precisión de la pesada de la muestra (g)
<1	20	0,05
1 a 4	10	0,02
4 a 15	2,5	0,01
15 a 75	0,5	0,001
>75	0,1	0,0002

Expresión de la acidez en porcentaje de ácido oleico

Según NC-ISO 660 (9) se determinó la acidez e índice de acidez.

Se tomará como resultado la media aritmética de dos determinaciones (10).

Diseño experimental

Para realizar los experimentos se fijaron las siguientes variables: velocidad de agitación de 250 rpm, un tiempo de reacción de 30 minutos (11) y 50 °C de temperatura (7, 12), se estableció un tiempo de reacción de 30 minutos (13, 14). En el caso de la temperatura de reacción, para su selección se tuvo en cuenta que la misma no exceda el punto de ebullición del etanol (78 °C), para evitar su evaporación (7, 13,15).

Determinación de los niveles para la relación molar alcohol: aceite, concentración de catalizador y alcohol

Las experiencias estuvieron dirigidas a determinar la influencia en el rendimiento, viscosidad e índice de acidez de los ésteres de la relación molar alcohol: aceite, concentración de catalizador y alcohol a los niveles reportados en la tabla 3, correspondiendo al diseño factorial de 3² y 2¹, con dos réplicas en cada corrida experimental, para un total de 54 experimentos.

En relación a los niveles acordados para la relación molar alcohol: aceite, los mismos fueron seleccionados en base a criterios reportados en la literatura (12, 15, 16) y se decidió tomar este valor como referencia y definir los restantes niveles estableciendo una diferencia de ±2 unidades.

En cuanto a los niveles establecidos para la concentración de etanol, se tuvo en cuenta que de forma general la literatura estudiada, plantea que el etanol absoluto es el más utilizado en este proceso de transesterificación (17, 18, 19) no obstante se decidió trabajar a niveles más bajos, ya que este alcohol se comercializa en el país entre el 95%-96%. Además la posibilidad de trabajar a concentraciones más bajas, permite utilizar alcoholes rechazados de otras producciones.

Tabla 3. Diseño experimental original

Variables	Símbolo del parámetro	Niveles	Codificación
Concentración de etanol (%)	X ₁	90	-1
		95	0
		99,5	1
Relación molar	X ₂	4/1	-1
		6/1	0
		8/1	1
Concentración de catalizador (g)	X ₃	0,31	-1
		0,41	1

Con respecto a los niveles de concentración de catalizador, se conoce que cuando el aceite es usado se requiere más NaOH que el nuevo, para neutralizar los ácidos grasos libres que se forman durante el proceso de fritura, los cuales afectan la reacción de transesterificación.

Se seleccionó un diseño D-óptimo mediante el programa Statgraphics Centurion XV, versión 15.2.05 con un total de 16 experimentos. Las condiciones correspondientes a dichas experiencias se presentan en la tabla 4.

Tabla 4. Diseño D-óptimo

No. de corrida	Concentración de etanol (%)	Relación molar	Concentración de catalizador (g)
2	99,5	8/1	0,31
5	95	6/1	0,31
15	90	4/1	0,31
18	95	8/1	0,41
25	90	8/1	0,41
27	95	6/1	0,31
30	99,5	8/1	0,41
31	90	8/1	0,31
33	90	4/1	0,41
34	95	4/1	0,41
37	90	8/1	0,31
40	90	4/1	0,31
46	95	6/1	0,31
48	95	4/1	0,41
49	95	8/1	0,41
54	90	6/1	0,41

Descripción de los experimentos

Determinación del rendimiento del producto

La determinación del rendimiento de la reacción se efectuó mediante la ecuación (1):

$$\text{Rendimiento \%} = \frac{V_{FEEAG}}{V_{aceite}} * 100 \quad (1)$$

V_{FEEAG} : volumen de la fase de ésteres etílicos de ácidos grasos.

Caracterización de la fase de los ésteres etílicos

Para la caracterización de la fase rica en ésteres se utilizó el mismo procedimiento que para la caracterización del aceite; en este caso no se realizó la determinación de compuestos polares.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Preparación del material experimental

Caracterización del aceite de soya

Para la caracterización del aceite de soya usado o residual, resultó de gran importancia determinar experimentalmente las principales propiedades físicas, mediante las técnicas que se mostraron anteriormente. En la tabla 5 aparecen los resultados.

