



CENTRO DE INVESTIGACION Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
EN ELECTROQUÍMICA, S.C.

DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DEL FUNCIONAMIENTO
DE UN SISTEMA DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL EMPLEANDO UN
REACTOR ULTRASÓNICO DE FLUJO CONTINUO

Tesis

QUE PARA OBTENER EL GRADO ACADEMICO DE

*Maestro en Ciencia y Tecnología con Especialidad en
Ingeniería Ambiental*

PRESENTA

Rosario Arévalo Fuentes



Santiago de Querétaro, Qro., México, 30 de Junio del 2018.



Ciencia y Tecnología

Dr. Luis Antonio Ortiz Frade
Coordinador de Estudios de Posgrado
PICYT – CIDETEQ
Querétaro

Los abajo firmantes, miembros del Comité Tutorial de la alumna ROSARIO ARÉVALO FUENTES una vez leída y revisada la Tesis: **“DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DEL FUNCIONAMIENTO DE UN SISTEMA DE PRODUCCIÓN DE BIODIESEL EMPLEANDO UN REACTOR ULTRASÓNICO DE FLUJO CONTINUO”**, aceptamos que la referida tesis revisada y corregida sea presentada por la alumna para aspirar al grado de Maestra en Ciencia y Tecnología con la opción terminal en INGENIERIA AMBIENTAL durante el Examen de Grado correspondiente.

Y para que así conste firmó la presente a los 19 días del mes de junio del año dos mil dieciocho.

Dr. Francisco Javier Rodríguez Valadez

Dr. Luis Arturo Godínez Mora-Tovar

M. en C. Carlos Hernández Benítez

AGRADECIMIENTOS

Primeramente, le agradezco a Dios por brindarme las fuerzas necesarias para seguir adelante y por haberme dado una familia con quien compartir mis logros.

A mi familia...

Mamá, papá, hermanas (o) y sobrinos (as) quienes han sido mi inspiración a seguir adelante, por respetar cada una de mis decisiones y creer en mí.

A mis asesores...

Dr. Francisco Javier Rodríguez Valadez, por haberme brindado la oportunidad, apoyo y confianza para la realización de mi maestría.

A mis sinodales...

Dra. Evelyn Zamudio Pérez, M. en C. Carlos Hernández Benítez y Dra. Maricela González Leal por tenerme paciencia, por las asesorías, apoyo, compartirme sus conocimientos, haberme ayudado en la realización del proyecto y por haber compartido momentos agradables con su servidora.

A mis compañeros de generación y amigos quienes me han apoyado, brindado su amistad y compartido momentos divertidos y agradables.

A todos y cada uno de mis amigos que tuve la oportunidad de conocer en una de las mejores etapas de mi vida.

A todos ¡MUCHAS GRACIAS!

ÍNDICE

RESUMEN.....	vi
INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO.....	2
1.1 BIODIESEL	3
1.1.1 Ventajas del uso del biodiesel	3
1.1.2 Materias primas para la obtención de biodiesel	4
1.1.3 Métodos para la obtención de biodiesel	5
1.2 Transesterificación	6
1.3 Cavitación.....	7
1.3.1 Tipos de cavitación.....	7
1.4 Ultrasonido	8
1.4.1 Ondas de ultrasonido	8
1.5 Cavitación ultrasónica	9
1.5.1 Transesterificación por ultrasonido	9
1.6 Reactores ultrasónicos.....	10
1.6.1 Parámetros para el diseño de reactores ultrasónicos.	10
2. ANTECEDENTES	12
2.1 Transesterificación convencional	13
2.2 Transesterificación asistida con ultrasonido.....	14
2.3 Reactores con ultrasonido	23
3. JUSTIFICACIÓN.....	25
4. HIPÓTESIS	27
5. OBJETIVOS.....	29
5.1 Objetivo general	30
5.2 Objetivos específicos.....	30
6. METODOLOGÍA	31
6.1 ETAPA 1. PRUEBAS A NIVEL LABORATORIO	33
6.1.1 Reacción de transesterificación	33

