



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**“OBTENCIÓN DE BIODIÉSEL POR TRANSESTERIFICACIÓN
MEDIANTE EL USO DE UN CATALIZADOR KOH/ZEOLITA”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA:

CARLA GABRIELA ACURIO PRUNA

Riobamba – Ecuador

2023



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**“OBTENCIÓN DE BIODIÉSEL POR TRANSESTERIFICACIÓN
MEDIANTE EL USO DE UN CATALIZADOR KOH/ZEOLITA”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA: CARLA GABRIELA ACURIO PRUNA

DIRECTOR: ING. PAUL GUSTAVO PALMAY PAREDES

Riobamba – Ecuador

2023

© 2023, Carla Gabriela Acurio Pruna

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Carla Gabriela Acurio Pruna, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 18 de Agosto del 2023

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Carla Gabriela Acurio Pruna', enclosed within a hand-drawn oval shape.

Carla Gabriela Acurio Pruna

0504840026

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **“OBTENCIÓN DE BIODIÉSEL POR TRANSESTERIFICACIÓN MEDIANTE EL USO DE UN CATALIZADOR KOH/ZEOLITA”**, realizado por la señorita: **CARLA GABRIELA ACURIO PRUNA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

FIRMA

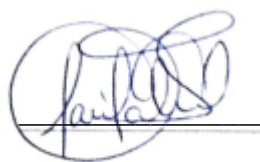
FECHA

Ing. Mónica Lilian Andrade Avalos
PRESIDENTE DEL TRIBUNAL



2023-08-18

Ing. Paul Gustavo Palmay Paredes
DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR



2023-08-18

Dr. Jorge Efren Silva Yumi
ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR



2023-08-18

DEDICATORIA

A mi madre, una mujer ejemplar quien me ha brindado su apoyo a lo largo de mis años de estudio y quien me ha formado con valores y buenos principios siempre.

A mi abuelita Luz María, una mujer maravillosa y de quien aprendí mucho en mi vida.

Gabriela

AGRADECIMIENTO

A mi madre Rosa por su amor incondicional cada día de mi vida y por su apoyo constante a lo largo de mis años de estudio.

A mi abuelita Luz María, quien me brindó siempre mucho amor y ternura.

A mis amigos quienes me apoyaron y brindaron felicidad cada día de clases.

A mi director de tesis Ing. Paul Palmay y a mi asesor el Dr. Jorge Silva por su dirección, confianza y apoyo a lo largo de la realización de este trabajo de investigación.

A la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo por permitirme realizar y concluir mis estudios de ingeniería química.

Gabriela

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xii
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY / ABSTRACT.....	¡Error! Marcador no definido.
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE LA INVESTIGACIÓN.....	2
1.1 Planteamiento del problema.....	2
1.2 Limitaciones y delimitaciones.....	2
1.2.1 Limitaciones.....	2
1.2.2 Delimitaciones.....	3
1.3 Problema general de la investigación.....	3
1.4 Problemas específicos de la investigación.....	3
1.5 Objetivos.....	3
1.5.1 Objetivo general.....	3
1.5.2 Objetivos específicos.....	4
1.6 Justificación.....	4
1.6.1 Justificación teórica.....	4
1.6.2 Justificación práctica.....	5
1.6.3 Justificación metodológica.....	5
1.7 Hipótesis.....	5
1.7.1 Hipótesis general.....	5
1.7.2 Hipótesis específicas.....	5

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	7
2.1 Antecedentes de la investigación.....	7
2.2 Referencias teóricas.....	8
2.2.1 Aluminosilicatos.....	8

2.2.2	<i>Zeolitas</i>	8
2.2.3	<i>Propiedades características de las zeolitas</i>	10
2.2.4	<i>Clasificación de las zeolitas según su origen</i>	12
2.2.5	<i>Clasificación de las zeolitas según el tamaño de poro</i>	12
2.2.6	<i>Síntesis de zeolitas</i>	13
2.2.7	<i>Zeolita ZSM-5</i>	13
2.2.8	<i>Métodos de caracterización de zeolitas</i>	14
2.2.9	<i>Aplicaciones de las zeolitas</i>	15
2.2.10	<i>Biodiésel</i>	16
2.2.11	<i>Catálisis</i>	19

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	21
3.1	Enfoque de la investigación	21
3.2	Nivel de investigación	21
3.3	Diseño de la investigación	21
3.3.1	<i>Según la manipulación de la variable independiente</i>	21
3.3.2	<i>Según las intervenciones en el trabajo de campo</i>	22
3.4	Tipo de estudio	22
3.5	Población y planificación, selección y cálculo del tamaño de muestra	23
3.6	Métodos, técnicas e instrumentos de investigación	23
3.6.1	<i>Método de obtención del catalizador KOH/zeolita ZSM-5</i>	23
3.6.2	<i>Métodos de caracterización de la zeolita</i>	25
3.6.3	<i>Obtención de biodiésel</i>	25
3.6.4	<i>Métodos para pruebas fisicoquímicas del biodiésel</i>	26
3.6.4.1	<i>Análisis FAME</i>	26
3.6.4.2	<i>Viscosidad</i>	27
3.6.4.2	<i>Densidad</i>	27

CAPÍTULO IV

4.	ANÁLISIS DE RESULTADOS	28
4.1.1	Resultados del análisis por espectrofotometría infrarroja (IR)	28
4.1.2	Zeolita impregnada	29

4.1.3	<i>Caracterización del biodiésel</i>	30
4.2	Resultados del análisis de la zeolita impregnada por difracción de rayos X	31
4.3	<i>Resultados de los análisis fisicoquímicos del biodiésel</i>	32
4.3.1	<i>Cálculo de viscosidad y valor de densidad</i>	32
4.3.2	<i>Análisis de los valores de densidad y viscosidad obtenidos</i>	32
4.4	Rendimiento de la obtención de biodiésel	32
4.4.1	<i>Cálculo del rendimiento</i>	32
4.4.2	<i>Cálculo de la media</i>	33
4.4.3	<i>Cálculo de la desviación estándar</i>	34
4.4.4	<i>Análisis del rendimiento obtenido</i>	35
4.4.5	<i>Resultados del análisis FAME</i>	35
	CONCLUSIONES	36
	RECOMENDACIONES	37
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-2: Clasificación de zeolitas según tamaño de poro.....	12
Tabla 2-2: Propiedades del diésel y biodiésel según normativa ASTM.....	17
Tabla 1-4: Resultados de análisis IR de la zeolita ZSM-5.....	30
Tabla 2-4: Resultados de análisis IR de la zeolita impregnada.....	31
Tabla 3-4: Resultados de análisis IR del biodiésel	32

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1-2: Tetraedro de silicio y oxígeno.....	9
Ilustración 2-2: Agrupación de anillos-6.....	10
Ilustración 3-2: Unidad sodalita o jaula β	10
Ilustración 4-2: Formación de la estructura de la zeolita ZSM-5.....	13
Ilustración 5-2: Estructura de la zeolita ZSM-5 desde la perspectiva [010].....	14
Ilustración 6-2: Diagrama de flujo de la producción de biodiésel.....	18
Ilustración 7-2: Transesterificación de un triglicérido con un alcohol.....	19
Ilustración 8-2: Actuación de un catalizador.....	19
Ilustración 1-3: Diagrama del proceso de obtención del catalizador.....	24
Ilustración 2-3: Diagrama del proceso de obtención de biodiésel.....	26
Ilustración 1-4: Gráfico resultado del análisis IR de la zeolita previa a la impregnación.....	30
Ilustración 2-4: Gráfico resultado del análisis IR de la zeolita impregnada.....	31
Ilustración 3-4: Gráfico resultado del análisis IR del biodiésel.....	32
Ilustración 4-4: Difractograma de zeolita ZSM-5.....	33

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: PASTA

ANEXO B: PORTADA

ANEXO C: DERECHO DE AUTOR (COPYRIGHT)

ANEXO D: ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO DEL BIODIÉSEL

RESUMEN

La presente investigación tuvo como objetivo principal la obtención de biodiésel por transesterificación mediante el uso del catalizador KOH/zeolita. La investigación fue dividida en dos etapas: la primera consistió en la obtención del catalizador y la segunda en la obtención de biodiésel. La zeolita elegida para la base del catalizador fue ZSM-5 debido a sus amplias aplicaciones en procesos industriales de catálisis. Para la primera etapa, la zeolita fue impregnada con una solución de KOH y agua, en la cual se realizó un intercambio catiónico a través de agitación en rotavapor a 50 °C. Se filtró la zeolita, se sometió a lavado y calcinación a 450 °C. Se realizó la caracterización fisicoquímica de la zeolita impregnada con KOH a través de análisis por espectroscopía infrarroja, mediante el cual se identificaron enlaces propios de la zeolita y difracción de rayos X que permitió evidenciar la impregnación con la expansión de la estructura cristalina. Para la segunda etapa de obtención de biodiésel se utilizó aceite vegetal de palma y metanol para la reacción de transesterificación, que duró 4 horas y tuvo lugar gracias a la agitación y mezcla del aceite, metanol y catalizador a 60 °C y 500 rpm. Finalmente se obtuvieron dos fases: biodiésel y glicerina. Los parámetros que caracterizaron el biodiésel fueron: viscosidad de 4,88 m^2/s , densidad de 860 Kg/m^3 y análisis de Ésteres Metílicos de Ácidos Grasos que permitió demostrar la presencia del 92,55% de ésteres en su composición. El rendimiento obtenido fue del 83,89% y se calculó en base a la relación entre kilogramos de biodiésel obtenido y kilogramos de aceite de palma empleados. Se recomienda ensayar con otros tipos de aceites y grasas para analizar cómo afecta el rendimiento la naturaleza del aceite utilizado y utilizar otras sustancias como: compuestos metálicos y ácidos para la obtención del catalizador.

Palabras clave: < METANOL >, < CATALIZADOR >, < ZEOLITA ZSM-5 >, < TRANSESTERIFICACIÓN >, < RENDIMIENTO DEL BIODIESEL >.

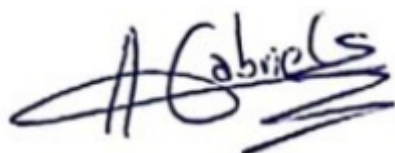
0398-DBRA-UPT-2024



ABSTRACT

The purpose of this research was to obtain biodiesel by transesterification using the KOH/zeolite catalyst. The research was divided into two stages: the first consisted in obtaining the catalyst and the second in obtaining biodiesel. The zeolite chosen for the catalyst base was ZSM-5 due to its wide applications in industrial catalysis processes. For the first stage, the zeolite was impregnated with a solution of KOH and water, in which a cation exchange was carried out through agitation in rotary evaporator at 50 °C. The zeolite was filtered, washed, and calcined at 450 °C. The physicochemical characterization of the zeolite impregnated with KOH was carried out through infrared spectroscopy analysis, through which the zeolite's own bonds were identified, and X-ray diffraction, which allowed evidencing the impregnation with the expansion of the crystalline structure. For the second stage of obtaining biodiesel, palm vegetable oil and methanol were used for the transesterification reaction, which lasted 4 hours and took place thanks to the agitation and mixing of the oil, methanol, and catalyst at 60 °C and 500 rpm. Finally, two phases were obtained: biodiesel and glycerin. The parameters that characterized the biodiesel were: viscosity of 4.88 m²/s, density of 860 Kg/m³ and analysis of Fatty Acid Methyl Esters, which showed the presence of 92.55% of esters in its composition. The yield obtained was 83.89% and was calculated based on the ratio between kilograms of biodiesel obtained and kilograms of palm oil used. It is recommended to test with other types of oils and fats to analyze how the nature of the oil used affects the yield and to use other substances such as: metallic compounds and acids to obtain the catalyst.

Key words: < METHANOL>, < CATALYZER>, < ZEOLITE ZSM-5>, < TRANSESTERIFICATION>, < BIODIESEL PERFORMANCE>.



Abg. Ana Gabriela Reinoso.
Mgs.

Ced: 1103696132

INTRODUCCIÓN

La contaminación causada por el uso y quema de combustibles fósiles en las últimas décadas ha creado la necesidad de buscar fuentes alternativas para la obtención de combustibles. El calentamiento global es un problema real que se ha manifestado con fenómenos drásticos en la naturaleza a escala mundial y se ve contribuido por el uso indiscriminado de combustibles fósiles obtenidos de fuentes no renovables. Las investigaciones en las últimas décadas se han orientado al desarrollo de nuevos procesos para la producción de biocombustibles, los cuales se caracterizan por su respeto al medio ambiente representado por su alta capacidad de biodegradabilidad (Papiez et al. 2022, p. 5).

El biodiésel es un biocombustible que se obtiene mediante la reacción de transesterificación de los ésteres metílicos procedentes de aceites vegetales, grasas residuales o grasas animales, con un alcohol. La utilización de biodiésel como combustible ofrece ventajas ante los combustibles derivados del petróleo como: no poseer azufre en su composición química, índice de cetano más elevado que el del diésel, su quema no emite sustancias contaminantes, es biodegradable, su manipulación y almacenamiento no presenta riesgo para la seguridad de los operarios y su punto de ignición es mayor, sin embargo, su proceso de producción tiene menores valores de rendimiento (Rodríguez et. al., 2022, p.150).

Las zeolitas son minerales con una amplia gama de aplicaciones a escala industrial debido a que pueden ser utilizados como tamices a nivel molecular. Las primeras zeolitas sintéticas fueron obtenidas en el año de 1990 y desde entonces los estudios se han enfocado en la síntesis de estructuras zeolíticas, capaces de actuar como catalizadores en procesos de interés industrial como la producción de combustibles. La zeolita ZSM-5 es una de las más empleadas en la industria petroquímica, como catalizador debido a sus excelentes propiedades como: alta selectividad, sistema de micro poros bien definidos, alta estabilidad hidrotérmica y distribución uniforme de poros (Norman, 2021, p. 6).

