

Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite crudo de la palma africana *Elaeis guineensis*

Alonso Calderón Alejandro Isaías Augusto¹, Monterrosas Santamaría Mariana¹, Arroyo Tapia José Raúl², Chávez Bravo Edith³, Villegas Rosas María Lioba Osnelda³, Carranza Téllez Vladimir³

Fecha de recepción: 6 octubre 2012 – Fecha de aprobación: 13 agosto 2013

RESUMEN

Una alternativa sustentable para el ambiente es el uso de biodiesel, combustible elaborado a partir de cultivos oleaginosos, aceites vegetales reciclados y grasas. En esta investigación se trabajó con el fruto de la palma africana *Elaeis guineensis*, se extrajo el aceite y se caracterizó fisicoquímicamente obteniendo un rendimiento de aceite para la pulpa de 51.91%, porcentaje de ácidos grasos libres de 27.48%, índice de yodo de 52.29 cgI_2/g , valor de peróxidos de 31.3 meq/kg , densidad de 0.9031 g/cm^3 e índice de refracción de 1.4541. En el biodiesel el porcentaje de ácidos grasos fue de 3.8%, índice de yodo de 90.03 cgI_2/g , el valor de peróxido de 6.46 meq/kg , el de la densidad de 0.8603 g/cm^3 , y el índice de refracción fue de 1.4588. La caracterización espectroscópica por FTIR para biodiesel evidenció la banda de vibración a 1743.29 cm^{-1} , características de ésteres metílicos de ácidos grasos. La espectrometría de masas mostró una señal m/z de 270, correspondiente al ion molecular del éster ($\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2^+$), obtenido a partir del ácido graso palmítico, el cual presentó una señal correspondiente al ión molecular ($\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2^+$) en m/z 256.

Palabras clave: Palma, biodiesel, caracterización, esterificación, aceite.

Obtaining and characterization of biodiesel from crude palm oil *Elaeis guineensis*

ABSTRACT

An environmentally sustainable alternative is the use of biodiesel, fuel made from oil crops, recycled vegetable oils and fats. This research was focused on the fruit of the palm *Elaeis guineensis*. The oil was extracted and characterized physicochemically having a pulp oil yield of 51.91%, free fatty acid of 27.48%, iodine value of 52.29 cgI_2/g , value peroxide of 31.3 meq/kg , density of 0.9031 g/cm^3 and refractive index of 1.4541. In the biodiesel fatty acid was 3.8%, iodine value of 90.03 cgI_2/g , the peroxide value of 6.46 meq/kg , the density of 0.8603 g/cm^3 , and the refractive index was 1.4588. FTIR spectroscopic characterization for biodiesel evidenced by the vibration band at 1743.29 cm^{-1} , characteristics of fatty acid methyl esters. Mass spectrometry showed a signal m/z of 270, corresponding to the molecular ion ($\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2^+$), obtained from palmitic fatty acid, which presents a signal corresponding to the molecular ion ($\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2^+$) at m/z 256.

Key words: Palm, biodiesel, characterization, esterification, oil.

¹Facultad de Ingeniería Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Teléfono: 2295500 ext. 7291, correo electrónico: agosto96mx@hotmail.com.

²Universidad Politécnica de Puebla.

³Instituto de Ciencias de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

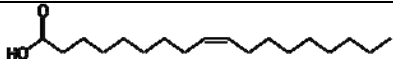
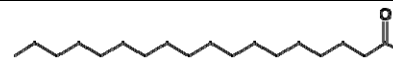

Nota: El período de discusión está abierto hasta el 1° de marzo de 2014. Este artículo de investigación es parte de **Ingeniería–Revista Académica de la Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Yucatán**, Vol. 17, No. 2, 2013, ISSN 1665-529-X.

INTRODUCCIÓN

El biodiesel es un combustible elaborado a partir de cultivos oleaginosos, aceites vegetales reciclados y grasas. Se ha propuesto como una posible alternativa sustentable y apropiada a los combustibles derivados del petróleo. La *American Society for Testing and Materials* (ASTM), define al biodiesel como “éster monoalquílico de cadena larga de ácidos grasos derivados de recursos renovables, como ejemplo de aceites vegetales o grasas animales para utilizarlos en motores diesel” (Knudsen 2001).