6.1.2	Reactivos	33
6.1.3	Equipo	34
6.1.4	Diseño de experimentos	34
6.2	HPLC (High Performance Liquid Chromatography)	35
6.3.1	Diseño del prototipo	36
6.3.2.	Diseño del reactor.....	39
6.3.3	Evaluación del prototipo	40
7.	RESULTADOS Y DISCUSION.....	42
7.1.	ETAPA 1. DISEÑO DE EXPERIMENTOS.....	43
7.2.	ETAPA 2. DISEÑO CONCEPTUAL	46
7.2.1	Definición de criterios para el diseño reactor de cavitación ultrasónica.....	46
7.2.3.	Elementos para el sistema del reactor ultrasónico.	53
7.2.4	Diagrama de entradas y salidas	54
7.2.5	Diagrama de bloques	55
7.2.6	Diagrama PFD.....	56
7.3	Evaluación del funcionamiento del prototipo	60
8.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	65
9.	BIBLIOGRAFÍA.....	68
	ANEXOS.....	72

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Fuentes de obtención de biodiesel [5].	4
Tabla 2. Tecnologías para la producción de biodiesel.	5
Tabla 3. Producción de biodiesel asistida por ultrasonido [22].	21
Tabla 4. Revisión de patentes de reactores ultrasónicos.	24
Tabla 5. Diseño factorial 2^3 .	34
Tabla 6. Matriz de experimentos.	35
Tabla 7. Condiciones experimentales para el prototipo.	40
Tabla 8. Comportamiento de temperaturas y conversión a biodiesel.	43
Tabla 9. Resultados del diseño experimental.	44
Tabla 10. Características de los reactores analizados.	48
Tabla 12. Volumen y Potencia requeridos para el reactor ultrasónico.	49
Tabla 13. Caudal del reactor respecto al tiempo.	49
Tabla 14. Tiempo de retención de estándares en cromatografía HPLC.	74

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Reacción de transesterificación.	6
Figura 2. Características de la onda de ultrasonido.	8
Figura 3. Burbujas de cavitación bajo irradiación ultrasónica [15].	9
Figura 4. Diagrama general de la metodología del proyecto.	32
Figura 5. Procesador ultrasónico.	33
Figura 6. Cromatógrafo de líquidos (HPLC).	36
Figura 7. Metodología para el diseño del prototipo.	37
Figura 8. Metodología para el diseño del reactor ultrasónico.	39
Figura 9. Conversión a biodiesel a diferentes amplitudes.	43
Figura 10. Diagrama de Pareto.	45
Figura 11. Superficie de respuesta.	46

Figura 12. Plano del Cuerpo del reactor ultrasónico en diferentes vistas.	51
Figura 13. Plano del reactor ultrasónico para la generación de cavitación ultrasónica.	52
Figura 14. Diagrama de entradas y salidas en el proceso de producción de biodiesel.....	54
Figura 15. Diagrama de bloques del proceso.	55
Figura 16. Diagrama de flujo de procesos del prototipo utilizando un reactor ultrasónico	58
Figura 17. Plano del Módulo prototipo acoplado un reactor ultrasónico.....	59
Figura 18. Triplicado del blanco evaluado por cromatografía de líquidos.	61
Figura 19. Triplicado del blanco evaluado por cromatografía de gases.....	61
Figura 20. Triplicado usando ultrasonido (US) evaluado por cromatografía de líquidos.....	62
Figura 21. Porcentaje de conversión mediante ultrasonido (US) por cromatografía de gases.....	63
Figura 22. Cromatograma del aceite de soya.	74
Figura 23. Cromatograma de muestra utilizando ultrasonido.	74
Figura 24. Cronograma de gases utilizando ultrasonido.	76

RESUMEN

En el presente trabajo se estudió el efecto de la cavitación por ultrasonido sobre la reacción de transesterificación, mediante el uso de un reactor de ultrasonido de flujo continuo acoplado a un prototipo de producción de biodiesel. El proyecto se dividió en dos etapas:

1. Pruebas a nivel laboratorio: En esta etapa se realizó y analizó un diseño factorial 2^3 para la transesterificación a partir de aceite de soya; las variables estudiadas fueron relación molar alcohol: aceite, porcentaje de catalizador y tiempos de reacción, en sus niveles alto, bajo y un intermedio, con un total de 27 experimentos, utilizando un procesador ultrasónico (sonotrodo) con amplitud al 100%, frecuencia de 26 kHz y potencia de 200W.
2. Diseño de un prototipo y un reactor ultrasónico de flujo continuo, así como su evaluación mediante pruebas iniciales del funcionamiento del mismo. El reactor diseñado es de forma rectangular, consta de 32 transductores distribuidos en 4 caras con frecuencia total de 40 kHz potencia de 1500 W y un volumen total de 9.5 L

Las pruebas experimentales tanto a nivel laboratorio como, en el prototipo, se llevaron a cabo usando aceite de soya grado comercial, hidróxido de potasio (KOH) como catalizador y metanol (MeOH) grado industrial. Los resultados a nivel laboratorio fueron favorables obteniendo porcentajes de conversiones a biodiesel mayores al 93% en promedio, en un tiempo de reacción de 3-8 minutos. Para determinar el rendimiento de conversión de biodiesel se utilizó cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC). En lo referente al diseño del prototipo, se construyó el arreglo propuesto de manera satisfactoria, sin embargo las primeras pruebas realizadas no fueron concluyentes para mostrar el efecto diferenciador de la aplicación del ultrasonido sobre la reacción de Transesterificación.