El presente trabajo de investigación consiste en la obtención de biodiésel a través de transesterificación de aceite de palma y uso de catalizador KOH/zeolita ZSM-5 para lo cual fue necesario: determinar las propiedades físicas y cristalográficas de la zeolita por análisis de espectroscopía infrarroja y difracción de rayos x; establecer el método de impregnación para la obtención del catalizador, obtención de biodiésel; análisis de sus propiedades fisicoquímicas como densidad, viscosidad y análisis FAME (Ésteres Metílicos de Ácidos Grasos) por cromatografía gaseosa; y análisis estadístico del rendimiento del proceso.

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE LA INVESTIGACIÓN

1.1 Planteamiento del problema

La reducción de la emisión de gases de efecto invernadero es uno de los desafíos más importantes para los países del mundo entero porque el cambio climático es evidente y constituye un problema a escala mundial. El uso y quema de combustibles fósiles contribuye a la acumulación de gases en la atmósfera como dióxido de carbono, que impiden la salida del calor generado por la radiación solar, originando el denominado “efecto invernadero”. El calentamiento global ha producido desequilibrio en la naturaleza y consecuencias como: aumento del nivel del mar, derretimiento de glaciares, aumento de la frecuencia de sequías, variabilidad en la frecuencia de precipitaciones, generándose condiciones climáticas extremas en la Tierra. En respuesta a este problema, países del mundo entero han diseñado y elaborado políticas enfocadas a la mitigación del cambio climático mediante la imposición de impuestos al consumo de carbono, medidas que poseen impacto a nivel económico (Papiez et al., 2022, p.5).

Los fenómenos meteorológicos extremos presenciados en la Tierra durante las últimas décadas, llevan a la búsqueda de soluciones que permitan reducir la emisión de gases de efecto invernadero. En el Acuerdo de París de 2015, se establece que es necesario dejar sin explotar el 60% de las reservas de petróleo y gas y el 90% de las reservas de carbón. Este acuerdo se realizó para comprometer a los países industrializados a limitar el uso indiscriminado de combustibles fósiles y lograr que la temperatura media mundial no aumente más de 2 °C en esta década. Los países deben buscar alternativas que permitan reemplazar el uso de combustibles fósiles, una de ellas es el uso de biocombustibles que se caracterizan por su origen renovable y ofrecen un camino sostenible y sustentable para el desarrollo energético y económico de los países industrializados (Yan, 2021, p.5).

1.2 Limitaciones y delimitaciones

1.2.1 Limitaciones

Las limitaciones para el desarrollo de este proyecto de investigación estuvieron determinadas por el conjunto de análisis de laboratorio requeridos, los cuales tuvieron costos elevados y fueron indispensables para la determinación de las propiedades cristalográficas de la zeolita ZSM-5

utilizada como catalizadores y para la determinación de parámetros de calidad del biodiésel obtenido, como el análisis FAME por cromatografía gaseosa, para la identificación de los grupos funcionales característicos del biodiésel. Los análisis tuvieron que ser realizados en laboratorios de la ciudad de Quito, debido a que la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo no dispone de los equipos necesarios para los mismos.

1.2.2 Delimitaciones

La investigación realizada se limitó al tratamiento de zeolita ZSM-5 mediante su impregnación con KOH, que permitió su uso como catalizador en el proceso de obtención de biodiésel. Se analizaron las propiedades cristalográficas de la zeolita empleada en la investigación y las características del biodiésel obtenido, tales como: porcentaje de conversión FAME, calor de combustión y peso específico para su comparación con las normas ASTM D 6751.

1.3 Problema general de la investigación

¿Cuál es la influencia de la utilización de zeolita impregnada con KOH como catalizador en la obtención de biodiésel?

1.4 Problemas específicos de la investigación

¿La concentración de KOH empleada influye en la efectividad del catalizador obtenido?

¿El uso de zeolita ZSM-5 es una alternativa viable para la producción de biodiésel a partir de aceite vegetal?

¿El biodiésel obtenido cumple con las propiedades fisicoquímicas establecidas por la normativa ASTM D6751?

1.5 Objetivos

1.5.1 Objetivo general

Obtener un catalizador KOH /zeolita para la obtención de biodiésel.

1.5.2 Objetivos específicos

- Determinar las propiedades físicas y cristalográficas de la zeolita ZSM-5 mediante análisis IR y difracción de rayos X para la identificación de su estructura.
- Establecer el método de impregnación de KOH en el soporte de zeolitas ZSM-5 para la obtención del catalizador.
- Obtener biodiesel a partir del uso de catalizador KOH/zeolita ZSM-5 mediante reacción de transesterificación para la determinación de sus propiedades físicas y químicas y comparación con la normativa ASTM D6751.
- Realizar el análisis estadístico del rendimiento obtenido en la producción de biodiésel.

1.6 Justificación

1.6.1 Justificación teórica

El uso indiscriminado de combustibles derivados del petróleo y la emergencia climática actual, causada principalmente por las emisiones de dióxido de carbono a la atmósfera, que se generan a partir de la combustión de combustibles fósiles, obligan a los países industrializados a buscar nuevas alternativas para la producción de energía limpia. En este contexto, los biocombustibles como el biodiesel ofrecen una solución sostenible y sustentable para reducir la emisión de gases que contribuyen al cambio climático a nivel mundial, debido a que tienen origen renovable. El proceso de producción de biodiésel es un campo que requiere de la aplicación de técnicas innovadoras para que sea rentable y competitivo económicamente frente al proceso de obtención de combustibles fósiles.

Las zeolitas ZSM-5 son ampliamente utilizadas en la industria petroquímica debido a sus propiedades como: gran área superficial, estructura porosa que da lugar a la generación de sitios activos, alta capacidad de adsorción, elevada estabilidad térmica y excelente selectividad de forma; que las hacen adecuadas como base para la obtención de catalizadores que permiten acelerar la velocidad de reacción para la obtención de combustibles, entre ellos el biodiésel. Otra ventaja de los catalizadores a base de zeolita ZSM-5 es su fácil regeneración en comparación con otro tipo de catalizadores. De esta forma, se justifica este trabajo de investigación que pretende

demostrar la viabilidad del uso de zeolitas ZSM-5 impregnadas con KOH como catalizadores en la obtención de biodiésel a base de aceite vegetal.

1.6.2 Justificación práctica

La utilización de zeolitas ZSM-5 como bases para catalizadores en la producción de biodiésel a escala de laboratorio, permite que el proceso tenga un mayor rendimiento y que sea respetuoso con el medio ambiente debido a la alta capacidad de regeneración de las zeolitas elegidas para ser reutilizadas como catalizadores en procesos posteriores; lo cual a su vez asegura competitividad económica frente al uso de otros y tipos de catalizadores. Los estudios y ensayos realizados en laboratorio ayudaron a diseñar y establecer la metodología más adecuada para obtener información adecuada que permita replicar el proceso de producción de biodiésel a escala industrial. Este trabajo de investigación se enfoca en demostrar la efectividad del uso de zeolitas ZSM-5 impregnadas con KOH como catalizadores en la obtención de biodiésel y su utilidad en la industria de la producción de biocombustibles.

1.6.3 Justificación metodológica

El presente trabajo de investigación se orienta en demostrar que las zeolitas ZSM-5 permiten obtener un buen rendimiento en el proceso de obtención de biodiésel, disminuyendo el tiempo requerido convencionalmente para la transesterificación, aumentando la velocidad de reacción y disminuyendo el requerimiento de energía en el proceso. La impregnación de zeolitas ZSM-5 con KOH permitió obtener catalizadores eficaces para producir biodiésel de buena calidad conforme a la normativa ASTM, con la ventaja de poder ser reutilizados en otros procesos catalíticos.

1.7 Hipótesis

1.7.1 Hipótesis general

El catalizador de KOH/zeolita ZSM-5 es una opción eficaz para la obtención de biodiésel.

1.7.2 Hipótesis específicas

- Las propiedades físicas y cristalográficas de las zeolitas ZSM-5 cumplen con los parámetros adecuados para su utilización como catalizadores en la producción de biodiésel.

- La impregnación de KOH en las zeolitas ZSM-5 se realizó de forma adecuada.

- El uso del catalizador KOH/zeolita ZSM-5 en la reacción de transesterificación permitió alcanzar un buen rendimiento en la producción de biodiésel.

- El biodiesel obtenido cumple con los parámetros fisicoquímicos establecidos en la normativa ASTM D6751.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes de la investigación

El uso de aceite vegetal como combustible comenzó en 1893 cuando el ingeniero alemán Rudolf Diesel logró diseñar y construir el primer motor que funcionaba con aceite de maní. En el año de 1900, este motor fue presentado en la Exposición Universal de París por pedido del gobierno de Francia. En 1982 comenzaron a realizarse pruebas técnicas en Alemania y Austria y en 1982 se construyó la primera planta piloto para producción de biodiesel. Actualmente, la industria de producción de biodiesel se encuentra consolidada en países como: Estados Unidos, Canadá, Alemania, Brasil y Francia. Las materias primas más empleadas para producción de biodiesel son aceite de: girasol, palma, soja y canola, sin embargo, los costos de producción aún son elevados por lo cual se utiliza aceite vegetal residual proveniente de establecimientos de preparación de comida y fábricas de alimentos, este aceite reciclado tiene un proceso de conversión a diésel mucho más sencillo y económico en comparación con el aceite vegetal natural (Casella, 2019, p. 24).

En los últimos años, los métodos de transesterificación y craqueo catalítico han sido los más desarrollados y aplicados para la conversión de aceite vegetal en biodiésel. Las zeolitas son ampliamente utilizadas en este campo, entre las cuales destaca la zeolita ZSM-5 por su fuerte acidez que promueve el craqueo de las moléculas de aceite y alta selectividad que se debe a su microporosidad. El ZSM-5 es considerado como uno de los catalizadores más efectivos y activos para la producción de biodiésel por lo que se han realizado varios estudios orientados a la evaluación de su efectividad en el proceso. En el artículo *“Investigation of biodiesel production using modified strontium nanocatalysts supported on the ZSM-5 zeolite”* se investiga la actividad de nanocatalizadores de estroncio soportados en zeolita ZSM-5 en la transesterificación de aceite de girasol para la obtención de biodiésel. Los catalizadores fueron preparados a través del método de impregnación por humedad incipiente. Se utilizaron diferentes relaciones de masa Sr/ ZSM-5 y diferentes condiciones de calcinación. Los resultados del trabajo mostraron que el 6% de peso de estroncio fue la proporción más adecuada que permitió obtener un rendimiento del 87,7% (Feyzi y Khajavi, 2014, pp.1-5).

El artículo *“A comparative study on thermal decomposition behavior of biodiesel samples produced from shea butter over micro- and mesoporous ZSM-5 zeolites using different kinetic models”* presenta un estudio comparativo entre la cinética del biodiésel obtenido por medio de

zeolitas ZSM-5 mesoporosas y zeolitas ZSM-5 convencionales en base a manteca de karité. El estudio estableció que la zeolita ZSM-5 convencional requiere de mayor energía de activación lo cual genera mayor estabilidad. Las zeolitas microporosas (convencionales) son más ácidas y requieren de más calor para oxidarse. Se concluyó que la cinética de pirólisis y la reacción de producción de biodiésel dependen de la acidez y nivel de porosidad del catalizador, así como también de la velocidad de calentamiento (Alaba et al., 2016: pp.1-6).

El trabajo de investigación “*Textural evolution of hierarchical nanostructured ZSM-5 via sonohydrothermal design by various carbon shapes for efficient biodiesel production*” se enfocó en la fabricación de nanocatalizadores ácido/base con varios soportes secundarios ZSM-5 para producción de biodiésel. Se emplearon las plantillas: carbón activo, grafito y nanotubos de carbono de paredes múltiples, para aumentar el tamaño de poros de la zeolita. Estas plantillas se utilizaron como soportes para el proceso de transesterificación de aceite de semillas de girasol. Se concluyó que el mayor rendimiento fue ofrecido por las plantillas de carbón, con un valor del 90,4%. También se determinó que la sonicación es un factor que aumenta la estabilidad del nanocatalizador (Shokrani y Haghighi, 2020, pp:1-12).

2.2 Referencias teóricas

2.2.1 Aluminosilicatos

Son minerales compuestos por óxidos de silicio y óxidos de aluminio además de cationes de calcio, potasio, magnesio, sodio, entre otros. Son considerados como compuestos derivados de los silicatos por el reemplazo de los iones de silicio (4+) por iones de aluminio (+3) lo cual causa desbalance en las cargas eléctricas y necesidad de cationes para la neutralización de las cargas eléctricas. Su origen puede ser natural o sintético (Paredes, 2014, p. 6).

2.2.2 Zeolitas

Las zeolitas son minerales pertenecientes al grupo de los aluminosilicatos de naturaleza cristalina, que se caracterizan por poseer: hidratos de aluminio y silicio, cationes alcalinos y alcalinotérreos. La estructura de las zeolitas corresponde a la de los tectosilicatos; es tridimensional y abierta, con poros y cavidades bien definidas, que permiten el ingreso y salida de agua junto a cationes sin que existan alteraciones en su estructura cristalina; siendo minerales que pueden sufrir deshidratación reversible (Costafreda, 2011, p. 4).

2.2.2.1 Composición química

Las zeolitas están compuestas por aluminio, silicio y oxígeno en su estructura tridimensional mientras que los poros contienen agua y cationes metálicos. La estructura es tetraédrica en la cual los átomos de aluminio y silicio comparten átomos de oxígeno. Las zeolitas guardan semejanza en su composición con la de las arcillas, en la que las estructuras tetraédricas se unen formando capas mediante la compartición de tres de los cuatro oxígenos totales como se observa en la ilustración 1-2. La fórmula química estándar de toda zeolita es: $M_{x/n}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y].m H_2O$ (Calleja, 2019, p.213).