Según los resultados obtenidos, se corrobora la necesidad de descartar el aceite pues el equipo dio una señal naranja, la cual aparece si el valor se encuentra entre 20 % y 24 %. El valor medio de mate-

Tabla 5. Porcentaje de compuestos polares presentes en la muestra analizada

% Compuestos polares	
Muestra	Aceite usado
1	21
2	20
3	20
Media	20,5
Desviación estándar	0,577350

riales totales polares (tpm) fue de 20,32 % aproximadamente.

Determinación de la viscosidad

En la tabla 6 aparecen los resultados de las mediciones de viscosidad cinemática para el aceite nuevo y el aceite usado o residual. Todas las mediciones de viscosidad fueron realizadas a 40 °C y en cSt.

Tabla 6. Mediciones de viscosidad para aceite de soya usado

Muestra	Aceite	
	Nuevo	Usado
1	31,93	37,61
2	31,59	37,77
3	31,83	37,46
Media	31,78	37,61
Desviación estándar	0,174738	0,155027

Al analizar los valores de viscosidad tanto del aceite usado como nuevo no se observan diferencias significativas pero lógicamente el valor de la viscosidad del aceite usado es mayor que la del nuevo.

Durante el freído, los aceites vegetales presentan cambios físicos y químicos por lo que se forman algunos compuestos indeseados y desconocidos (15) que incrementan el valor de la propiedad. Son los polímeros uno de los principales causantes del incremento de la viscosidad pues son de mayor tamaño y peso molecular ya que son productos de la combinación de los radicales libres entre ellos o con otros ácidos grasos (20).

Las desviaciones estándares de las viscosidades presentan valores adecuados puesto que se encuentran entre -2 y 2, por lo que el equipo utilizado para realizar las mediciones es preciso.

Determinación del grado de acidez y acidez

A continuación se muestran las tablas con los resultados de la determinación del grado de acidez y acidez, respectivamente.

Tabla 7. Mediciones del grado de acidez del aceite de soya usado

Muestra	Acidez (% ácido oleico)
1	2,23
2	2,25
Media	2,24
Desviación estándar	0,01

El valor promedio del grado de acidez obtenido es superior al reportado por la bibliografía consultada (0,2 %) (7). Esto quiere decir que este aceite presentó una gran cantidad de ácidos grasos libres debido principalmente a los ciclos de fritura a los que fue sometido.

Tabla 8. Mediciones del índice de acidez del aceite de soya usado

Muestra	Índice de acidez (mg KOH/g de aceite)
1	4,44
2	4,48
media	4,46
Desviación estándar	0,03

Según bibliografía consultada, el límite establecido en las normas para esta propiedad es 0,6 mg KOH/g de aceite, lo cual indica que el índice de acidez obtenido está fuera del límite (7) y que el agua procedente de los alimentos y las elevadas temperaturas causa la hidrólisis y por consiguiente el aumento de los ácidos grasos libres (15).

Obtención de la mejor condición experimental

En la tabla 9 se muestran los resultados obtenidos, a partir del diseño de experimento planteado en la tabla 4.

Esta tabla indica la influencia de la concentración de etanol, relación molar y concentración de catalizador sobre el rendimiento de la reacción, la viscosidad, el grado e índice de acidez del producto obtenido durante la transesterificación. El rendimiento se encuentra en un intervalo de 55 % hasta 86 %. Por otro lado la viscosidad oscila entre 6,21 cSt y 31,25 cSt. En el caso del grado de acidez, esta varió, en dependencia de las condiciones, desde 0,88 % en oleico hasta 1,37 % en oleico.

Los rendimientos obtenidos se consideraron elementales debido a que no se obtuvieron respecto a la conversión de ésteres etílicos sino en cuanto a la cantidad de aceite de partida. Como se puede apreciar los rendimientos fueron bajos para las condiciones de operación establecidas, lo que era de esperar puesto que la separación de fases es más complicada en la producción de ésteres etílicos, lo cual coincide con los resultados obtenidos por Martínez O.M. y Suárez, O. (21) quienes obtuvieron un rendimiento al aceite de 74,4 % en condiciones muy similares.