En la reacción química que ocurre durante el proceso de síntesis de biodiesel el aceite reacciona con un alcohol de cadena corta en presencia de un catalizador (Figura 1), al finalizar este proceso se obtienen glicerina y biodiesel. El catalizador generalmente usado es el hidróxido de potasio o de sodio, previamente mezclado con alcohol metílico (Canakci y Van Gerper 2001). En la Figura 1, las letras R¹, R², R³ indican las cadenas de ácidos grasos asociados con el aceite (Tabla 1), que normalmente se encuentran en estado natural en aceites y grasas

Tabla 1. Cadenas de ácidos grasos asociados al aceite.

Ácido oleico	
Ácido esteárico	
Ácido palmítico	

La reacción de transesterificación es afectada por diferentes factores, como la calidad del aceite, presencia de ácidos grasos libres, tipo de catálisis, temperatura, tiempo de reacción y relación molar. El contenido de ácidos grasos libres y humedad son parámetros fundamentales que determinan la viabilidad del proceso de transesterificación, su presencia determina la vía catalítica de síntesis.

Para una catálisis básica es necesario una presencia menor del 3% AGL (ácidos grasos libres), la alta acidez del aceite influye en una baja conversión (Dorado et al. 2004). Aceites con más del 5% de AGL no pueden ser transesterificados por catálisis alcalina debido a la formación de jabones los que inhiben la separación del biodiesel de la glicerina y además forman emulsiones

durante el lavado (Van Gerpern 2005). En estos casos se requiere realizar previamente la esterificación de Fisher que convierte de una manera directa a los ácidos carboxílicos y a los alcoholes en ésteres por medio de una sustitución nucleofílica sobre el grupo acilo catalizada por ácido. La reacción neta reemplaza al grupo -OH del ácido por el grupo -OR del alcohol (Figura 2).

La temperatura y el tiempo de reacción son otros factores que afectan la reacción de transesterificación. La velocidad de conversión se incrementa con el tiempo de reacción (Freedman et al. 1984), al cabo de un minuto obtienen aproximadamente un 80% de diferentes aceites y una hora después se incrementan los rendimientos, alcanzando entre 93% y 97%. La transesterificación puede transcurrir a diferentes temperaturas dependiendo del tipo de aceite que se emplee. Los mejores resultados se han obtenido a 50°C con una relación molar alcohol-aceite 9:1 y 1,0% en peso de NaOH con un tiempo de 90 minutos (Tomasevic y Marinkovic 2003; Xiangmei 2009).

Son varios los métodos analíticos desarrollados para el análisis de mezclas que contienen ésteres de ácidos grasos, monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos, obtenidos por la reacción de transesterificación de aceites vegetales o grasas animales por ejemplo la presencia del ácido graso metil éster, FAME por sus siglas en inglés, a una banda de absorción de 1743.29 cm⁻¹ en FTIR *Spectrum One PerkinElmer* (Figura 3).

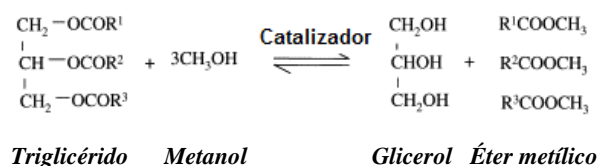


Figura 1. Reacción de transesterificación.

La calidad final del biodiesel está en función de la cantidad de los componentes minoritarios por lo que se hace necesario establecer regulaciones para este biocombustible. Por esta razón, existen normas en Europa y EEUU como la D6751, establecida por la *American Society for Testing and Materials* (ASTM). De igual manera en Alemania existen las normas DIN que le dan la importancia a los contaminantes. Mientras que en

Argentina se cuenta con las especificaciones de la Secretaría de Energía y Minería de la Nación Argentina (Rabinovich 2006). Desde 1997 el biodiesel en Austria, Francia, Alemania, Italia, Irlanda, Noruega, Suecia, Polonia, Eslovaquia y la República Checa cuentan con deducciones de impuestos. En Canadá, la Acta de Combustibles Alternativos exige que el 50% de todos los vehículos comprados por el gobierno sean aptos para el uso de biodiesel (Tickell 2000).