Las unidades estructurales de las zeolitas son los tetraedros: $[SiO_4]^{4-}$ y $[AlO_4]^{5-}$ que se encuentran enlazados gracias a puentes de oxígeno. Los tetraedros conformados por enlaces entre silicio y oxígeno son neutros, pero cuando hay presencia de enlaces aluminio-oxígeno ocurre desbalance de cargas eléctricas, que puede ser equilibrado con cationes metálicos que ayudan a neutralizar las cargas de los aniones de la estructura de la zeolita. Las unidades tetraédricas se unen mediante sus vértices para crear estructuras diferentes. La línea recta sirve para representar la unión entre dos tetraedros de forma que un hexágono permite graficar la unión de seis tetraedros, lo cual se denomina anillo-6 (ilustración 2-2) y en cada vértice de éste posee un átomo de aluminio o silicio que está coordinado de forma tetraédrica (Calleja, 2019, p.213).

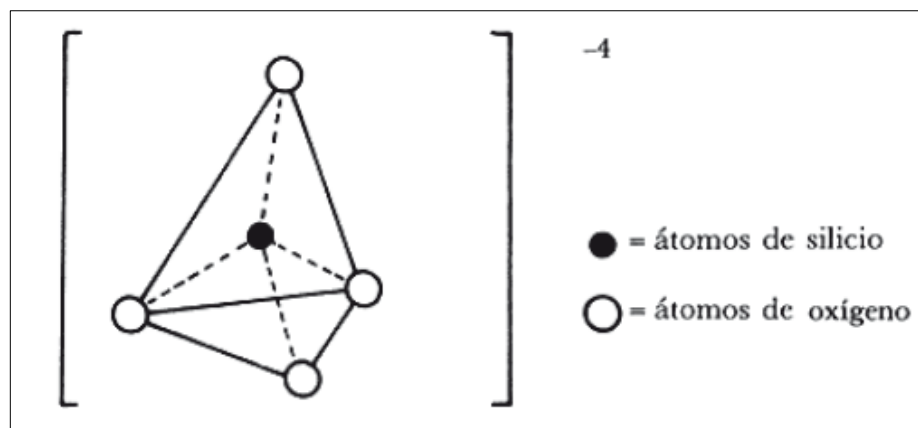


Ilustración 1-2: Tetraedro de silicio y oxígeno

Fuente: Calleja, p. 213.

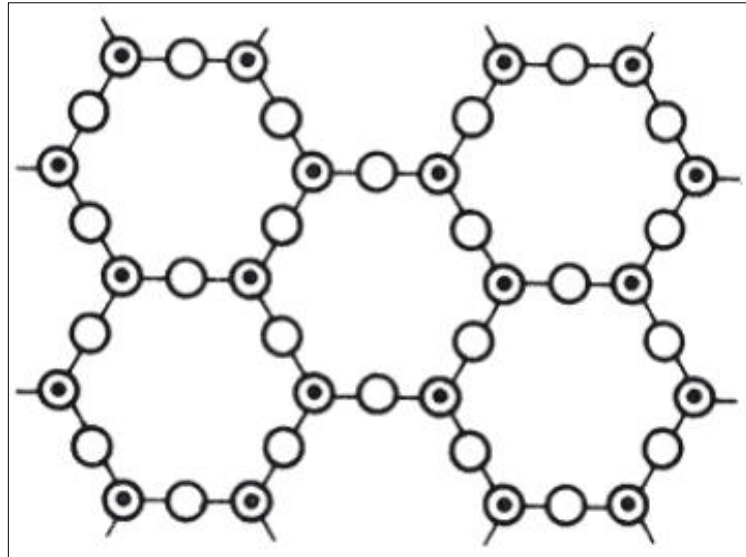


Ilustración 2-2: Agrupación de anillos-6

Fuente: Calleja, p. 213.

La mayor parte de las zeolitas presentan unidades que conformadas por 24 tetraedros de aluminio y silicio enlazados entre sí. Estas estructuras se conocen como octaedros truncados que están formados por seis caras cuadradas y ocho anillos-6 donde las caras no comparten sus vértices con otras caras. Estas formaciones son denominadas como unidad sodalita o jaula β (Calleja, 2019, p.214).

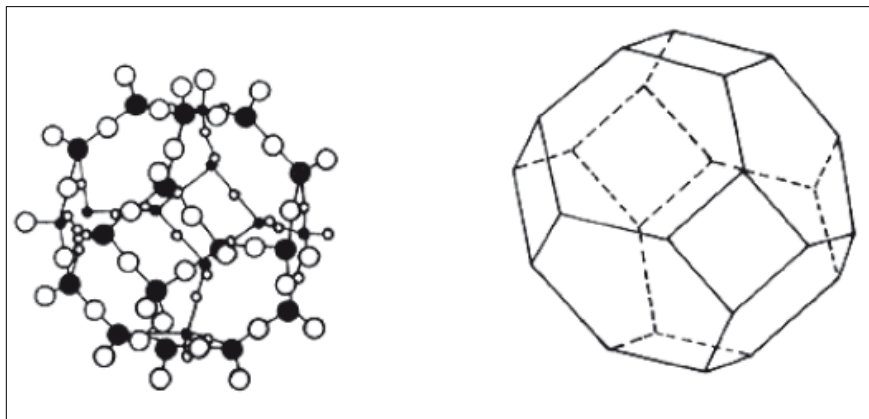


Ilustración 3-2: Unidad sodalita o jaula β

Fuente: Calleja, p. 214.

2.2.3 *Propiedades características de las zeolitas*

Las zeolitas se diferencian unas de otras por propiedades físicas y químicas que presentan en su estructura como son: la relación silicio/aluminio, la facilidad para permitir el intercambio de

cationes y tamaño de los poros. Según estas propiedades, las zeolitas pueden tener un amplio campo de aplicaciones.

2.2.3.1 Relación silicio/aluminio

La relación silicio/aluminio es la que concede el contenido catiónico a la estructura de la zeolita. Las zeolitas sintéticas poseen relaciones mayores de silicio/aluminio en comparación con las zeolitas naturales, como ejemplo se tiene la zeolita mordenita con 5,5 de relación silicio/aluminio, siendo la más silíceas entre las zeolitas naturales y la zeolita ZSM-5 (sintética) con un valor de 20×10^3 de relación silicio/aluminio, lo que indica que su contenido de aluminio es prácticamente nulo. Las zeolitas que contienen mayor cantidad de silicio en su estructura, tienen mayor capacidad hidrofóbica y elevada tendencia a alojar hidrocarburos en sus cavidades (Calleja, 2019, p.215) .

2.2.3.2 Facilidad para el intercambio catiónico

Los cationes intercambiables presentan facilidad para su movilidad y reemplazo dentro de la estructura rígida de las zeolitas. Esta propiedad de los cationes modifica la sección transversal y el sentido de los canales internos de las zeolitas, lo cual es determinante para establecer su capacidad de absorción de determinadas moléculas lo que también en las propiedades catalíticas de cada tipo de zeolita. Las posiciones de los cationes intercambiables contribuyen a reducir la dimensión de los anillos u jaulas con respecto a las moléculas que buscan ingresar a la estructura de las zeolitas. Es posible modificar la posición de los cationes dentro de las zeolitas cristalinas a través de calentamiento al vacío, lo que ocasiona la deshidratación de la estructura para dar paso al movimiento de los cationes que pierden coordinación con las moléculas de agua evaporadas (Calleja, 2019, p.215).

2.2.3.3 Tamaño de poros y sentido de cavidades

Como propiedad física fundamental de las zeolitas está el tamaño de las cavidades y poros los cuales forman redes que hacen posible la adsorción de moléculas. Todas las estructuras zeolíticas presentan microporos que se miden en ángstroms. Los poros forman y funcionan como un tamiz a nivel molecular en la estructura de las zeolitas y les conceden áreas internas muy grandes. Según la ubicación de los canales con las direcciones cristalográficas, las zeolitas pueden ser clasificadas en tres grupos. Si los canales tienen disposición paralela entre sí y con una sola dirección, los cristales son fibrosos; si los canales guardan paralelismo con respecto a dos direcciones, los cristales son laminares; y si los canales son paralelos con respecto a tres direcciones, entonces la

zeolita posee enlaces fuertes en las tres direcciones. Este criterio de clasificación es referencial porque existen zeolitas con canales que no se ajustan a ninguno de los tres grupos mencionados anteriormente (Calleja, 2019, p.216).

2.2.4 Clasificación de las zeolitas según su origen

2.2.4.1 Zeolitas naturales

Su origen es volcánico y se forman gracias a la deposición de cenizas en fuentes de agua con pH alcalino. Las zeolitas naturales se forman en base a reacciones entre la ceniza volcánica y las sales contenidas en lagos. Estas zeolitas se caracterizan por ser altamente resistentes en medios ácidos (Norman, 2021, p.10).

2.2.4.2 Zeolitas sintéticas

Son aquellas zeolitas sintetizadas en base a reactivos químicos en laboratorios. Entre sus características se tiene que son más adecuadas para investigaciones, poseen alto nivel de homogeneidad y su pureza es mayor en comparación a las zeolitas naturales sin embargo no son muy resistentes en medios ácidos. Estas zeolitas reciben su nombre con letras según su investigador principal o la zeolita natural de la que provienen (Norman, 2021, p.10).

2.2.5 Clasificación de las zeolitas según el tamaño de poro

Este criterio de clasificación se fundamenta en la estructura porosa de las zeolitas. Las zeolitas poco porosas son aquellas con nueve o menos jaulas en el anillo zeolítico mientras que las zeolitas que poseen estructuras de anillos con 10 o más elementos se las considera de porosidad media. En la tabla 1-2 se muestra una clasificación de las zeolitas según la medida del diámetro de los poros (Mejía, 2016, p. 12).

Tabla 1-2: Clasificación de zeolitas según tamaño de poro

Clasificación según tamaño de poro	Diámetro de poro \varnothing Å
Extra grande	$\varnothing > 9$
Grande	$6 < \varnothing < 9$
Mediano	$5 < \varnothing < 6$
Pequeño	$3 < \varnothing < 5$

Fuente: Mejía, 2016, p. 14.

Realizado por: Acurio, Carla, 2023.

2.2.6 Síntesis de zeolitas

Las zeolitas sintéticas se obtienen en base a soluciones en cuya composición están presentes silicatos de sodio y aluminatos, las cuales se obtienen usando un hidróxido de naturaleza alcalina y alguna base orgánica. La síntesis inicia con la formación de gel gracias a la copolimerización de los iones aluminato y silicato. El gel se somete a calentamiento hasta llegar a una temperatura de 100 °C y se obtiene zeolita condensada. La utilización de una base orgánica ayuda a producir zeolitas con alto contenido de silicio. La concentración de silicio también se ve influenciada por el tipo de cationes empleados, que van desde cationes de sodio hasta más grandes como los cationes de amonio cuaternario. La estructura de la zeolita (aluminio-silicio) se forma alrededor de los cationes que luego son eliminados por descomposición térmica. Otra alternativa para generar zeolitas con alto contenido de silicio es eliminar el aluminio de las unidades estructurales a través de extracción con ácido o sustancias acomplejantes (Calleja, 2019, p.217).

2.2.7 Zeolita ZSM-5

Esta zeolita fue sintetizada en 1969 por los químicos Argauer y Landolt de la compañía Mobil Oil. Su fórmula química es $Na_nAl_nSi_{96-n}O_{192} \cdot 16 H_2O$ ($0 < n < 27$) y es un catalizador heterogéneo muy utilizado en la industria de los hidrocarburos para reacciones de isomerización. La estructura de esta zeolita se basa en la unidad pentasil la cual se enlaza con otras unidades para formar cadenas que a su vez crean láminas cuando se unen por medio de puentes de oxígeno (ilustración 4-2). Las láminas se ordenan unas encima de otras para obtener la estructura tridimensional de la zeolita ZSM-5 (ilustración 5-3). La estructura cristalina es ortorrómbica y está formada por canales rectos y sinusoidales. La zeolita ZSM-5 pertenece a la clasificación de zeolitas de poro mediano (Sus, 2018, p.14).

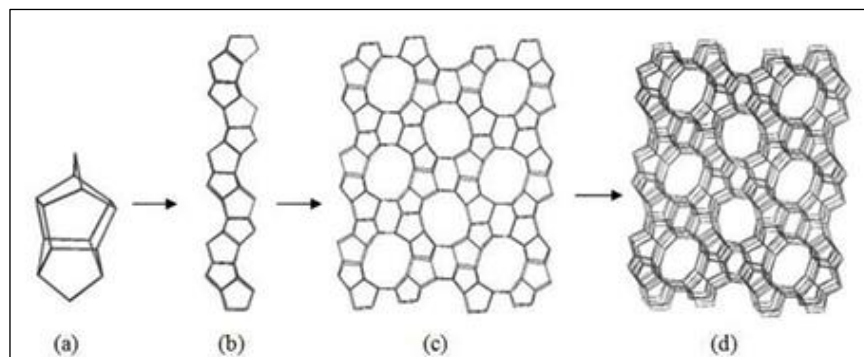


Ilustración 4-2: Mecanismo de la estructura de la zeolita ZSM-5.

Fuente: Sus, 2018, p. 14.

Esta zeolita es aplicada en procesos de catálisis de un gran conjunto de reacciones que necesitan acidez. Una de las aplicaciones más amplias son las reacciones de isomerización y alquilación en la industria de la petroquímica. La síntesis de esta zeolita se realiza tradicionalmente a través de isomerización de orto y metaxileno en medio básico con tetrapropilamonio como director estructural sin embargo se están desarrollando nuevos métodos de síntesis en medio fluoruro asistidos por sales de amonio cuaternario (Sus, 2018, p.15).