La viscosidad es una propiedad que brinda una medida de la calidad del biocombustible, lo que

Tabla 9. Resultados obtenidos

Nº de corrida	X ₁ (%)	X ₂	X ₃ (g)	Rendimiento de la reacción (%)	Viscosidad (cSt)	Grado de acidez	Índice de acidez
2	99,5	8/1	0,31	61	6,65±0,03	1,20±0,01	2,388±0,01
5	95	6/1	0,31	80	26,43±0,39	1,024±0,07	2,037±0,07
15	90	4/1	0,31	82,4	30,42±0,07	1,375±0,03	2,736±0,03
18	95	8/1	0,41	72	20,82±0,14	1,135±0,01	2,258±0,01
25	90	8/1	0,41	80	26,65±0,12	1,136±0,01	2,260±0,01
27	95	6/1	0,31	79,6	26,74±0,01	1,051±0,01	2,091±0,01
30	99,9	8/1	0,41	50	6,20±0,01	1,122±0,01	2,232±0,01
31	90	8/1	0,31	86	30,61±0,32	1,153±0,04	2,294±0,04
33	90	4/1	0,41	81	29,85±0,24	1,142±0,002	2,272±0,002
34	95	4/1	0,31	84	23,39±0,05	1,094±0,01	2,177±0,01
37	90	8/1	0,31	87	29,72±0,16	1,149±0,01	2,286±0,01
40	90	4/1	0,31	81,4	31,25±0,03	1,341±0,004	2,668±0,004
46	99,5	8/1	0,31	78	25,46±0,13	1,084±0,01	2,157±0,01
48	95	4/1	0,41	83,6	24,04±0,31	1,102±0,005	2,192±0,005
49	95	8/1	0,41	71	20,78±0,11	1,153±0,01	2,294±0,01
54	90	6/1	0,41	78	29,53±0,15	1,122±0,01	2,232±0,01

quiere decir que en cierta forma se puede inferir la existencia de una mayor o menor cantidad de ésteres etílicos (22, 23). Independientemente de que los valores de viscosidad reportados en la tabla 9 como era de esperarse son inferiores al valor del aceite de soya usado, se aprecia que de forma general fueron superiores al intervalo establecido para los biocombustibles. Uno de los inconvenientes de los ésteres etílicos comparados con los metílicos, lo constituye su viscosidad que resulta significativamente mayor en el caso de los primeros, además los ácidos grasos por los que están compuesto los triglicéridos y demás productos intermedios que quedan sin reaccionar presentan viscosidades superiores a la de los ésteres (16, 24). No obstante se observó que con etanol absoluto se obtuvieron valores de viscosidad cercanos al intervalo recomendable para los biocombustibles el cual fue mencionado anteriormente.

Con respecto a los valores de grado e índice de acidez se observó que no se encontraron bajo las especificaciones establecidas para estas propiedades, esto se justifica ya que independientemente de operar con un exceso de catalizador para garantizar la neutralización de los ácidos grasos libres que presentó el aceite usado, se tiene además que durante la reacción se incrementan estos ácidos grasos libres por lo que se infiere que formen parte de la fase de ésteres etílicos.

En la figura 2 se ilustra la significación estadística de los parámetros investigados. Como se muestra en la misma, la concentración de catalizador y relación molar fueron significativas para las tres variables respuesta, y en el caso del grado de acidez el efecto cuadrático de la relación molar también tuvo una influencia significativa, esto se traduce a que la variable dependiente no cambia de forma lineal, sino que varía en dependencia de los valores que tome

la variable independiente, mientras que la concentración de etanol fue significativa para el rendimiento de la reacción y la viscosidad cinemática, y en el caso de la viscosidad y grado de acidez el efecto cuadrático de la concentración de etanol también presentó significación estadística, todo para un nivel de confiabilidad de un 95 %.

Rendimiento de la reacción

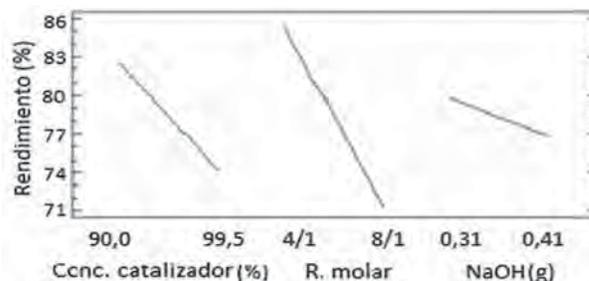


Figura 3. Tendencia del comportamiento del rendimiento de la reacción con el cambio de las variables estudiadas.

Como se puede apreciar los tres parámetros estudiados influyen de forma negativa en la variable dependiente, debido a que lo que se desea son altos rendimientos de la reacción.