El aceite de palma representa una alternativa con perspectivas para el futuro debido a que este cultivo produce hasta 5000 kg/aceite/Ha/año, un mayor rendimiento que el proporcionado por la mayoría de los otros cultivos oleaginosos

(Mittelbach y Renschmidl 2004). Con base en cifras del Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera (SIAP), en 2009 la superficie sembrada en México fue de 36 mil 189 hectáreas y la superficie cosechada produjo 367 mil toneladas de racimos frescos. El precio medio rural por tonelada de racimo fue de 64.15 dólares. El rendimiento promedio de racimos fue de 13 toneladas por hectárea. El Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias, (INIFAP) informa que existe en el país alrededor de 2,5 millones de hectáreas con buen potencial para su cultivo, localizadas en los estados de Chiapas, Campeche, Guerrero, Michoacán, Oaxaca, Quintana Roo, Tabasco y Veracruz.

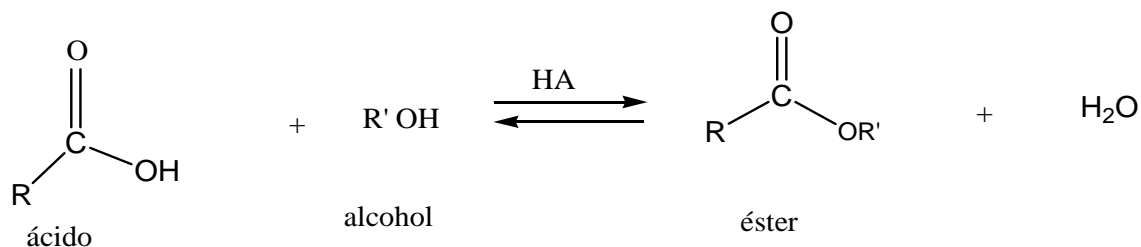


Figura 2. Reacción de Esterificación de Fisher.

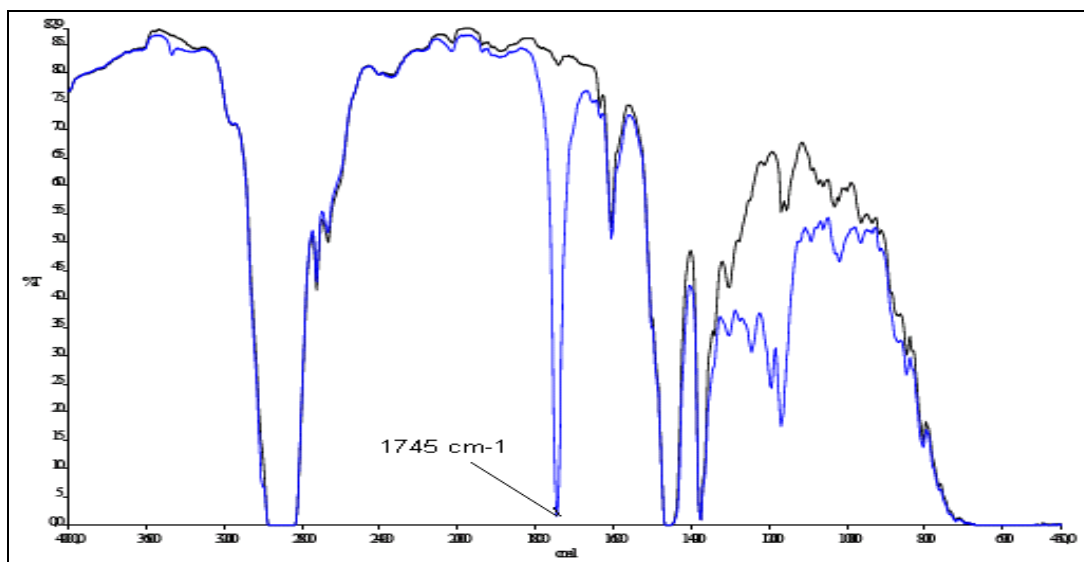


Figura 3. Banda de vibración del ácido graso metil éster. Se observa de negro el espectro del gasoil y en azul el espectro de una muestra de gasoil con un 10% de biodiesel. Se puede observar claramente la aparición de la banda éster a 1745 cm^{-1} como indicador de la presencia FAME en gasoil.