INTRODUCCIÓN

El aumento de la problemática ambiental por el uso de los combustibles fósiles relacionada con la generación de gases de efecto invernadero, ha propiciado un interés por encontrar alternativas de combustibles más amigables con el medio ambiente, que sean renovables y competitivos con respecto a los combustibles fósiles. En este escenario surge la posibilidad del uso de biocombustibles líquidos, tal como el biodiesel que se produce a partir de aceites vegetales o grasas animales. El biodiesel puede ser producido por transesterificación de triglicéridos con metanol, utilizando un ácido o una base como catalizador. El proceso convencional para la producción de biodiesel se lleva a cabo en reactores discontinuos donde el alcohol, aceite vegetal y el catalizador son alimentados y sometidos a agitación vigorosa constante y calor para mantener una temperatura entre 50 °C y el punto de ebullición del alcohol (65 a 78 °C). El tiempo de reacción necesario para lograr el consumo total del aceite es de aproximadamente 60 minutos o más [1].

Debido a que el metanol y el aceite son inmiscibles, la eficiencia en la mezcla es uno de los factores más importantes para mejorar el rendimiento de la transesterificación. El contacto entre las dos fases se mejora mediante agitación mecánica especialmente a nivel industrial. Algunos investigadores han tratado de superar este problema mediante la aplicación de irradiación de ultrasonido [2]. En la reacción de transesterificación asistida por ultrasonido, se genera el fenómeno de cavitación, que es la formación, crecimiento y colapso de microburbujas, la cual provoca un aumento de temperatura en el límite de las fases y proporciona energía mecánica para la mezcla y la energía de activación requerida para iniciar la reacción. Estos efectos acortan la velocidad de la reacción (tiempos más cortos), temperaturas más bajas y sin necesidad de utilizar agitación, obteniendo rendimientos de biodiesel favorables [3].

1. MARCO TEÓRICO

1.1 BIODIESEL

El biodiesel es un combustible alternativo para motores diésel. Por tener su origen en recursos renovables tiene la ventaja de ser biodegradable y en su uso se reduce la mayoría de las emisiones de escape como monóxidos, hidrocarburos no quemados y partículas sólidas [3]. De acuerdo a la ASTM (America Society for Testing and Material) el biodiesel está compuesto de "ésteres mono alquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de aceites vegetales o grasas animales".

1.1.1 Ventajas del uso del biodiesel

El uso del biodiesel tiene ventajas en comparación con el diésel a base de hidrocarburos, entre las que se encuentran [4]:

- Tiene 10-11% de oxígeno; esto hace que el biodiesel sea un combustible con altas características de combustión.
- Reduce las emisiones netas de dióxido de carbono en un 78% en comparación con el combustible diesel convencional y reduce el humo ocasionado por hollín libre.
- Es renovable, no tóxico, no inflamable, portátil, fácilmente disponible, biodegradable, sostenible, respetuoso del medio ambiente y libre de azufre y contenido aromático.
- No requiere modificación de motor hasta B20. Sin embargo, si se realiza una mezcla mayor los motores pueden necesitar algunas modificaciones menores.
- Tiene un índice de cetano más alto (aproximadamente 60-65 dependiendo del aceite vegetal) que el diésel de petróleo (53), lo que reduce el retraso de encendido.
- La producción se puede aumentar fácilmente y consume menos tiempo, debido a que no hay necesidad de perforar, transportar, o refinar como diésel de petróleo. Por lo tanto, cada país tiene la capacidad de producir localmente biodiesel como combustible.
- Presenta mejores propiedades lubricantes, disminuye el desgaste y aumenta la eficiencia del motor.

1.1.2 Materias primas para la obtención de biodiesel

El biodiesel se puede producir a partir de aceites vegetales y grasas animales. En la Tabla 1 se muestran las principales fuentes de materia prima para la producción del biodiesel [5].

Tabla 1. Fuentes de obtención de biodiesel [5].