Es posible valorar en la figura 3 que a medida que aumenta la concentración de etanol, la disminución del rendimiento de la reacción volumétrico es representativa. Es sabido que difícilmente la reacción de transesterificación consigue ser completa y esto se dificulta aún más cuando se utiliza etanol, no obstante cuando se trabaja a altas concentraciones de este alcohol, disminuye el porcentaje de agua, lo

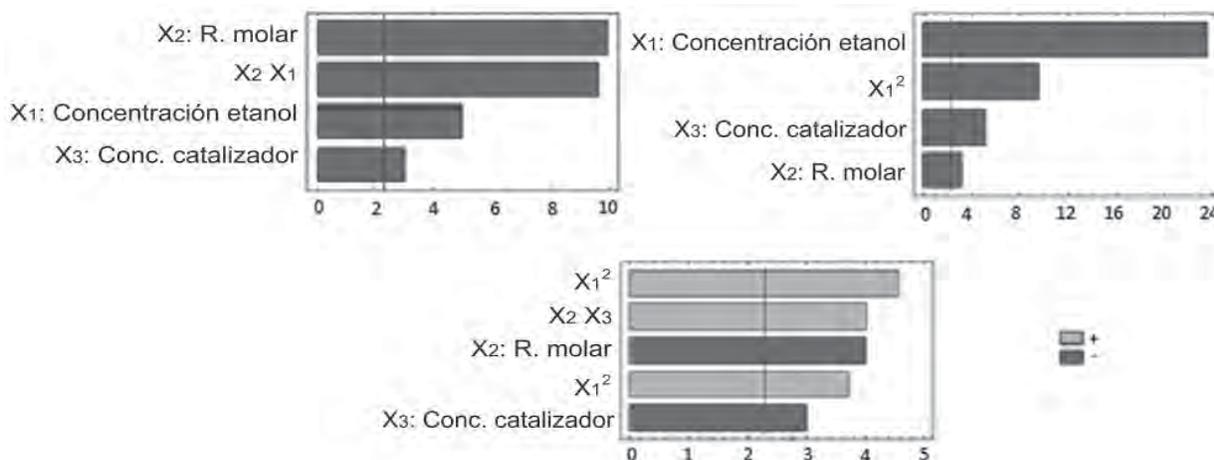


Figura 2. Diagramas de Pareto estandarizados para cada variable de respuesta. [a]: Rendimiento de la reacción, [b]: Viscosidad cinemática, [c]: Grado de acidez.

que contribuye que no se favorezca el proceso de saponificación (12, 25), por lo que se infiere que la conversión de triglicéridos en ésteres etílicos será mayor durante la reacción, disminuyendo así la cantidad de compuestos intermedios como son monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos, lo que se tradujo en un menor volumen de producto y por ende en menores rendimientos. Esto quiere decir que a menores concentraciones de etanol, a pesar de que se observa que se alcanzan mayores rendimientos volumétricos, se puede deducir de todo este análisis que el rendimiento de ésteres etílicos será menor en el producto final.

Con respecto a la relación molar y la concentración de catalizador se evidencia el mismo comportamiento que con la concentración de etanol. La disminución del rendimiento con el aumento de la relación molar viene dada porque aunque se conoce que en la etanolisis química se recomienda alimentar un exceso de alcohol, un valor alto de relación molar afecta la separación de las fases debido al incremento de la solubilidad de la glicerina con el etanol, y es por ello que se evidencia una disminución de los rendimientos (12, 26).

En lo que respecta a la concentración de catalizador este parámetro influyó aunque en menor medida en la disminución del rendimiento, esto viene dado por la emulsificación de la mezcla, además que la viscosidad del medio aumenta, dificultando el contacto entre los componentes lo cual dificulta la separación (15, 27).

Viscosidad cinemática

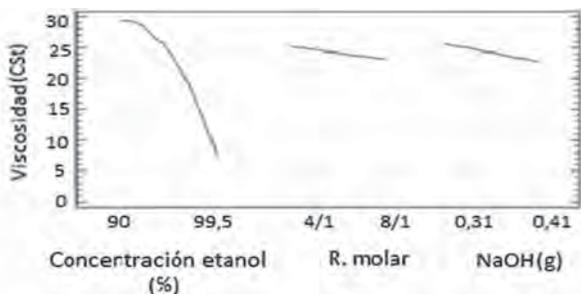


Figura 4. Tendencia del comportamiento de la viscosidad de la reacción con el cambio de las variables estudiadas.

Se puede apreciar en la figura 4, respecto a la viscosidad, que los tres parámetros estudiados influyen de forma positiva pues lo que se pretende es la disminución de esta propiedad.