METODOLOGÍA

La materia prima del fruto de palma africana *Elaeis guineensis*, se recolectó en el municipio de Emiliano Zapata, en el estado de Tabasco, México. Se separó la pulpa (mesocarpio), de la almendra, ésta se procesó en una licuadora para obtener trozos de pulpa más pequeños, a continuación se pesaron 60 gramos de pulpa de palma africana, y se realizó una extracción tipo Soxhlet por 4 h a 80°C utilizando hexano como solvente, el cual fue separado utilizando un rotavapor controlando la temperatura a 60°C durante 40 minutos y mediante una bomba de vacío se eliminaron las trazas de hexano. Al aceite obtenido se le determinó el porcentaje de ácidos grasos libres (Método oficial Ca 5a-40, AOCS 200), índice de yodo (Método oficial Cd 1-25, AOCS 2006), índice de peróxidos (Método oficial Cd 8-53, AOCS 2006), índice de refracción (equipo Reichent, modelo Arias 500) y densidad (método picnométrico).

Para la síntesis del biodiesel se colocaron 200 ml de aceite de palma africana en un reactor *batch*, de tres bocas marca SEV (1L), con motor para agitación automática, controlando la temperatura a 35°C; para asegurar que la consistencia sólida en la muestra de aceite sea homogénea. A continuación se añadieron 24 ml de metanol, y se agitó por cinco minutos, hasta que la muestra presentó un aspecto turbio, posteriormente se añadieron 2 ml de H₂SO₄ (95%) como catalizador, se mezcló lentamente, manteniendo la temperatura, y la velocidad de agitación a 100 rpm por 2 h.

El metóxido, se preparó mezclando 0,62 g de NaOH, con 24 ml de metanol, se dejó reposar por 8 h. Para la reacción de transesterificación se añadieron 12 ml de metóxido y se agitó por cinco minutos. Posteriormente la mezcla se calentó hasta 55°C y se mantuvo la temperatura por 2 h a 50 rpm. Se midió el pH del biodiesel, posteriormente se lavó con agua desionizada 1:3 (agua-biodiesel) y finalmente se centrifugó a 4500 rpm, por 15 minutos, para separar el biodiesel, el agua, y la glicerina.

La caracterización del biodiesel se realizó mediante la técnica analítica FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) usando un equipo marca PerkinElmer y por la técnica instrumental de EM (Espectrometría de Masas) utilizando un espectrómetro marca JEOL, modelo

MStation JMS-700, mediante el modo de ionización de impacto electrónico (IE) con inserción directa a una temperatura de 250°C en la fuente de ionización. También se realizaron análisis fisicoquímicos tales como: porcentaje de ácidos grasos libres (Método oficial H 12-52 y Ca 5a-40, AOCS 200), índice de yodo (Método oficial Cd 8-53, AOCS 2006), índice de peróxidos (Método oficial Cd 1-25, AOCS 2006), índice de refracción (equipo Reichent, modelo Arias 500) y densidad (método picnométrico).

RESULTADOS Y DISCUSION

El método de extracción utilizado permitió obtener un rendimiento de aceite para la pulpa (mesocarpio) de 51,918%. La prueba del porcentaje de ácidos grasos libres fue determinante para tomar la decisión de realizar, una esterificación de Fisher, debido a que el valor obtenido fue de 27,48% de AGL (Metodología AOCS H-12-52 y Ca 5-40). El valor de yodo fue de 52.29 cg/g (Cd- 25 AOCS, 2006) lo que nos indica un grado de insaturación mínima, el de peróxidos fue de 31.3 meq/kg (Cd- 8-53 2006) indicando una alta oxidación como resultado de la extracción y evaporación. La densidad a 25°C fue de 0,9031 g/cm³ y el índice de refracción de 1,4541. El espectro de FTIR del aceite de palma africana muestra bandas de vibración de C-H sp³ a 2915 cm⁻¹, en 1706 cm⁻¹ el grupo C=O característico de un ácido carboxílico saturado (Hesse 1999) tomando en cuenta que la pulpa está constituida de ácidos grasos saturados de un 40-48%, principalmente palmítico (Figura 4).