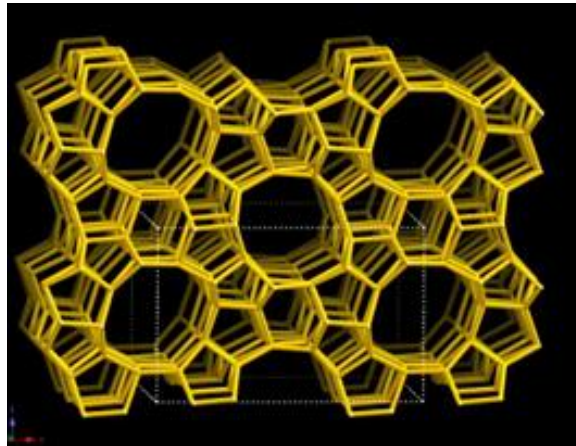


Ilustración 5-2: Estructura de la zeolita ZSM-5 desde la dirección [010]

Fuente: Sus, 2018, p. 15.

2.2.8 Métodos de caracterización de zeolitas

Los métodos para caracterización de zeolitas permiten conocer su estructura, morfología y capacidad para adsorber moléculas y transformarlas. Estas propiedades pueden ser determinadas por medio de técnicas de caracterización que se orientan a obtener resultados acerca de la interacción de la zeolita con diferentes muestras de moléculas. Las técnicas más empeladas para caracterización de zeolitas se describen a continuación (Mejía, 2016, p. 23).

2.2.8.1 Espectroscopia infrarroja

Esta técnica es ampliamente utilizada en química analítica y se aplica en la caracterización de moléculas orgánicas, inorgánicas y bioquímicas. Esta herramienta se fundamenta en la detección de enlaces químicos a nivel atómico con determinada longitud de onda (Mejía, 2016, p. 23).

2.2.8.2 *Difracción de rayos X*

Este método se aplica para identificar el tipo de estructura cristalina de la muestra de zeolita analizada. Los difractogramas que se realizan a una muestra de zeolita ayudan a determinar la naturaleza de las fases cristalinas y tamaño de cristales en base a datos de intensidad y ángulo de difracción (Mejía, 2016, p. 23).

2.2.8.3 *Microscopía de transmisión de electrones*

Esta técnica utiliza un haz de electrones con elevada intensidad que atraviesa la muestra de zeolita en polvo con el objetivo de que los electrones que han sido transmitidos y difractados puedan ser recolectados. La microscopía se realiza al vacío y con una muestra de espesor ubicado en un rango de 10 a 500 Å. Una vez atenuado el haz de electrones, se realiza una proyección bidimensional de la muestra (Mejía, 2016, p. 24).

2.2.8.4 *Espectroscopia fluorescente de rayos X*

En esta técnica analítica, la muestra de zeolita se expone a radiación X, lo cual produce la excitación de los electrones y ayuda a conocer las características y composición química de la muestra en estudio (Mejía, 2016, p. 24).

2.2.9 *Aplicaciones de las zeolitas*

2.2.9.1 *Intercambiadores de iones*

Los cationes metálicos presentes en la estructura fundamental de las zeolitas, cuya función es el equilibrio de cargas eléctricas, son fáciles de intercambiar lo cual determina las propiedades de cada zeolita. Un ejemplo que demuestra la importancia de esta propiedad zeolítica es la reducción de la dureza de aguas. La zeolita A se emplea para intercambio de iones Na^+ con cationes Ca^+ y así ablandar el agua tratada. Las industrias de producción de detergentes incorporan la zeolita A para reducir el impacto ambiental. Otra aplicación de las zeolitas es la potabilización del agua procedente del mar, para lo cual se utilizan las zeolitas de plata y bario. Algunas zeolitas como la clinoptilolita, se aplica a nivel industrial para eliminar residuos de naturaleza radioactiva a través del intercambio de cationes Na^+ por los iones radioactivos CS^+ (Sus, 2018, p.16).

2.2.9.2 Agentes deshidratantes

Las zeolitas pueden actuar como agentes desecantes siempre y cuando hayan sido sometidas a un proceso previo de secado, debido a que tienen la tendencia de adsorber agua para lograr equilibrio en su estructura y regresar a su estado inicial donde los cationes poseen números de coordinación más altos que en una estructura deshidratada (Sus, 2018, p.17).

2.2.9.3 Agentes adsorbentes

Las zeolitas que han sido sometidas a procesos de deshidratación, son capaces de adsorber diversidad de sustancias además de recuperar el agua que perdieron. La capacidad de adsorción de las zeolitas depende del tamaño de poros. El tamizado que realiza cada zeolita es muy específico y selectivo lo que permite su uso para separación de sustancias. Las zeolitas pueden ser regeneradas y reutilizadas luego de pasar por tratamientos de purga con ayuda de gases. Una de las aplicaciones de las zeolitas como agentes adsorbentes es la adsorción de alcanos lineales presentes en la gasolina para mejorar su calidad y evitar daños en los mecanismos de propulsión de automotores (Sus, 2018, p.17).

2.2.9.4 Catalizadores

Las zeolitas son aplicadas industrialmente como catalizadores por su capacidad para mejorar reacciones ácido-base y reacciones que involucran metales. La selectividad de las zeolitas como catalizadores es de forma porque las reacciones químicas se realizan dentro de las cavidades de sus estructuras cristalográficas. Esta propiedad permite controlar el producto obtenido. Las zeolitas además de ser selectivas al momento de actuar como catalizadores, pueden ser reproducidas sin que haya variación en sus propiedades catalíticas por lo que son ampliamente empedadas en la industria petroquímica para obtención de hidrocarburos, cracking catalítico e isomerización (Sus, 2018, p.18).

2.2.10 Biodiésel

Es un biocombustible obtenido por reacción química entre los triglicéridos presentes en aceites vegetales o grasas animales y un alcohol. Desde el punto de vista químico, el biodiésel es producto de una mezcla de los ésteres metílicos derivados de los triglicéridos denominados como FAME. Esta reacción necesita el uso de catalizadores, entre los cuales los más frecuentes son el hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio. Los alcoholes más empleados en el proceso son metanol y

etanol. El metanol es más económico, posee mayor reactividad y los ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) obtenidos tienen mayor índice de volatilidad que los ésteres metílicos de ácidos grasos (FAEE) sin embargo, el etanol posee menor toxicidad. Los combustibles FAEE se caracterizan por presentar viscosidad más alta y puntos de fluidez menores que los de los combustibles FAME. El biodiésel se muestra como una sustancia líquida de color amarillo ámbar, con viscosidad parecida a la del diésel y punto de inflamación mayor que éste, es biodegradable y amigable con el medio ambiente ya que permite disminuir considerablemente las emisiones de sustancias tóxicas cuando se realiza su quema como combustible. Las normas ASTM para calidad del biodiésel se muestran en la tabla 2-2 (Castellar et. al., 2014, pp: 91-92).

Tabla 2-2: Propiedades del diésel y biodiésel según normativa ASTM

Propiedad	Unidad	Diésel ASTM D975	Biodiésel ASTM D6751
Densidad a 20 °C	Kg/m ³	840	860-900
Viscosidad cinemática a 40 °C	mm ² /s	2,6	1,9-6
Punto de inflamación	°C	59	93
Azufre	mg/Kg	<50	<15
Agua	mg/Kg	<50	<500
Cenizas	% masa		0,02
Valor de acidez	mg KOH/g		<0,5
Metanol	% masa		<0,2
Número de cetano		>48	>47

Fuente: Castellar et. al., 2014, p. 91.

Realizado por: Acurio, Carla, 2023.

2.2.10.1 Producción de biodiésel

Los aceites comestibles constituyen más del 95% de la materia prima para obtención de biodiésel y su calidad es muy similar a la del diésel. El biodiésel no puede ser obtenido a partir de aceites no comestibles debido al alto contenido de ácidos grasos libres lo cual requiere de tratamientos químicos adicionales en la producción de biodiésel y elevación del costo. Las grasas animales también presentan inconvenientes debido a su mayor concentración de grasas saturadas, que son sólidas en condiciones medias ambientales. El biodiésel se produce con ayuda de catalizadores homogéneos o heterogéneos y la elección del catalizador se realiza en función de la cantidad de ácidos grasos libres y contenido de agua en la materia prima (aceite vegetal). La obtención de biodiésel se fundamenta en la reacción de transesterificación, teniendo como productos ésteres de ácidos grasos y glicerol. En la ilustración 6-2 se muestra el proceso de producción de biodiésel (Chiosso, 2019, p.26).

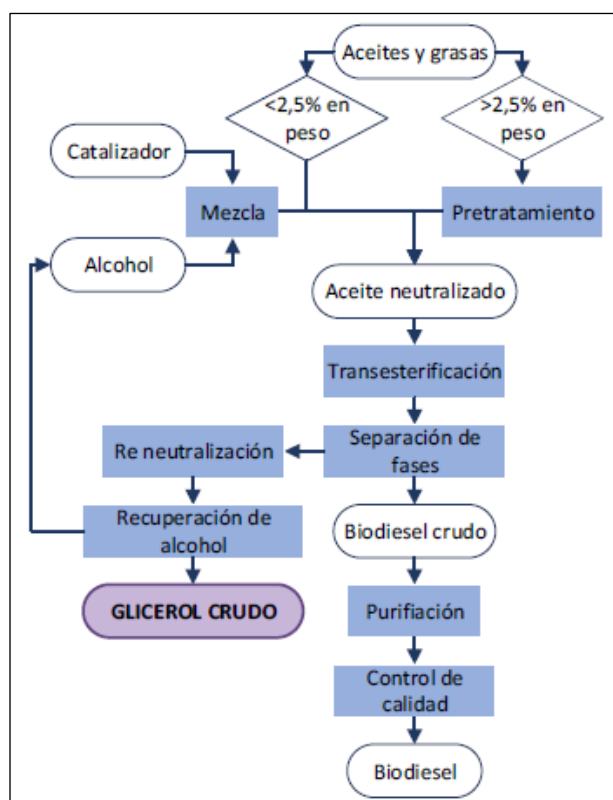


Ilustración 6-2: Diagrama de flujo de la producción de biodiésel.

Fuente: Chiosso, 2019, p.26.

2.2.10.2 Transesterificación y mecanismo de reacción

La transesterificación es un conjunto de reacciones químicas donde un triglicérido y un alcohol producen alquil ésteres y glicerol. En la ilustración 7-2 se muestra el esquema de la reacción donde se utiliza alcohol como reactivo en exceso con la finalidad de desplazar el equilibrio hacia la obtención de productos. El proceso de transesterificación requiere de una relación molar de alcohol a triglicérido de 3:1 pero si se busca aumentar el rendimiento, es necesario aplicar una relación mayor de alcohol. La velocidad de reacción depende de diversos factores como: condiciones de operación, tipo de catalizador empleado y naturaleza química de los triglicéridos según el aceite utilizado como materia prima (Castellar et. al., pp: 93-94).

La transesterificación se fundamenta en un conjunto de reacciones consecutivas reversibles mediante las cuales los triglicéridos son transformados en diglicéridos, luego en monoglicéridos y finalmente en glicerol, produciéndose en cada etapa alquil ésteres. Cuando se utiliza catalizadores heterogéneos, éstos basan su acción en las características nucleofílicas y electrofílicas del grupo carbonilo de los triacilglicéridos y del alcohol al igual que los catalizadores homogéneos en medios básicos o ácidos.

18 las páginas finales van sin numeración enumere como indica la guía

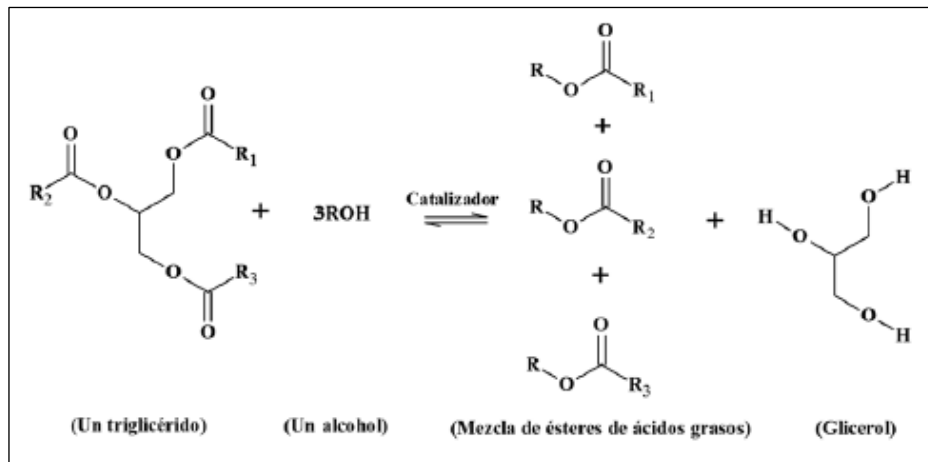


Ilustración 7-2: Transesterificación de un triglicérido con un alcohol.

Fuente: Castellar et. al., 2014, p. 94.

2.2.11 Catálisis

Es un mecanismo a través del cual se modifica la velocidad de una determinada reacción química gracias a la acción de una sustancia que puede ser un catalizador si la velocidad se acelera o un inhibidor si la velocidad se retarda. El catalizador se caracteriza por ser inerte químicamente, es decir que no reacciona con otras sustancias químicas y no participa como reactivo químico. El catalizador puede ser recuperado luego de haber catalizado la reacción, sin embargo, pierde su efectividad luego de haber participado repetitivamente en procesos de catálisis por lo que debe ser sometido a su activación. El catalizador actúa mediante la disminución de la energía libre requerida en la fase limitante de la reacción, la que permite ir de reactivos a productos, de esta forma el catalizador facilita una reacción química (Fernández, 2015, p.12).

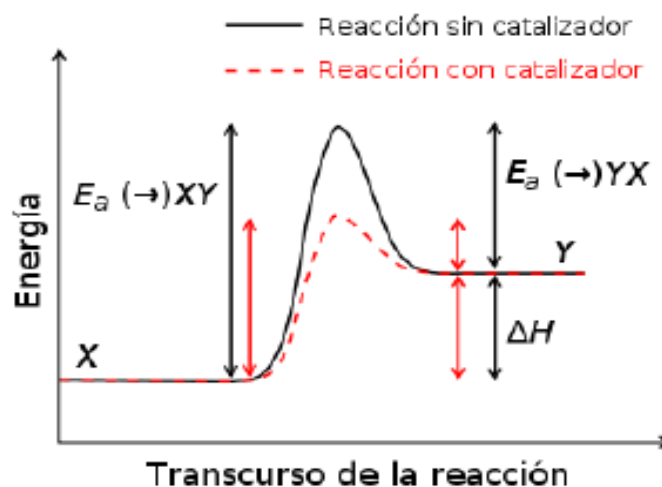


Ilustración 8-2: Actividad de un catalizador.