Cultivos de extracción de aceite	Grasas animales
<ul style="list-style-type: none">• Soja.• Girasol.• Sésamo.• Ricino.• Colza Mostaza.• Maní.• Aceite de palma.• Aceite residual de cocina.	<ul style="list-style-type: none">• Grasa de pollo (piel y sebo).• Grasa de cerdo (manteca y vísceras).• Grasa vacuna.

La materia prima es uno de los factores fundamentales que impactan en los costos de producción del biodiesel, por ello, se deben seleccionar las grasas y aceites que más convengan y que cumplan con las características necesarias para la obtención del biodiesel.

1.1.3 Métodos para la obtención de biodiesel

El problema principal para la conversión de los triglicéridos a combustible diésel está asociado a la alta viscosidad y baja volatilidad [6]. Para combatir estos problemas se utilizan diversos métodos entre los que se encuentran: dilución o microemulsión, pirolisis, metanol supercrítico y transesterificación (Tabla 2) [7].

Tabla 2. Tecnologías para la producción de biodiesel.

MÉTODO	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Dilución o microemulsión	1. Proceso simple.	1. Alta viscosidad. 2. Mala volatilidad. 3. Mala estabilidad.
Pirolisis	1. Proceso simple. 2. No contamina.	1. Se requiere alta temperatura. 2. El equipo es caro. 3. Bajo grado de pureza.
Metanol supercrítico	1. Sin catalizador. 2. La reacción se lleva a cabo en tiempos cortos. 3. Conversión alta. 4. Buena adaptación.	1. Se requiere alta temperatura y presión. 2. El costo del equipo es alto. 3. Alto consumo de energía.
Transesterificación	1. Las propiedades del combustible se acercan más al diésel. 2. Alta eficiencia de conversión. 3. Bajo costo. 4. Es adecuado para la producción industrial.	1. Se requiere un bajo contenido de ácidos grasos libres y de agua (para el catalizador base). 2. Se producirán contaminantes debido a que los productos deben ser neutralizados y lavados. 3. Se acompaña de reacciones secundarias. 4. La separación de los productos de la reacción es difícil.

La transesterificación es la solución más prometedora al problema de alta viscosidad, además que es una técnica ampliamente disponible para la producción de biodiesel industrializado debido a su alta eficiencia de conversión y bajo costo [7].

1.2 Transesterificación

La conversión química del aceite en su correspondiente éster graso se denomina transesterificación. La transesterificación (también llamada alcoholólisis) es la reacción de un triglicérido de grasa o aceite con un alcohol para formar ésteres y glicerol (Figura 1). Generalmente se utiliza un catalizador para mejorar la velocidad de reacción y el rendimiento [8].

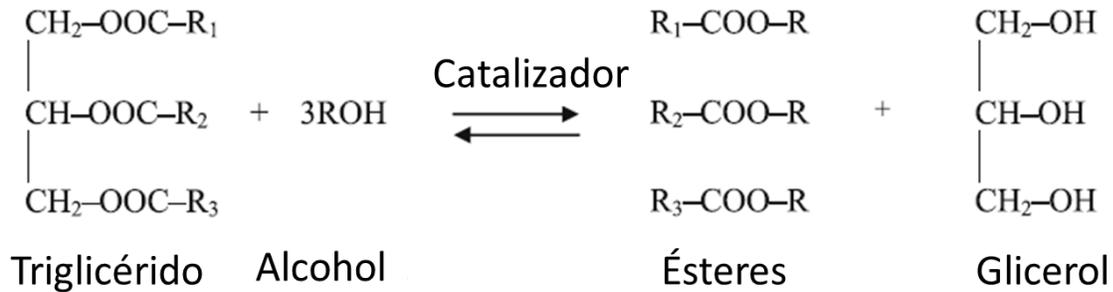


Figura 1. Reacción de transesterificación.

La reacción se desarrolla en una relación molar de alcohol: triglicérido 3 a 1, reaccionando en la metanolólisis 1 mol de triglicérido con 3 moles de alcohol. Químicamente consiste en tres reacciones reversibles y consecutivas donde el triglicérido es convertido consecutivamente en diglicérido, monoglicérido y glicerina; en cada reacción un mol de éster metílico es liberado [9]. Debido a que la reacción de transesterificación es reversible, el exceso de alcohol se utiliza para desplazar el equilibrio al lado del producto [8].