La caracterización por espectrometría de masas evidenció la presencia del ácido palmítico al observar una señal a un valor de m/z 256 (Figura 5), correspondiente al ion molecular C₁₆ H₃₂ O₂⁺ (M⁺).

La espectrometría de masas de biodiesel mostró una señal m/z de 270, correspondiente al ion molecular del éster (C₁₇H₃₄O₂⁺) derivado del ácido palmítico (Figura 6).

La espectroscopia de FTIR del biodiesel evidenció la banda de vibración de estiramiento de C=O a 1743,29 cm⁻¹ característica de ésteres metílicos de ácidos grasos (Figura 7).

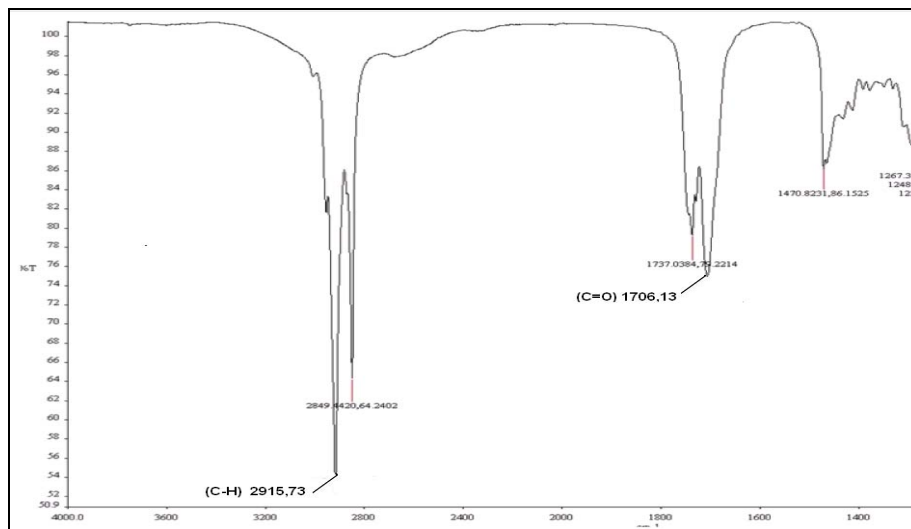


Figura 4. Espectro FTIR del aceite de palma africana (pulpa).

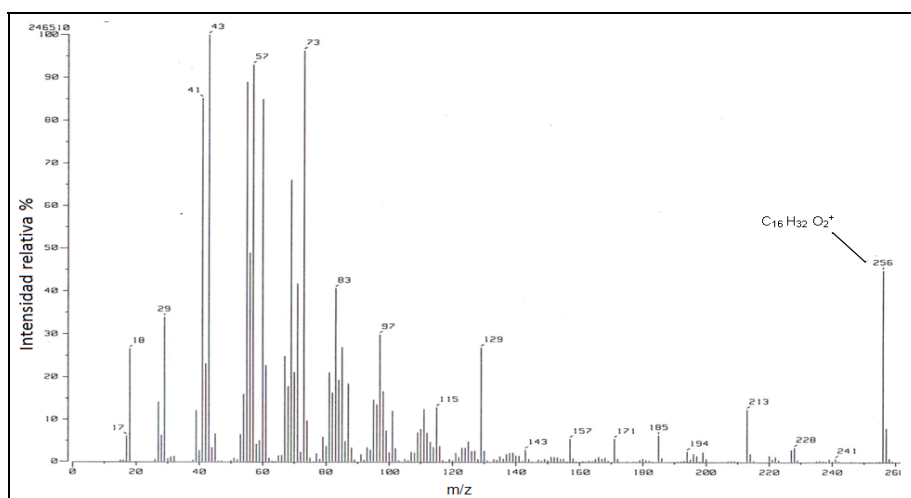


Figura 5. Espectro de masas por EI⁺ (Impacto Electrónico positivo) del aceite de palma africana (pulpa).