Fuente: Fernández, 2015, p.13.

2.2.11.1 *Catálisis homogénea*

En este tipo de catálisis, los agentes catalizadores tienen la misma fase que los reactivos y actúan mediante la formación de un intermedio inestable con relación a uno de los reactivos. Este intermedio se asocia y combina con otro de los reactivos participantes en la reacción para obtener productos. El catalizador se regenera una vez que se ha obtenido el o los productos. Generalmente, este tipo de catálisis se realiza en fase líquida pero también puede realizarse en fase gaseosa y puede ser: ácida, básica y por complejos metálicos. La ventaja de esta catálisis es que concede mayor nivel de actividad y selectividad en los productos esperados, además de trabajar con menor cantidad de reactivos y ser más económica en comparación con la catálisis heterogénea. La desventaja de esta catálisis es que el proceso de recuperación y separación de los catalizadores de los productos es más complicado (Fernández, 2015, p.14).

2.2.11.2 *Catálisis heterogénea*

Es aquella catálisis en la cual el catalizador se encuentra en una fase diferente a la de los reactivos. La acción del catalizador se realiza en su superficie mediante centros activos donde se realiza la difusión y adsorción de los reactivos. Una vez finalizada la reacción en la superficie del catalizador, los productos pasan por un proceso de desorción y difusión fuera de la superficie del catalizador. A nivel industrial, la catálisis heterogénea es aplicada para hidrogenación de aceites vegetales, procesos de alimentos, reformado catalítico de hidrocarburos para obtención de combustibles y depuración de corrientes de gases (Fernández, 2015, p.15).

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1 Enfoque de la investigación

Este trabajo de investigación tiene un enfoque cuantitativo porque se buscó establecer y medir la proporción adecuada de KOH para el proceso de impregnación de la zeolita y su preparación como agente catalizador. Además, el biodiésel producido en base a aceite vegetal fue sometido a ensayos como: peso específico, calor de combustión y análisis FAME, que permitieron establecer variables cuantitativas y compararlas con los valores establecidos en la normativa ASTM que aseguran la calidad del biodiésel.

3.2 Nivel de investigación

El nivel de la presente investigación es explicativo porque además de describir el proceso de obtención de biodiésel como objeto de estudio, se orientó en explicar la influencia del uso de la zeolita ZSM-5 impregnada con KOH, en el rendimiento de producción de biodiésel. En el proceso de obtención del catalizador mediante impregnación, la temperatura se mantuvo constante de forma igual que la concentración de KOH y cantidad de zeolita empleada. En el proceso de obtención de biodiésel, se mantuvieron constantes las cantidades de aceite vegetal, metanol y zeolita para los tres ensayos realizados.

3.3 Diseño de la investigación

3.3.1 *Según la manipulación de la variable independiente*

El diseño de la investigación fue cuasi experimental porque la población de estudio no fue seleccionada de forma aleatoria. Las condiciones del experimento no pudieron ser controladas totalmente ya que la calidad del biodiésel obtenido también se vio influenciada por el tipo de materia prima empleada, el aceite de palma. Las variables dependientes tomaron valores según los resultados proporcionados en base a la manipulación de las variables independientes. Para el proceso de obtención de catalizador se establecieron:

Variables dependientes:

- Grupos funcionales

- Estructura cristalina

VARIABLES INDEPENDIENTES:

- Concentración de KOH impregnado en la zeolita ZSM-5
- Cantidad de zeolita ZSM-5 obtenida

Para el proceso de producción de biodiésel se establecieron:

VARIABLES DEPENDIENTES:

- Ésteres metílicos de ácidos grasos medidos por análisis FAME
- Densidad
- Viscosidad

VARIABLES INDEPENDIENTES:

- Cantidad de aceite de palma
- Cantidad de metanol
- Cantidad de catalizador KOH/zeolita ZSM-5

3.3.2 Según las intervenciones en el trabajo de campo

La investigación se diseñó de forma transversal donde la zeolita ZSM-5 fue sometida a impregnación con KOH para ser aplicada en la obtención de biodiésel y luego medir parámetros de calidad del mismo, en un momento específico del tiempo, sin realizar observaciones y comparaciones con otras muestras tomadas en otros intervalos de tiempo. La toma de datos fue realizada en espacios concretos de tiempo en los laboratorios de la Facultad de Ciencias-ESPOCH.

3.4 Tipo de estudio

El tipo de estudio fue experimental ya que la zeolita ZSM-5 fue sometida a impregnación con KOH para su posterior aplicación como catalizador en el proceso de obtención de biodiésel y medición de sus respectivos parámetros físico-químicos de calidad. Se estableció la temperatura de calcinación de zeolita como variable independiente mientras que la concentración de KOH en la zeolita fue la variable dependiente. Para la producción de biodiésel, la variable independiente fue la cantidad de catalizador empleado y las variables independientes fueron: calor de combustión, grados FAME y peso específico del biodiésel obtenido con catálisis de zeolita ZSM-

5 impregnada con KOH. Los datos fueron obtenidos mediante un estudio de campo, realizado en laboratorios de la Facultad de Ciencias. Los datos recolectados ayudaron a explicar la influencia de la zeolita ZSM-5 en el rendimiento del proceso de producción de biodiésel, en base a la proporción de KOH empleado en la impregnación previa de la zeolita para su preparación como agente catalizador.

3.5 Población y planificación, selección y cálculo del tamaño de muestra

La población estudiada en este trabajo de investigación fue la zeolita ZSM-5 a la cual se realizó un proceso de impregnación con KOH para su uso y aplicación como catalizador en la obtención de biodiésel a partir de aceite refinado de palma 100% vegetal. Se realizaron tres repeticiones de obtención de biodiésel de las cuales se tomaron tres muestras para calcular el rendimiento y analizar estadísticamente. Este procedimiento se llevó a cabo en los laboratorios de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH, sede Riobamba. Los análisis de caracterización de la zeolita utilizada y análisis FAME del biodiésel obtenido fueron realizados en la Universidad Central de Quito, mientras que los análisis de calor de combustión y peso específico se ejecutaron en la ESPOCH. La población estudiada fue finita y fue elegida mediante el método no probabilístico por conveniencia.

3.6 Métodos, técnicas e instrumentos de investigación

El presente trabajo de investigación fue realizado en dos etapas: la obtención del catalizador y la obtención de biodiésel. La primera etapa consistió en impregnación de KOH a la zeolita ZSM-5 (base del catalizador). Esta etapa comprendió también la caracterización de la zeolita por difracción de rayos X (DRX) y análisis por espectroscopía infrarroja (IR), donde se establecieron características cristalográficas de la zeolita empleada en la investigación.

La segunda etapa estuvo representada por la obtención de biodiésel a partir de aceite de palma y metanol, empleando el catalizador previamente obtenido para acelerar la velocidad de la reacción de transesterificación; proceso que se realizó mediante destilación simple y decantación para la generación de dos fases finales: biodiésel y glicerina. El biodiésel obtenido también fue caracterizado, mediante análisis FAME, análisis IR, viscosidad y densidad.

3.6.1 Método de obtención del catalizador KOH/zeolita ZSM-5

Para la obtención de catalizador se utilizó zeolita ZSM-5 como base, la cual fue sometida a un análisis por espectroscopía infrarroja (IR) para determinar sus propiedades cristalográficas antes de pasar por el proceso de impregnación, para el cual se utilizó: 15 g de zeolita ZSM-5, 60 g de KOH y 60 ml de agua. Las sustancias fueron agitadas y calentadas a una temperatura de 50 °C con ayuda de un rotavapor durante 4 horas. Luego, se filtró la zeolita impregnada con KOH, se lavó con agua destilada y se sometió a secado por 24 horas a una temperatura de 110 °C. Finalmente, la zeolita fue calcinada a 450 °C durante 4 horas y sometida a un nuevo análisis IR y DRX con el objetivo de evidenciar la impregnación.

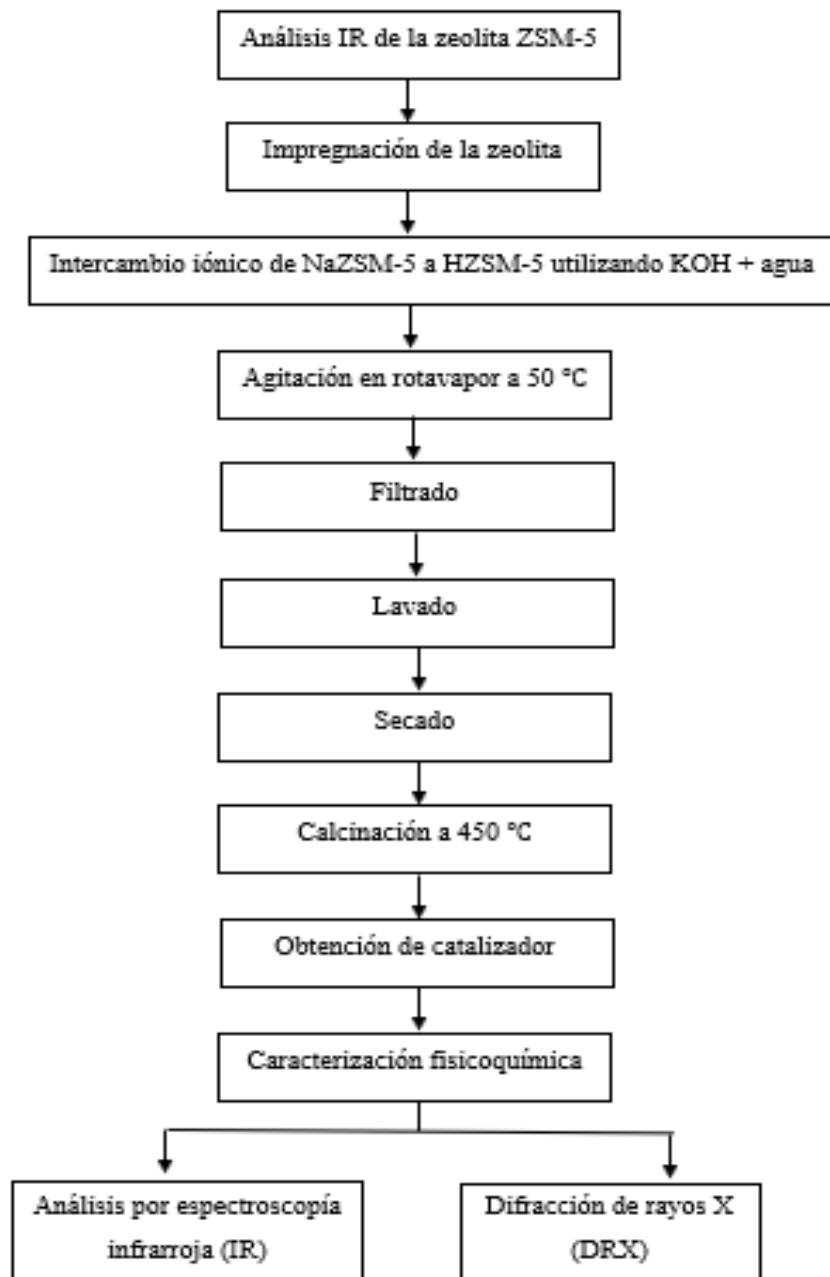


Ilustración 1-3: Diagrama del proceso de obtención del catalizador.

Fuente: Acurio, Carla, 2023.

24 las páginas finales van sin numeración enumere como indica la guía

3.6.2 Métodos de caracterización de la zeolita

3.6.2.1 Análisis IR

El análisis IR fue realizado en el Laboratorio de Química Analítica en la Facultad de Ciencias-ESPOCH y se utilizó un equipo espectrofotómetro de infrarrojo. Se tomó una pequeña muestra de zeolita triturada para ser colocada sobre el porta muestra del equipo, el cual hizo proyectó un haz de luz situado entre los 195 a 780 nm de longitud de onda. La muestra reflejó la radiación emitida por el equipo y fue comparada con la radiación incidente para proporcionar información acerca de los enlaces químicos presentes en su estructura molecular.

3.6.2.2 Difracción de rayos X

El análisis de difracción por rayos X fue realizado en XYZ y se empleó un equipo difractómetro de rayos X en el cual una pequeña muestra sólida de zeolita fue colocada en el porta muestra. Un tubo de rayos X es el encargado de generar la radiación sobre la muestra bajo condiciones de vacío y alto voltaje (30 kV). El haz de electrones es proyectado sobre un blanco metálico (ánodo). El equipo posee detectores que hacen posible la detección de la difracción de los rayos X por parte de la muestra analizada.

3.6.3 Obtención de biodiésel

Para la obtención de biodiésel se realizó la mezcla de 300 g de aceite de palma, 4,86 g de catalizador y 693,75 ml de metanol mediante calentamiento a 60 °C y agitación a 500 rpm. La reacción de transesterificación finalizó luego de 4 horas y se realizó en un matraz de 500 ml con termómetro y agitador magnético. La metodología se diseñó en base al trabajo de Shu et al. (2007: p. 20164) donde se obtiene biodiésel mediante el uso de zeolita como catalizador. La mezcla obtenida fue llevada a destilación durante una hora para lograr la separación del producto y los reactivos.