Es de esperarse que con el aumento de las tres variables estudiadas disminuya la viscosidad. Esto es debido a que a mayores valores de concentración de etanol y relación molar se favorece la conversión de triglicéridos por lo que en el producto final se ob-

tiene mayor cantidad de ésteres etílicos los cuales presentan menor viscosidad que los triglicéridos, diglicéridos y monoglicéridos (24). El efecto cuadrático de la concentración de etanol demostró que a valores menores de 90 % existiría un aumento de la viscosidad cinemática de la fase de los ésteres etílicos (7). En relación a la influencia de la concentración de catalizador se puede decir que a diferencia del rendimiento de la reacción donde esta variable tuvo una influencia negativa, en este caso permitió mejores conversiones de ésteres etílicos lo que contribuyó a menores valores de viscosidad.

Con el análisis del rendimiento volumétrico las tres variables estudiadas influyen de forma negativa en lo que respecta a la disminución de esta variable pero luego de analizar que la viscosidad como se mencionó, es una propiedad que indica la conversión de ésteres etílico, se puede decir que las tres variables respuesta influyen de forma positiva respecto a la conversión de ésteres etílicos. En la eficiencia de la reacción de transesterificación, a menores valores de rendimiento se tienen menores valores de viscosidad y viceversa.

Grado de acidez

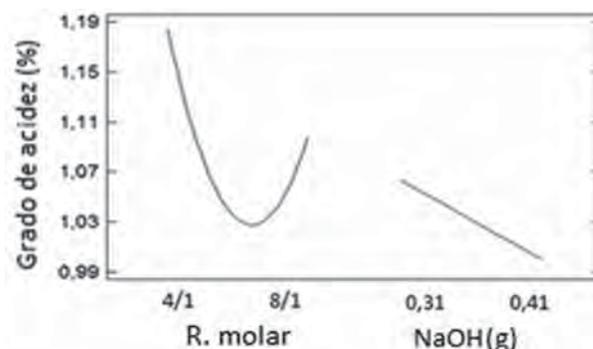


Figura 5. Tendencia del comportamiento del grado de acidez de la reacción con el cambio de las variables estudiadas.

Si se analiza cómo cambia el grado de acidez con la variación de la relación molar, se puede apreciar que en un principio esta variable disminuye progresivamente, para después aumentar. Esto puede deberse a que posiblemente con el aumento de la relación molar, como se mencionó anteriormente, al aumentar la solubilidad de la glicerina con etanol, esta se mantiene en la solución lo que hace que la reacción revierta hacia la izquierda, por lo que parte de los ácidos grasos libres se mantuvieron en la fase de los ésteres etílicos (12, 28, 29).

Por otra parte con el aumento de la concentración de etanol existió una disminución del grado de acidez, esto quiere decir que no se favoreció la reacción de saponificación por lo que las cantidades

de catalizador utilizadas en exceso realizaron su función principal que es neutralizar los ácidos grasos libres que presenta el aceite usado y los que aparecen durante la reacción, no obstante según el análisis realizado se puede seguir investigando con valores mayores de concentración con vista a lograr una disminución del porcentaje de ácidos grasos libres presentes en la fase de ésteres etílicos, lo cual también es válido para la disminución de la viscosidad según lo estudiado para esta propiedad.

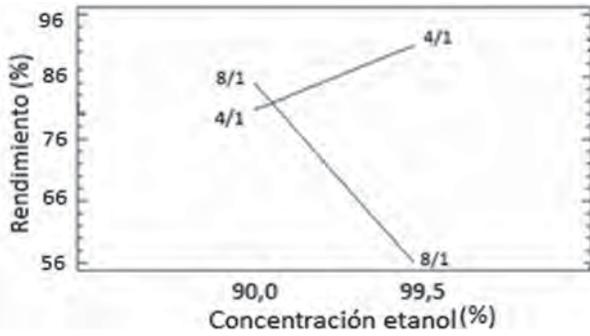


Figura 6. Interacción para el rendimiento de la reacción.

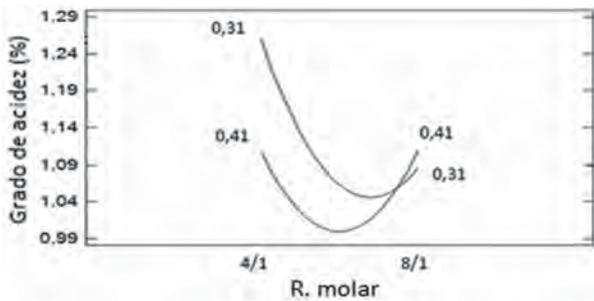


Figura 7. Interacción para el grado de acidez.