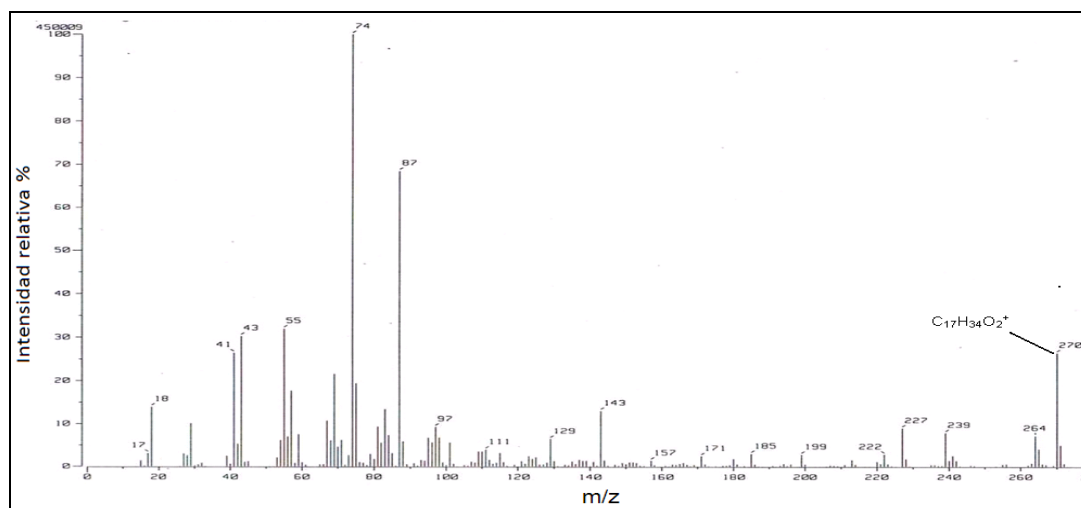


Figura 6. Espectro de masas obtenido por EI⁺ de biodiesel.

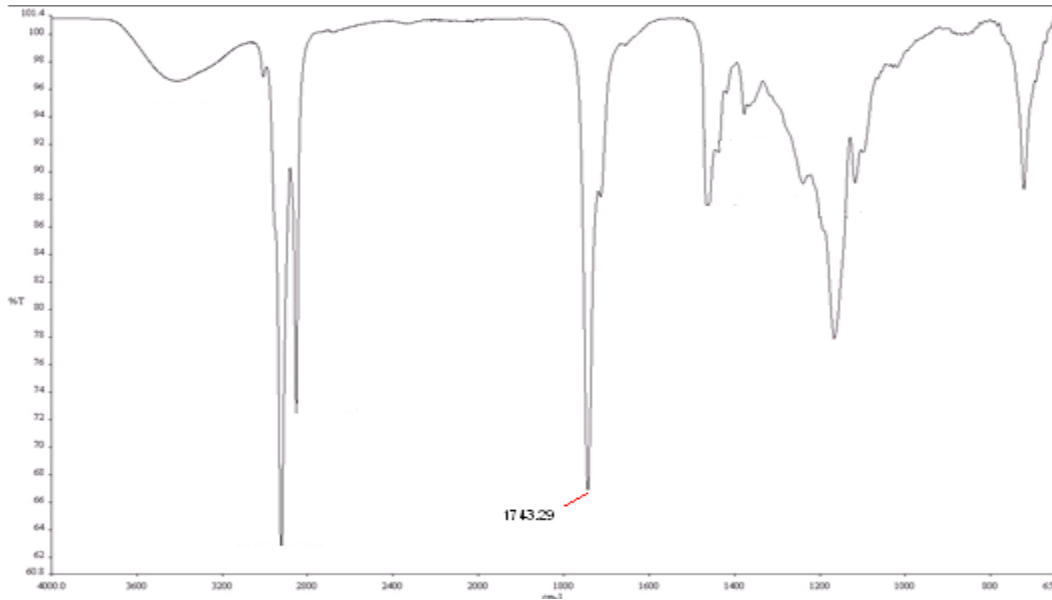


Figura 7. Espectro de FTIR del biodiesel. El grupo éster se encuentra a los 1743.29 cm^{-1} .