El producto fue decantado con ayuda de una ampolla de decantación, se realizó el lavado con agua destilada a 30 °C y la separación de dos fases: biodiésel y glicerina. Se realizaron tres ensayos de obtención de biodiésel y se obtuvieron tres valores de rendimientos. Se tomaron muestras del biodiésel obtenido en uno de los ensayos para la realización de pruebas fisicoquímicas: análisis FAME, viscosidad y densidad, las cuales permitieron realizar comparaciones con los rangos establecidos por la normativa ASTM D6751.

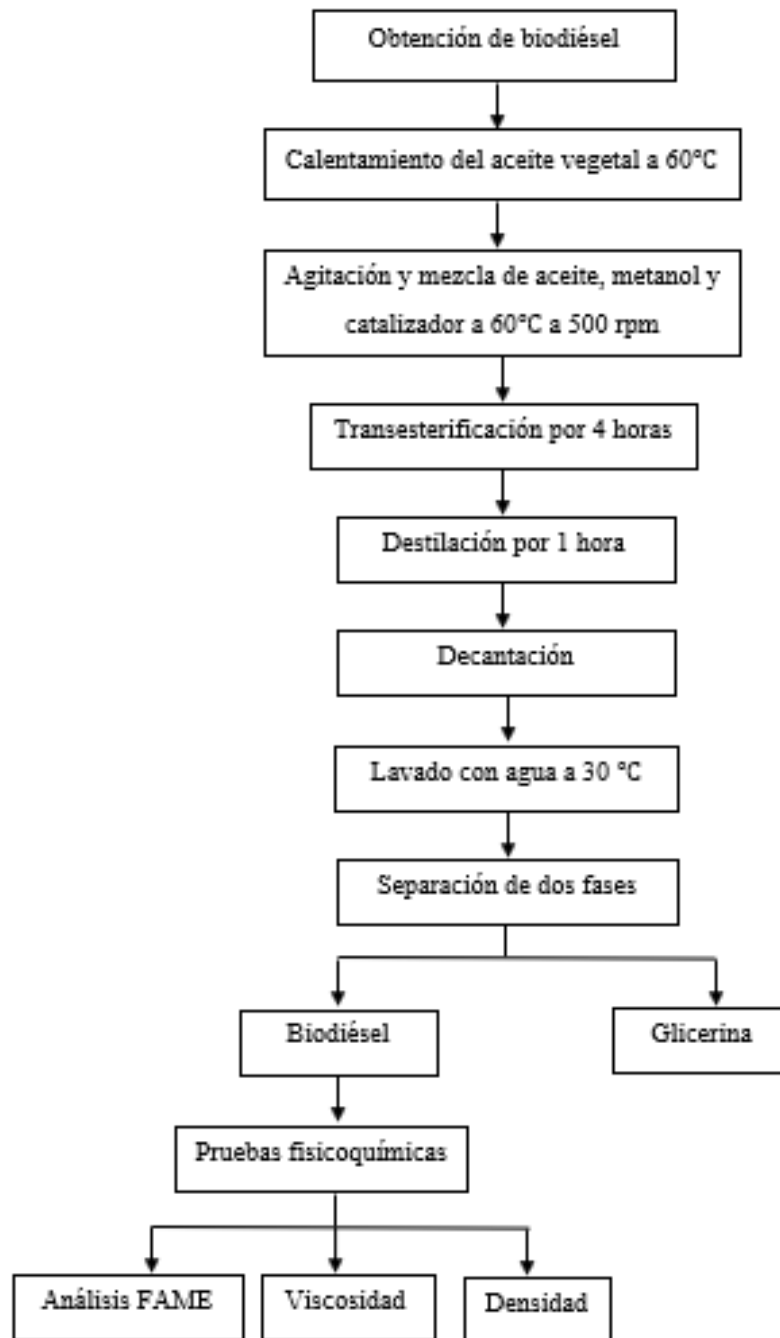


Ilustración 2-3: Diagrama del proceso de obtención de biodiésel

Fuente: Acurio, Carla, 2023.

3.6.4 Métodos para pruebas fisicoquímicas del biodiésel

3.6.4.1 Análisis FAME

Este método de análisis permite evidenciar la presencia y obtener información acerca de la composición de ésteres metílicos de ácidos grasos en una muestra de biodiésel mediante ensayos que involucran la preparación de la muestra mediante adición de sustancias químicas como

26 las páginas finales van sin numeración enumere como indica la guía

trifluoruro de boro y aplicación de operaciones como centrifugación y cromatografía para determinación de las características fisicoquímicas siguientes: densidad, viscosidad, punto de inflamabilidad, cenizas sulfatadas, contenido de azufre y agua, partículas sólidas, estabilidad a la oxidación, residuos carbonosos y concentración de fósforo. Este análisis ayuda a determinar si el biodiésel cumple o no con las normativas de calidad establecidas internacionalmente.

3.6.4.2 Viscosidad

La viscosidad cinemática del biodiésel fue obtenida mediante el uso de un viscosímetro de tubo capilar.

3.6.4.3 Densidad

La densidad se determinó mediante el uso de un picnómetro.

CAPÍTULO IV

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 Resultados del análisis por espectrofotometría infrarroja (IR)

4.1.1 Zeolita previa a la impregnación

El análisis IR permite identificar grupos especiales específicos en la muestra de zeolita ZSM-5 estudiada. Las bandas características del tetraedro TO_4 donde T representa silicio o aluminio, poseen vibraciones simétricas y asimétricas en el rango del 560 hasta 420 cm^{-1} (pico 2) de número de onda. La ilustración 1-4 y la tabla 1-4 muestran 551 cm^{-1} (pico 3) como uno de los números de onda y un porcentaje de transmitancia del 79,5%. Esta banda es característica de los minerales silicatos.

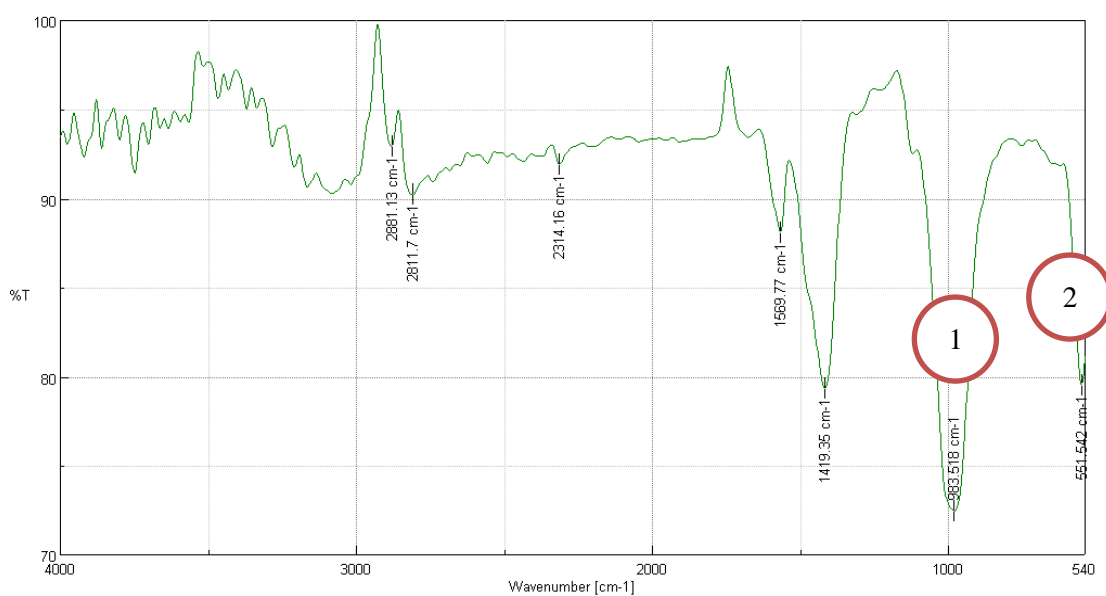


Ilustración 1-4: Gráfico resultado del análisis IR de la zeolita previa a la impregnación

Fuente: Laboratorio de Química Analítica. ESPOCH. 2023

Tabla 1-4: Resultados de análisis IR de la zeolita ZSM-5

Número de onda (cm^{-1})	Transmitancia (%)
2881.13	92.9265
2811.7	90.225
2314.16	91.9416
1569.77	88.0775
1419.35	79.3359
983.518	72.4609

551.542	79.5057
---------	---------

Realizado por: Acurio, Carla, 2023

La banda de 551 cm^{-1} con 79,5% (pico 2) representa la tensión simétrica y formas de flexión características de los tetraedros aluminosilicatos ($\text{Si}(\text{Al})\text{O}_4$). La banda de $983,5\text{ cm}^{-1}$ con 72,46% de transmitancia (pico 1) permite identificar la presencia de enlaces simples entre silicio y oxígeno (tabla 1-4).

4.1.2 Zeolita impregnada

La ilustración 2-4 presenta picos que difieren de la ilustración 1-4. Esto se debe a que la zeolita pasó por un proceso de impregnación. Las bandas de los grupos funcionales OH se ubican en el rango de entre $3100\text{ a }3250\text{ cm}^{-1}$ (pico 1). En la tabla 2-4 se observa un valor de número de onda de 3210 cm^{-1} con un porcentaje de transmitancia del 69%. La presencia de esta banda debida al hidróxido de potasio, demuestra que el proceso de impregnación se realizó de forma adecuada. También se observan otras bandas como la de 647 cm^{-1} (pico 3) y 3210 cm^{-1} (pico 1) con 84,95% y 69% de transmitancia que representan el agua que absorbió la zeolita. La banda de $879,38\text{ cm}^{-1}$ con 63,42% (pico 2) de transmitancia demuestra presencia de enlaces entre aluminio y OH.

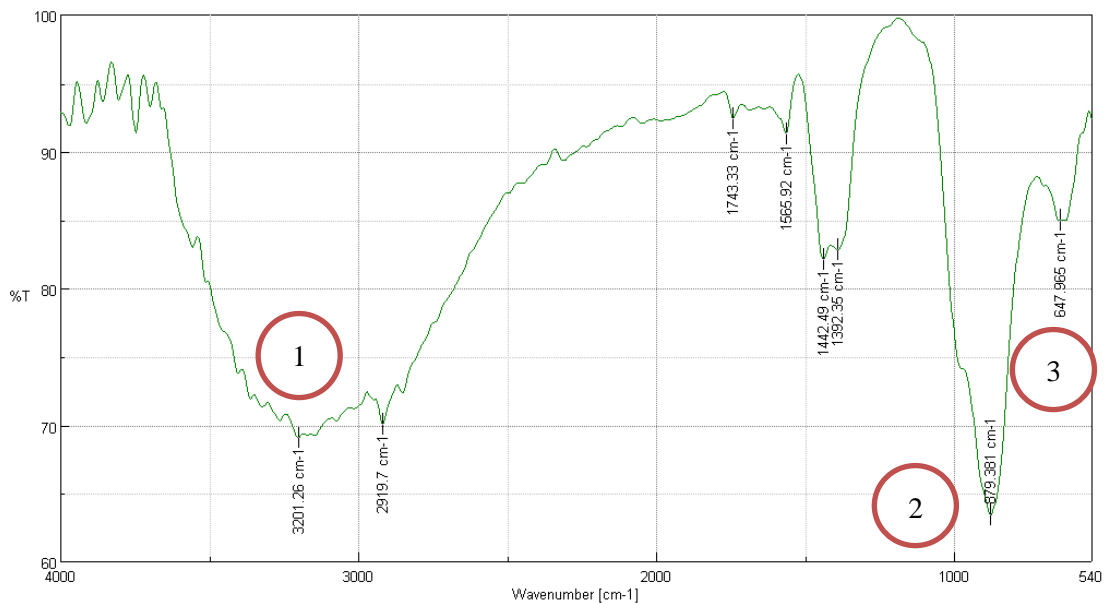


Ilustración 2-4: Gráfico resultado del análisis IR de la zeolita impregnada

Fuente: Laboratorio de Química Analítica. ESPOCH. 2023

Tabla 2-4: Resultados de análisis IR de la zeolita impregnada

Número de onda (cm^{-1})	Transmitancia (%)
3201.26	69.0699
2919.7	70.0296
1565.92	91.3325

879.381	63.4226
647.965	84.9566

Realizado por: Acurio, Carla, 2023.

4.1.3 Caracterización del Biodiésel

En la ilustración 3-4 se aprecian las bandas características de los ésteres metílicos representadas por la deformación axial asimétrica de los enlaces C-O, que se localizan entre los 1200 cm^{-1} a 1300 cm^{-1} de número de onda con un valor de $1241,93\text{ cm}^{-1}$ (pico 2) y 84,66% de transmitancia. Otra banda característica del biodiésel es la del grupo carbonilo ubicada en el rango entre 1750 y 1740 cm^{-1} de número de onda (pico 1), que corresponde a los ésteres. El biodiésel obtenido posee un número de onda de $1739,48\text{ cm}^{-1}$ (pico 1) con un 71% de transmitancia como se observa en la tabla 3-4.

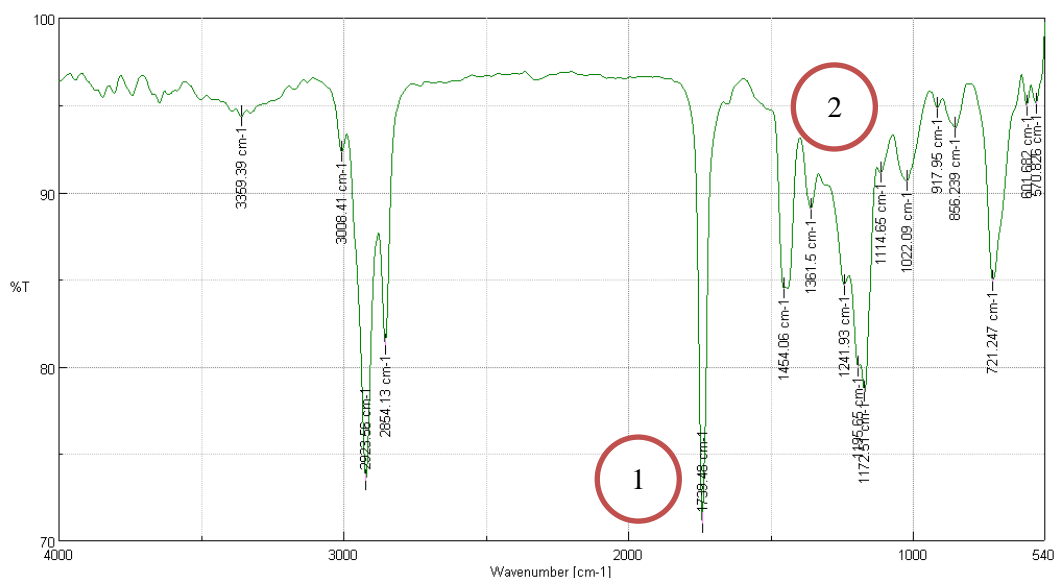


Ilustración 3-4: Gráfico resultado del análisis IR del biodiésel.