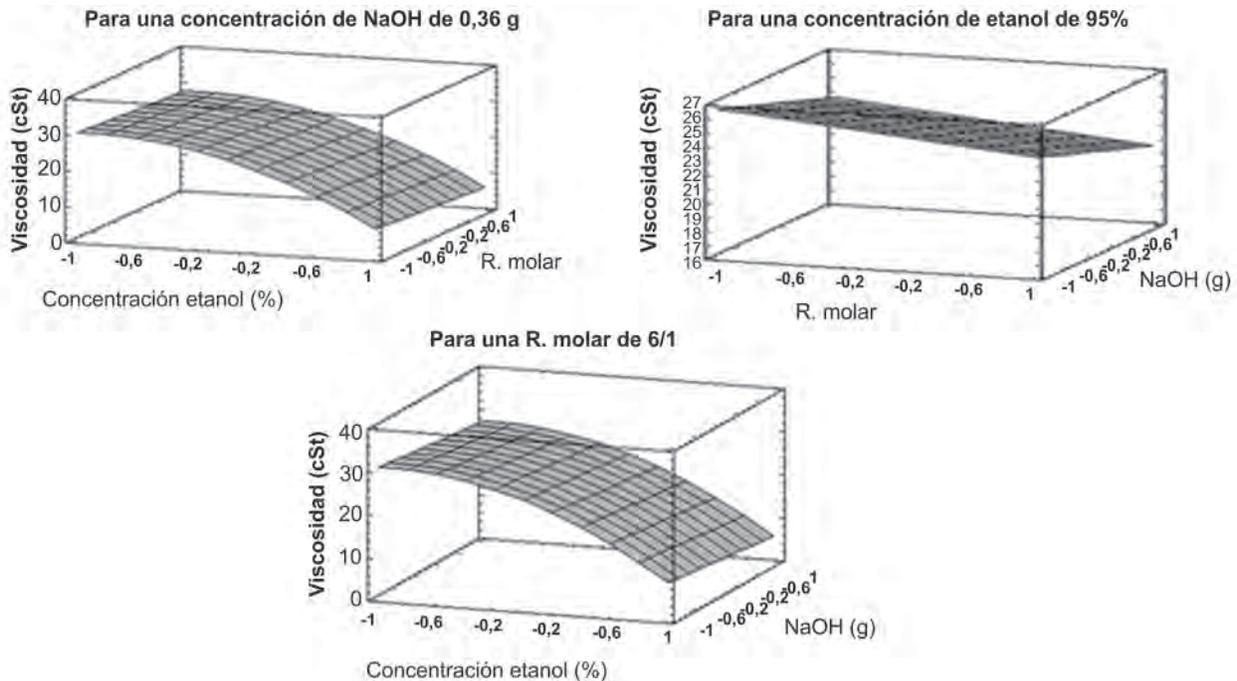


Figura 8. Superficie de respuesta para la viscosidad.

Con el análisis de la figura 6 para el rendimiento de la reacción, se aprecia que cuando interacciona la relación molar y concentración de catalizador se obtiene el menor rendimiento cuando se trabaja a 8/1 y 99,5 %, arrojando un valor de viscosidad a la concentración de catalizador media (0,36 g) de 6,43 cSt, lo cual corrobora que a menor rendimiento menor viscosidad correspondiendo este análisis al realizado antes, para los efectos principales.

En la figura 7 se observó que con la interacción entre concentración de catalizador y relación molar los menores valores de grado de acidez se alcanzan con una concentración de 0,41 g y relación molar cercana a 8/1, además esta interacción influyó de forma positiva (ver figura 3 (c)) en la disminución de esta propiedad.