Con respecto a las propiedades fisicoquímicas del biodiesel, el % AGL disminuyó de un valor para aceite de 21.48% a 3.8% después de la reacción de esterificación-transesterificación, y demostró la posibilidad de elaborar biodiesel con aceites vegetales o usados con alto %AGL. Los lavados permitieron eliminar el exceso de H_2SO_4 y estabilizar a un pH neutro. El valor de yodo del biodiesel fue de 90.03 cg de I_2/g , el cual se encuentra dentro de las especificaciones, de acuerdo a la norma europea EN14214 2003, un valor mayor puede oxidar al biodiesel. El valor de peróxido en el biodiesel fue de 6.46 meq/kg, disminuyendo con respecto al que tenía como aceite (31.3 meq/Kg). El valor de la densidad fue de 0.8603 g/cm^3 , el cual está dentro de los parámetros establecidos por la norma EN 14214 2003.

REFERENCIAS

American Society for Testing and Materials (ASTM). Recuperado de <http://www.astm.org/>

Avellaneda F.A. (2010). “Producción y Caracterización de Biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso Batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal”. Tesis Doctoral. *Universitat Rovira I Virgili*, 7 y 157.

Canakci M., Van Gerpen J. (2001). Biodiesel production from oils and fats with high free fatty acid. “Transactions of the ASAE”, 44 (6), 1429-1436.

Se encuentra reportado que la preesterificación acida reduce significativamente la concentración de ácidos grasos libres transformándolos en metil éster, obteniendo valores para biodiesel de: índice de acidez 0.15 mgKOH/g de aceite, índice de yodo 51.7 g de $\text{I}_2/100 \text{ g}$ de biodiesel y una densidad de 0.877 g/cm^3 (Avellaneda 2010).

CONCLUSIONES

Uno de los problemas para la síntesis de biodiesel es el alto porcentaje de ácidos grasos libres que se llega a obtener por los métodos de extracción utilizados como en este caso del aceite del fruto de la palma africana. Los métodos empleados de esterificación de Fisher-transesterificación, nos permitió sintetizar, caracterizar y disminuir el porcentaje de ácidos grasos libres en el biodiesel.

Dorado M. P., Ballesteros E., Francisco J., Mittelbach, M. (2004). Optimization of alkali catalyzed. "Energy & fuels", 18(1), 77-83.

Freedman B., Pryde E. H., Mounts T.L. (1984). Variables affecting the yield of fatty esters from transesterified vegetable oils. "Journal of the American Oil Chemists' Society" 61(10), 1638-1643.

Hesse M., Meier H., Zeeh, B. (1999). "Métodos Espectroscópicos en Química Orgánica", 2^{da} Ed., Síntesis, España.

Knudsen, M. (2001). Experiencias de utilización del biodiesel en la producción agropecuaria. Jornada de Biodiesel. Bolsa de Cereales. Buenos Aires, 15.

Método oficial AOCS (2006). "Free Fatty Acids" Ca 5a-40. Urbana, IL USA.

Método oficial AOCS (2006). "Iodine Value (Wijs)" Cd 1-25. Urbana, IL USA.

Método oficial AOCS (2006). "Peroxide Value, Acetic Acid-Chloroform Method" Cd 8-53. Urbana, IL USA.

Mittelbach M., Remschmidl, C. (2004). "Biodiesel-The comprehensive handbook". 1st ed. Graz: Mittelbach, M.

Norma europea EN 14214 de 2003.

SAGARPA (2013) Producción de Biodiesel a partir de palma de aceite o palma africana. Recuperado de <http://www.bioenergeticos.gob.mx/index.php/biodiesel/producción>

Rabinovich G. (2006). "Régimen Nacional Biocombustibles-Biodiesel". Instituto Argentino de la Energía. Gral. Mosconi. 1-17.

Tickell J. (2000). "From the Fryer to the Fuel Tank: The complete guide to using vegetable oil as an alternative", Third Edition., Joshua Tickell Publications.

Este documento debe citarse como: Alonso Calderón A.I.A., Monterrosas Santamaría M., Arroyo Tapia J.R., Chávez Bravo E., Villegas Rosas M.L.O., Carranza Téllez V. (2013). **Obtención y caracterización de biodiesel obtenido a partir de aceite crudo de la palma africana *Elaeis guineensis***. Ingeniería, Revista Académica de la FI-UADY, 17-2, pp 103-109, ISSN 1665-529-X.