Fuente: Laboratorio de Química Analítica. ESPOCH. 2023.

Tabla 3-4: Resultados de análisis IR del biodiésel

Número de onda (cm^{-1})	Transmitancia (%)
3359.39	94.3479
3008.41	73.4746
2854.13	81.2472
1739.48	71.0019
1454.06	84.5048
1361.5	89.0193
1241.93	84.6661
1195.65	79.9844

1172.51	78.5495
1022.09	90.6446
856.239	93.6931
601.682	94.9478
570.826	95.0631

Realizado por: Acurio, Carla, 2023.

4.2 Resultados del análisis de la zeolita impregnada por difracción de rayos X

El análisis DRX permitió obtener un difractograma en un rango de $60^\circ/2\theta$. En la ilustración 4-4 se pueden identificar cuatro tipos de reflexiones en los planos 100, 400 y 500. Las reflexiones ubicadas dentro de los rangos $7-9^\circ$ y $22-25^\circ$ son propias de la estructura cristalina de la zeolita ZSM-5. En el difractograma se identificaron las señales de difracción de 9° , 24° y 32° . Estos resultados permitieron evidenciar la presencia de KOH en la estructura micro porosa de la zeolita, aumentando su cristalinidad, a través de la expansión de sus poros como se muestra en los resultados del trabajo de investigación de Shokrani y Haghghi (2020, p.15), en el cual se impregnó la misma zeolita con bario. Cuando la cantidad de carga del KOH se incrementa de 5 a 10% en peso, los valores del DRX son casi los mismos que el patrón típico de Al_2O_3 porque el KOH se puede dispersar bien en el Al_2O_3 , soporte en forma de monocapa con baja carga de KOH.

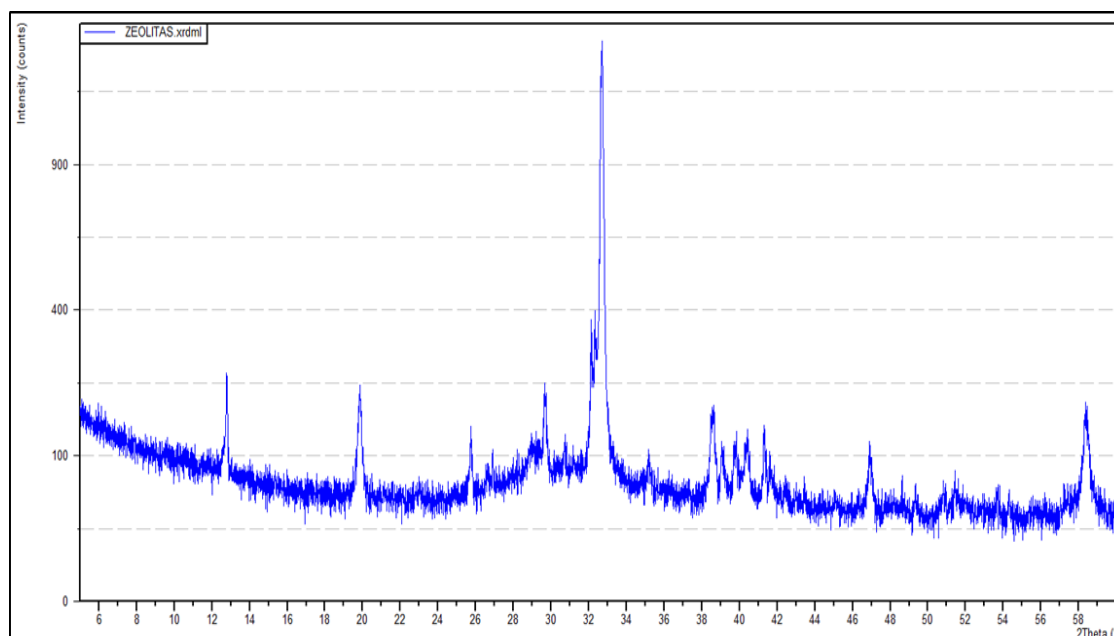


Ilustración 4-4: Difractograma de muestra de zeolita ZSM-5.

Fuente: Centro de Investigación, Quito- Petroecuador, 2023.

4.3 Resultados de los análisis fisicoquímicos del biodiésel

4.3.1 Cálculo de viscosidad y valor de densidad

Se obtuvo un valor de viscosidad cinemática de 0,42 cp. Para establecer el valor de la viscosidad cinemática se realizó el siguiente cálculo en base a la densidad y a la viscosidad dinámica. La densidad del biodiésel obtenida fue de 860 Kg/m³.

Donde:

μ : viscosidad cinemática

ν : viscosidad dinámica

ρ : densidad

$$\mu = \frac{\nu}{\rho}$$

$$\mu = \frac{0,0042 \text{ poise}}{860 \text{ Kg/m}^3} \times \frac{(1000 \text{ mm})^2}{1 \text{ m}^2}$$

$$\mu = 4,88 \text{ mm}^2/\text{s}$$

4.3.2 Análisis de los valores de densidad y viscosidad obtenidos

El biodiésel obtenido tuvo una densidad de 860 Kg/m³, valor que se encuentra en el rango de 860 Kg/m³ hasta 900 Kg/m³ establecido por la normativa ASTM D6751. La viscosidad dinámica del biodiésel fue de 4,88 mm²/s, valor que se acepta como adecuado y está dentro del intervalo de limitado por 1,9 mm²/s y 6,0 mm²/s, según la normativa ASTM D6751. El biodiésel se caracteriza por ser un combustible más ligero y menos viscoso que el diésel, lo cual ofrece grandes ventajas en su uso en motores como: mayor facilidad para ser transportado por bombeo, mayor poder de lubricación, menor oposición de resistencia por parte de las piezas del motor para una mayor vida útil y menor generación de ruido en comparación con combustibles derivados del petróleo (Knothe, 2010, p.165).

4.4 Rendimiento de la obtención de biodiésel

4.4.1 Cálculo del rendimiento

Se realizaron tres ensayos de obtención de biodiésel en base a los cuales se obtuvieron tres rendimientos que fueron calculados como se muestra a continuación.

32 las páginas finales van sin numeración enumere como indica la guía

Primer ensayo:

$$\% \text{ Rendimiento } 1 = \frac{\text{masa biodiesel (Kg)}}{\text{masa aceite (Kg)}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento } 1 = \frac{0,245 \text{ Kg}}{0,3 \text{ Kg}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento } 1 = 81,67 \%$$

Segundo ensayo:

$$\% \text{ Rendimiento } 2 = \frac{\text{masa biodiesel (Kg)}}{\text{masa aceite (Kg)}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento } 2 = \frac{0,260 \text{ Kg}}{0,3 \text{ Kg}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento } 2 = 86,67 \%$$

Tercer ensayo:

$$\% \text{ Rendimiento } 3 = \frac{\text{masa biodiesel (Kg)}}{\text{masa aceite (Kg)}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento } 3 = \frac{0,250 \text{ Kg}}{0,3 \text{ Kg}} \times 100$$

$$\% \text{ Rendimiento } 3 = 83,33\%$$

4.4.2 Cálculo de la media

Para los tres valores de rendimientos obtenidos se tiene:

$$\text{Rendimiento promedio} = \frac{\text{Rendimiento } 1 + \text{Rendimiento } 2 + \text{Rendimiento } 3}{3}$$

$$\text{Rendimiento promedio} = \frac{81,67 + 86,67 + 83,33}{3}$$

Rendimiento promedio = 83,89 %

4.4.3 Cálculo de la desviación estándar

Para el cálculo de la varianza se aplicó la siguiente expresión, donde los valores de x corresponden a cada uno de los rendimientos obtenidos, $n=3$ y $\mu = 83,89$:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=0}^n (x - \mu)}{n}$$

$$S^2 = \frac{(81,67 - 83,89) + (86,67 - 83,89) + (83,33 - 83,89)}{3}$$

$$S^2 = 6,4852$$

Para obtener la desviación estándar se calcula la raíz cuadrada de la varianza.

$$S = \sqrt{6,4852}$$

$$S = 2,5466$$

4.4.4 Análisis del rendimiento obtenido

Se realizaron tres ensayos de obtención de biodiésel y se determinó un rendimiento promedio del 83,89%. Los rendimientos obtenidos en las tres repeticiones de obtención de biodiésel presentaron una desviación estándar de 2,54 lo cual indica que los rendimientos guardan relación estrecha entre sí dentro del intervalo del 83% al 86%. El rendimiento promedio obtenido fue satisfactorio porque se localiza dentro del rango de rendimientos obtenidos en trabajos de investigación en los cuales se utiliza la zeolita ZSM-5 como catalizador. En el trabajo de Feyzi y Khajavi (2014, p.5) se obtuvo un rendimiento del 87,7%, bajo las mismas condiciones experimentales, pero se usó aceite de girasol en lugar de aceite de palma para la reacción de transesterificación.

La calidad del aceite empleado para la obtención de biodiésel influye en el rendimiento obtenido lo cual se comprobó en la investigación realizada por Ortiz y Márquez (2014, p. 19) donde se compara el rendimiento obtenido en base a aceites de girasol, maíz y oliva. El mayor rendimiento fue proporcionado por el aceite de girasol. La naturaleza química del aceite o grasa con que se produce el biodiesel también en la estabilidad a la oxidación, que es causada por el ataque del

oxígeno a los dobles enlaces de los ésteres insaturados, desencadenando una serie de reacciones que forman finalmente compuestos polimerizados. En este aspecto el biodiésel producido a partir de palma es la mejor opción debido a que tienen menor porcentaje de ácidos grasos insaturados en su composición, en comparación con aceites de canola y soja (Ortiz y Márquez, 2014, p.18).

El trabajo de Shokrani y Haghghi (2020, p.12) empleó Ba-Sr soportado en zeolita ZSM-5 como catalizador para la producción de biodiésel en base a aceite residual de cocina compuesto mayoritariamente de aceite de palma, obtuvo un rendimiento del 90,4%. Se puede inferir que el tipo de sustancia empleada para la impregnación de la zeolita es otro factor que afecta al rendimiento del proceso. El presente trabajo de investigación alcanzó un buen rendimiento y muy cercano a los rendimientos obtenidos por trabajos similares donde se utilizó la zeolita como base para la obtención del catalizador. El uso de catalizador a base de zeolita en la producción de biodiésel permite incrementar notablemente el rendimiento del proceso de obtención de biodiésel ya que los procesos donde se utilizan otro tipo de catalizadores no superan el 65% de rendimiento, como se demuestra en el trabajo de Rodríguez et al., (2022, p. 155), en el cual se empleó aceite de soja como materia prima y óxido de calcio como catalizador.

4.5 Resultados del análisis FAME

Los resultados del análisis FAME por cromatografía (Anexo D) presentan los compuestos químicos que conforman el biodiésel producido. De los 13 componentes analizados por cromatografía gaseosa (ver Anexo D), el mayoritario en la muestra fue el éster metílico (Z,Z)-9,12- ácido octadecadienoico con un 38,13%, seguido del éster metílico (Z)-9-ácido octadecenoico con 36,19% de composición. Otros compuestos con composición notable fueron: el éster metílico del ácido dodecanoico con 15,21 % y el estereato de metilo con 6,73% de composición. Los demás compuestos poseen una concentración menor al 1% cada uno y pertenecen al grupo de los ésteres propios del biodiésel. Los ésteres en conjunto conformaron el 92,55% de la muestra analizada, lo cual demostró que se obtuvo biodiésel (Knothe, 2010, p.165).

4.6 Propiedades físicas de la Zeolita ZSM-5

Se realizó una revisión bibliográfica para la determinación de dos propiedades importantes de la zeolita según la investigación realizada por Diego Barzallo, Rafael Lazo, Carlos Medina, Carlos Guashpa, Carla Tacuri y Paúl Palmay (2023, p.7), mediante el equipo de microscopía electrónica de barrido determinaron dos propiedades importantes que es la porosidad con un resultado de $0.10 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ y con una superficie específica de $354 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$.

CONCLUSIONES

- Se determinaron las propiedades físicas y cristalográficas de la zeolita ZSM-5 como microporosidad, mediante el análisis espectrofotometría infrarroja (IR) se observó la presencia de tetraedros (con enlaces silicio-aluminio) estos característicos de los aluminosilicatos y expansión de los poros por la presencia de KOH, mediante análisis por espectrofotometría infrarroja donde se identificaron enlaces silicio-oxígeno y silicio-aluminio con vibraciones simétricas y asimétricas, que conforman los tetraedros característicos de la estructura cristalina de los silicatos. La zeolita presentó cambios a nivel cristalográfico luego del proceso de impregnación, lo cual se evidenció con la presencia de grupos funcionales OH y con los resultados del análisis DRX, mediante el cual se identificó la expansión de la estructura cristalina.
- Se estableció el método de impregnación de KOH en el soporte de zeolitas ZSM-5 que consistió en el intercambio catiónico de NaZSM-5 a HZSM-5, utilizando KOH y agua; agitación con temperatura de 50 °C, filtrado, lavado, secado a 110 °C por 24 horas y calcinación a 450 °C durante 4 horas; para obtención del catalizador.
- Se obtuvo biodiésel a partir del uso del catalizador KOH/zeolita ZSM-5 mediante la reacción de transesterificación a partir de aceite de palma y metanol. El análisis por espectrofotometría de infrarrojo permitió identificar enlaces carbono-oxígeno y el grupo carbonilo, característico de los ésteres y el análisis FAME ayudó a demostrar la obtención de biodiésel con 92,55% de ésteres en su composición. La muestra presentó una densidad de 860 Kg/m³ y 4,88 mm²/s de viscosidad cinemática, valores que cumplen con la normativa ASTM D6751.
- Se realizó el análisis estadístico del rendimiento obtenido en la producción de biodiésel en base a la toma de datos de rendimientos de tres ensayos de laboratorio, gracias a los cuales se determinó un rendimiento promedio del 83,89%, que fue calculado mediante la relación entre kilogramos de biodiésel obtenidos y kilogramos de aceite de palma utilizados para la transesterificación.