A continuación se muestran los modelos obtenidos para cada variable dependiente estudiada.

$$Y_1 = 78,29 - 4,19X_1 - 7,03X_3 - 8,81X_1 X_2 \quad (2)$$

$$Y_2 = 24,15 - 10,91X_1 - 1,04X_3 - 1,46X_3 - 5,75 X_1^2 \quad (3)$$

$$Y_3 = 1,03 - 0,043X_2 - 0,032X_3 + 0,076X_1^2 - 0,109X_2^2 + 0,044X_2 X_3 \quad (4)$$

En resumen luego de analizar la influencia de las tres variables estudiadas sobre el rendimiento de la reacción y las propiedades de los ésteres etílicos, viscosidad cinemática y grado e índice de acidez, se decidió que la viscosidad fuese la variable fundamental (19) para establecer la mejor condición experimental lograda a partir del proceso de transesterificación básica. Además la viscosidad de los combustibles es una de las propiedades que más influencia ejerce en las prestaciones de un motor,

pues disminuir los valores de la misma es lo que se persigue al transesterificar el aceite de soya usado para obtener valores similares al combustible diésel, aunque mezclas del tipo B5, B10 o B20, serían recomendables para dar cumplimiento a los requerimientos de fabricantes de motores para utilizar este tipo de combustible ecológico (30).

La mejor combinación de los niveles de los factores que se obtuvo a partir del análisis estadístico, con la cual se alcanzó el menor valor de la viscosidad fue a una concentración de etanol al 99,5 %, una relación molar de 8/1 y una concentración de catalizador de 0,41 g de NaOH. Sin embargo se decidió establecer que para próximas investigaciones se trabaje a una concentración de etanol al 95 % pues es más rentable desde el punto de vista económico debido a que es de producción nacional. A continuación se muestra la superficie respuesta para la viscosidad con respecto a las tres variables dependientes estudiadas.

Procedimiento con transesterificación alcalina para la obtención de ésteres etílicos a partir de aceite de soya usado

Se estableció un procedimiento a nivel de laboratorio para llevar a cabo la transformación del aceite de soya usado con etanol.

Este procedimiento difiere a los establecidos en investigaciones precedentes debido a que existieron modificaciones en las etapas de separación y purificación de la fase de los ésteres etílicos.

1. Caracterización de la materia prima.
2. Reacción de transesterificación básica con concentración de etanol al 95 %:
 - No ocurre separación de las fases.
3. Método de separación: neutralización, añadiendo

HCl al 0,5% v/v con mediante un mecanismo de aspersión seguido de una agitación laminar.

4. Purificación de ésteres:
 - Lavado con HCl al 0,5% v/v y con agua corriente de pH=7,12 y T=50°C mediante un mecanismo de aspersión seguido de una agitación laminar
 - Secado: Evaporación del agua presente en los ésteres.
5. Almacenamiento en recipientes resistentes y cerrados herméticamente.

CONCLUSIONES

1. En la caracterización de la materia prima se encontró que los valores de la viscosidad se encuentran en el intervalo reportado en la bibliografía, el porcentaje de compuestos polares indicó que el aceite debía ser cambiado ya que su valor fue de 20,5 % y el grado de acidez y el índice de acidez resultaron superiores a los reportados en la bibliografía.
2. La mejor condición establecida fue: etanol al 95 %, relación molar 8/1 y 0,41 g de catalizador, correspondiendo a un rendimiento de 71 %.
3. Las propiedades físico-químicas determinadas para los ésteres etílicos obtenidos en la mejor condición fueron la viscosidad igual a 20,78 cSt la cual es comparable con la del biodiesel y el grado e índice de acidez de 1,153 % y 2,294 mg de KOH/g de aceite respectivamente, superiores a los reportados en la bibliografía.
4. Los resultados obtenidos permitieron establecer un procedimiento para la transformación de aceite de soya usado con etanol, con una modificación en la etapa de separación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Martínez, J. Conversión de aceites vegetales usados en biodiesel utilizando metanol: Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría; 2013.
2. Sánchez, L. Conversión de aceites vegetales usados en biodiesel utilizando etanol: Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría; 2013.
3. Valdés, L. Estudio de la influencia de diferentes aceites comestibles residuales en la obtención de biodiesel.: Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría; 2013.
4. Abreu, A.M.; Ruiz, S.; Cardenas, M. Obtención de biodiesel a partir de aceites vegetales usados. ION. 2006; vol. 19 (No 1).
5. Abril, GCJ.; Cabrales N. Biodiesel a partir de bioetanol y aceite de palma. Estudio tecnoeconómico. Dyna. 2010(164):264-73.
6. Cruz, Y. Diseño de un reactor para la obtención de un biocombustible a partir de aceite usado.: Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría; 2013.

7. Sarracent, A. Estudio de la transformación del aceite de soya usado en ésteres etílicos: Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría; 2014.
8. Pagés, E. Diseño de un dispositivo para la determinación de los compuestos polares presentes en aceites vegetales usados: Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría; 2014.
9. NC-ISO 660. Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del índice de acidez y de la acidez. Cuba, 2001
10. Analíticos en la alimentaria. Métodos oficiales de análisis: aceites y grasas. Cons. 2015: <http://www.usc.es/caa/MetAnálisisStgo1/aceites.pdf>
11. Encinar, J.; Gonzalez, J.; Rodriguez, J.; Tejedor, A. Biodiesel Fuels from Vegetable Oils: Transesterification of *Cynara cardunculus* L. Oils with Ethanol. *Energy & Fuels*. 2002;16(2):443-50.
12. Rojas, A.F.; Gallego, E.; Torres, H.G. Variables de operación en el proceso de transesterificación de aceites vegetales: una revisión - catálisis química. *Ingeniería e Investigación*. 2009;vol. 29(No 3):p. 17-22.
13. Dalla, B.O.; Pisarello, M.L. Procesos de producción de biodiesel: uso de materias primas alternativas y de alta acidez: Instituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica (INCAPE), Universidad Nacional del Litoral.
14. Encinar, J.M.; González, J.F.; Rodríguez-Reinares, A. Biodiesel from used frying oil. Variables affecting the yields and characteristics of the biodiesel. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 2005;44(15):5491-9.
15. Cifuentes, M.F. "Obtención de biodiesel a partir de aceite usado de cocina por transesterificación en dos etapas, con dos tipos de alcoholes" [Tesis de Maestría]. Santa Fé de Bogotá, Colombia: Universidad Libre de Santa Fé de Bogotá; 2010.
16. Gashaw, A.; Teshita, A. Production of biodiesel from waste cooking oil and factors affecting its formation: a review. *Bule Hora, Ethiopia: Bule Hora University*; 2014.
17. Vieitez, I. Transesterificación en alcoholes supercríticos como alternativa para la producción de biodiesel: Universidad de la República, Uruguay; 2010.
18. Zuleta, B.J.; Díaz, L.; Bastidas, M. Obtención de biodiesel por transesterificación de aceite crudo de palma africana (*Elais quineensis*) con etanol. *Revista Energética*. 2007(No. 38):47-53.
19. Kucek, K.; Wilhem, H.; Ramos, L. Ethanolysis of Refined Soybean Oil Assisted by Sodium and Potassium Hydroxides. *J Amer Oil Chem Soc*. 2007;84:385-92.
20. Aceites de fritura. Artículo aparecido en la revista Alimentación, equipos y tecnología. Cons. 2015 <https://es.scribd.com/document/97026825/Aceites-de-Frituta-PDF>
21. Martínez, O.M.; Suárez, O. Producción de ésteres etílicos a partir de aceite de palma RBD. *Ingeniería e Investigación (SciELO)*. 2007;27(2).
22. Torossi, F.D. Reacciones en contexto: la transesterificación en la producción de biodiesel a partir de aceites de fritura usados. Argentina: Universidad de Entre Ríos; 2006.
23. Hamelinck, C.; Scober, S. Fatty acid ethyl esters. Final report for Lot 3a of the Bioscopes. 2007.
24. Cedeño, F.O.; Prieto, M.M. Estudio de la densidad y de la viscosidad de algunos ácidos grasos puros. *Grasas y aceites*. 1999;50(5):359 - 68.
25. Encinar, J.M.; González, J.; Rodríguez-Reinares, A. Ethanolysis of used frying oil. Biodiesel preparation and characterization. *Fuel Processing Technology*. 2007;88(5):513-22.
26. Refaat, A.A. Different techniques for the production of biodiesel from waste vegetable oil Department of Chemical Engineerin, Faculty of Engineering. 2010.
27. Freedman, B.; Pryde, E.; Mounts, T. Variables affecting the yields of fatty esters from transesterified vegetable oils. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 1984;61(10):1638-43.
28. Meher, L.; Dharmagadda, V.S.; Naik, S. Optimization of alkali-catalyzed transesterification of *Pongamia pinnata* oil for production of biodiesel. *Bioresource technology*. 2006;97(12):1392-7.
29. Arrieta, A.R.A.; Garrido, J.A.P.; Castellanos, F.J.S. Transesterificación del aceite de palma con metanol por catálisis heterogénea. *Ingeniería e Investigación*. 2005;25(2):71-7.
30. Biocombustibles para su uso en motores Diesel.(2014) ISBN:978-959-234-095-4 I, https://www.researchgate.net/profile/Ramon_P/publication/281827163_Biocombustibles_para_motores_diesel/