RECOMENDACIONES

- Utilizar otros tipos de aceites vegetales y grasas de origen animal para el proceso de transesterificación y comparar los rendimientos obtenidos en la producción de biodiésel para determinar cómo afecta el tipo de materia prima en el mismo.

- Ejecutar un estudio comparativo en la obtención del catalizador a base de zeolita ZSM-5 empleando otros tipos de sustancias como ácidos y compuestos metálicos durante la impregnación.
- Realizar la purificación del subproducto glicerina con la separación de metanol mediante destilación.
- Evaluar métodos por vía seca para purificar el biodiésel obtenido como el uso de bentonitas, gel de sílice y silicato de magnesio para aumentar la vida útil del biodiésel.

BIBLIOGRAFÍA

1. **ALABA, P; et al.** “A comparative study on thermal decomposition behavior of biodiesel samples produced from shea butter over micro- and mesoporous ZSM-5 zeolites using different kinetic models”. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* [en línea], 2016, 126 (2), pp. 1-6. [Consulta: 8 febrero 2023]. ISSN 15882926. Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10973-016-5505-8>.
2. **CALLEJA, A.** *La importancia de las zeolitas* [en línea]. Salamanca-España: Universidad de Salamanca, 2019. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: <http://www.bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volu->.
3. **CASTELLAR, G; et al.** *Transesterificación de aceites vegetales empleando catalizadores heterogéneos. Prospectiva* [en línea], 2014, vol. 12, pp. 90-104. [Consulta: 8 febrero 2023]. ISSN 2389-993. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/4962/496250640010.pdf>.
4. **CHIOSSO, M.** *Desarrollo de catalizadores sólidos ácidos para la eterificación de glicerol obtenido en la producción de biodiésel* [en línea]. Buenos Aires- Argentina: Universidad Nacional de la Plata, 2019. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/106214/Documento_completo.%20E.%20ChiossoOpt.pdf-PDFA.pdf?sequence=1&isAllowed=y.
5. **COSTAFREDA, J.** *Tectosilicatos con características especiales: las zeolitas naturales* [en línea]. Madrid-España: Fundación Gómez Pardo, 2011. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: <http://www.fundaciongomezpardo.es/>.
6. **FERNÁNDEZ, C.** *Síntesis, caracterización y actividad catalítica de zeolitas de tamaño de poro medio en la reacción de reducción de NOx.* [en línea]. Valencia-España: Universidad de Valencia, 2015. [Consulta: 7 febrero 2023]. Disponible en: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/54106/FERN%C3%81NDEZ%20-%20S%C3%ADntesis%20caracterizaci%C3%B3n%20y%20actividad%20catal%C3%ADtica%20de%20zeolitas%20de%20tama%C3%B1o%20de%20poro%20medio%20....pdf>.

7. **FEYZI, M., & KHAJAVI, G.** “*Investigation of biodiesel production using modified strontium nanocatalysts supported on the ZSM-5 zeolite*” . *Industrial Crops and Products* [en línea], 2014, 58(2), pp. 1-7. [Consulta: 8 febrero 2023]. ISSN 09266690. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926669014002179>.

8. **KNOTHE, G.** *Calidad del combustible biodiésel y la norma ASTM*. [blog], Bogotá-Colombia, 2010 [Consulta: 21 enero 2023]. Disponible en: <https://publicaciones.fedepalma.org/index.php/palmas/article/download/1563/1563>.

9. **MEJÍA, F.** *Zeolitas: generalidades, potenciales y sus aplicaciones en energía* [en línea]. Medellín-Colombia: Instituto Tecnológico Metropolitano, 2016. [Consulta: 7 febrero 2023]. Disponible en: <https://repositorio.itm.edu.co/handle/20.500.12622/197>.

10. **NORMAN, E.** *Desarrollo de catalizadores tándem basados en Ni/SiO₂Al₂O₃ y zeolita H-ZSM-5 para la oligomerización de bioetileno a biocombustible de aviación* [en línea]. Valencia-España: Universidad Politécnica de Valencia, 2021. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/190147/Norman%20-%20Desarrollo%20de%20catalizadores%20tandem%20basados%20en%20NiSiO2-Al2O3%20y%20zeolita%20H-ZSM-5%20para%20la%20oli....pdf?sequence=1>.

11. **ORTIZ, D., & MÁRQUEZ, F.** *Producción de Biodiesel a partir de Aceites Vegetales Production of Biodiesel from Vegetable Oils. Ambientis* [en línea], 2014, 13(2), pp. 14-19. [Consulta: 21 febrero 2023]. ISSN 1414-7533. Disponible en: <https://www.osti.gov/servlets/purl/1335897#:~:text=Los%20resultados%20obtenidos%20indican%20que,casos%2C%20inferiores%20al%204.1%25>.

12. **PAPIEZ, M ; et al.** *Decoupling is not enough - Evidence from fossil fuel use in over 130 countries. Journal of Cleaner Production* [en línea], 2022, 37(9), pp. 2-10. [Consulta: 7 febrero 2023]. ISSN 09596526. Disponible en : <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652622044298>

13. **PAREDES, D., 2014.** *Aplicación de un aluminosilicato natural (heulandita) con alta capacidad de intercambio catiónico en la remoción de plomo en aguas contaminadas*

[en línea]. Arequipa-Perú: Universidad Nacional de San Agustín, 2014. [Consulta: 7 febrero 2023]. Disponible en: <http://repositorio.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/2715/IMPalidjm.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.

14. **RODRÍGUEZ, J; et al.** “*Biodiésel production performance by transesterification from used soybean oil*”. *Universidad Unión* [en línea], 2022, 24(2), pp. 150-155. [Consulta: 7 febrero 2023]. ISSN 2411-0035. Disponible en: <https://orcid.org/0000-0003-3295-6130>.

15. **SHOKRANI, R., & HAGHIGHI, M.** *Textural evolution of hierarchical nanostructured ZSM-5 via sono-hydrothermal design by various carbon shapes for efficient biodiesel production. Applied Catalysis B: Environmental* [en línea], 2020, 271(2), pp. 1-14. [Consulta: 8 febrero 2023]. ISSN 09263373. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926337320303556>.

16. **SHU, Q; et al.** “*Synthesis of biodiesel from soybean oil and methanol catalyzed by zeolite beta modified with La³⁺*”. *Catalysis Communications* [en línea], 2007, 8(12), pp. 2159-2165. [Consulta: 8 febrero 2023]. ISSN 15667367. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1566736707001434>

17. **SUS, F.** *Síntesis y caracterización de zeolitas ZSM-5 preparadas en medio fluoruro empleando distintos agentes orgánicos directores de estructura* [en línea]. Valencia-España: Universidad Politécnica de Valencia, 2018. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/114956/memoria_18059721.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

18. **YAN, J.** *The impact of climate policy on fossil fuel consumption: Evidence from the Regional Greenhouse Gas Initiative (RGGI)*. *Energy Economics* [en línea], 2021, 100(15). ISSN 01409883. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0140988321002395#:~:text=The%20first%20factor%20is%20the,As%20a%20result%2C%20emissions%20decline>.

ANEXOS

ANEXO D: ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO DEL BIODIÉSEL



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE PETRÓLEOS, ENERGÍA Y CONTAMINACIÓN



INFORME DE RESULTADOS ÁREA DE PETRÓLEOS CROMATOGRAFÍA GC-MS

Informe N°: 23-037.1
Fecha de emisión: 2023-02-27

Ciente: CARLA GABRIELA ACURIO PRUNA
Contacto: Srta. Carla Acurio
Dirección: Riobamba
Teléfono: 0999833589 **Correo-e:** carla.acurio@esPOCH.edu.ec
Tipo de muestra: BIODIÉSEL
Descripción de la muestra: FAME
Condiciones de la Muestra: Muestra en envase ámbar, con tapa
Fecha de ingreso de muestra: 2023-02-16
Código de la muestra: 23-037.1
Fecha de realización de ensayos: 2023-02-17 al 2023-02-23
Lugar donde se realizaron los ensayos: Laboratorio DPEC – Área de Investigación
Método de ensayo: Cromatografía GC-MS

ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO*				
Número de componente	Tiempo de retención (minutos)	Composición, %	Nombre del componente	Probabilidad, %
1	10,206	0,146	Éster metílico del ácido dodecanoico, (isómero)	62,9
2	12,501	0,463	Tetradecanoato de metilo	66,1
3	14,754	0,195	Hexadec-11-enoato de (Z) metilo	26,0
4	15,073	15,213	Éster metílico del ácido dodecanoico, (isómero)	79,8
5	15,990	0,056	9-heptadecenoato de metilo	22,7
6	16,294	0,128	Éster metílico del ácido heptadecanoico	38,9
7	17,314	38,138	Éster metílico (Z,Z)-Ácido 9,12- octadecadienoico	31,3
8	17,419	36,197	Éster metílico (Z)-Ácido 9-octadecenoico	15,8
9	17,550	0,984	Éster metílico (Z,Z,Z)- Ácido 9,12,15-octadecatrienoico	30,6
10	17,727	6,733	Estearato de metilo	72,8
11	21,148	0,433	Éster metílico del ácido 11-eicosenoico	25,1
12	21,872	0,741	Éster metílico del ácido eicosanoico	66,4
13	26,754	0,573	Éster metílico del ácido docosanoico	53,5

Nota: Los ensayos marcados con (*) no están incluidos en el alcance de acreditación del SAE.

Nota: Los resultados que constan en el presente informe solo están relacionados con la muestra entregada por el cliente al DPEC.

Nota: Los resultados se aplican a la muestra, tal y como se recibió

Condiciones Ambientales. - Presión: 542,0 a 544,3 mm Hg, **Temperatura:** 17,1 a 19,4 °C

^a Información proporcionada por el cliente, el Laboratorio DPEC no se responsabiliza por esta información

Análisis: ABO
Elaborado por: VRT

Revisado por:

Ing. Richard Herrera V.
RESPONSABLE TÉCNICO



Aprobado por:

Ing. Fernanda Toasa L.
RESPONSABLE DE CALIDAD

ADVERTENCIA: EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL DEL INFORME COMPLETO O SOLICITAR UNA COPIA CONTROLADA DEL MISMO. EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR LA REPRODUCCIÓN PARCIAL DE ESTE INFORME

Dirección: Enrique Rither s/n y Bolívar

Teléfono: 2904794 / 2544631 ext. 26
QUITO - ECUADOR

E-mail: fig.secretaria.dpec@uce.edu.ec

MC2201-P05-3

Hoja 1 de 2



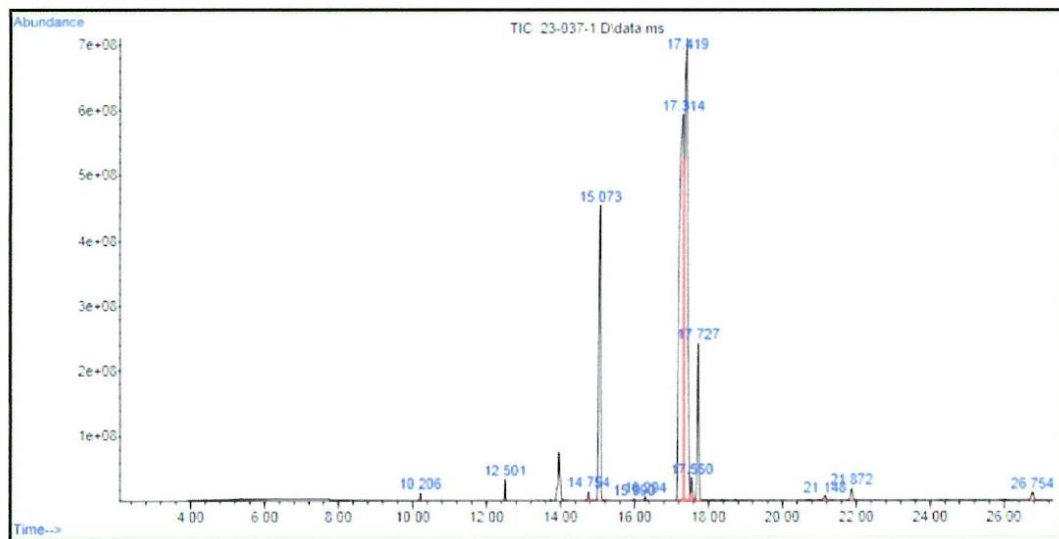
UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE PETRÓLEOS, ENERGÍA Y CONTAMINACIÓN



INFORME DE RESULTADOS
ÁREA DE PETRÓLEOS
CROMATOGRAFÍA GC-MS

ANEXO I

CROMATOGRAMA 23-037.1



--- FIN DEL INFORME ---

Analistas: ABO
Elaborado por: VRT

Revisado por:

Ing. Richard Herrera V.
RESPONSABLE TÉCNICO



ADVERTENCIA: EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL DEL INFORME COMPLETO O SOLICITAR UNA COPIA CONTROLADA DEL MISMO.
EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR LA REPRODUCCIÓN PARCIAL DE ESTE INFORME