La tecnología de ultrasonido se puede aplicar en la transesterificación de materias primas en la producción de biodiesel. Se sabe que es una herramienta útil para superar el obstáculo de la limitación de la transferencia de masa entre los reactivos. La irradiación ultrasónica en diferentes frecuencias puede tener efectos sobre las reacciones químicas, uno de los más importantes es la cavitación [10].

1.3 Cavitación

La cavitación es la aparición de cavidades de vapor dentro de un medio líquido inicialmente homogéneo, se puede producir en situaciones diferentes de acuerdo con la configuración del flujo y las propiedades físicas del líquido. La cavitación puede definirse como la ruptura de un medio líquido bajo presiones muy bajas [11].

1.3.1 Tipos de cavitación

Se distinguen cuatro diferentes tipos de cavitación de acuerdo a cómo las burbujas son generadas (cómo la energía es absorbida en el líquido) [12]:

- **Cavitación Hidrodinámica:** se produce por variaciones de presión debido a los cambios de geometría del sistema que contiene un flujo de algún líquido.
- **Cavitación Acústica (ultrasonido):** se enfocan ondas acústicas en un líquido que producen cambios de presión local.
- **Cavitación Óptica:** es producida por la ruptura del líquido por fotones de alta intensidad (láser enfocado en el interior de un líquido).
- **Cavitación por Partículas:** es producida por el bombardeo de partículas elementales enfocadas al interior de un líquido.

En el presente trabajo se estudia la cavitación por ultrasonido como mejora en la reacción de transesterificación para producción de biodiesel.

1.4 Ultrasonido

El ultrasonido es una onda de presión longitudinal que tiene una frecuencia de onda más alta que el rango auditivo humano normal. En la ciencia acústica, la clasificación de una onda sonora es según su frecuencia oscilante, de manera que las ondas que tienen frecuencias oscilantes de 0,001 a 10 Hz se denominan sonido infrasónico, y las ondas con frecuencias oscilantes de 16 kHz y superiores se denominan ultrasonidos [13].

1.4.1 Ondas de ultrasonido

Los parámetros fundamentales que caracterizan las ondas de ultrasonido (Figura 2) son la velocidad (c), la longitud de onda (λ), frecuencia (f), la amplitud (A) y la intensidad (I). La intensidad es una medida del flujo de energía acústica a través de una unidad de área de los medios en una unidad de tiempo y la frecuencia se refiere al número de veces que pasa una cresta de onda en un punto determinado por unidad de tiempo [14].

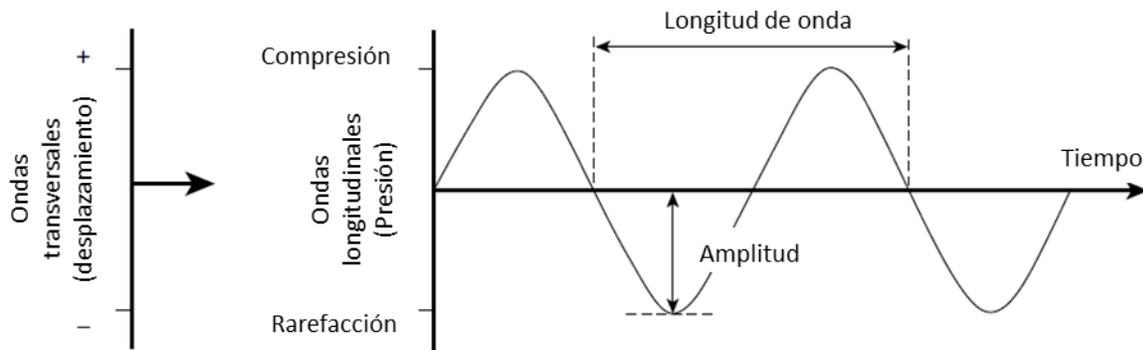


Figura 2. Características de la onda de ultrasonido.

1.5 Cavitación ultrasónica

Las ondas ultrasónicas consisten en una sucesión cíclica de expansión (rarefacción) y fases de compresión impartidas por vibración mecánica. Los ciclos de compresión ejercen una presión positiva y empujan las moléculas líquidas juntas, mientras que los ciclos de expansión ejercen una presión negativa y separan las moléculas. Cuando la amplitud de presión excede la resistencia a la tracción del líquido en las regiones de rarefacción, se forman pequeños huecos llenos de vapor llamados burbujas de cavitación. El fenómeno de la cavitación consiste en la repetición de tres etapas distintas: formación (nucleación), crecimiento rápido (expansión) durante los ciclos hasta alcanzar un tamaño crítico y colapso violento en el líquido como se muestra en la (Figura 3) [15].

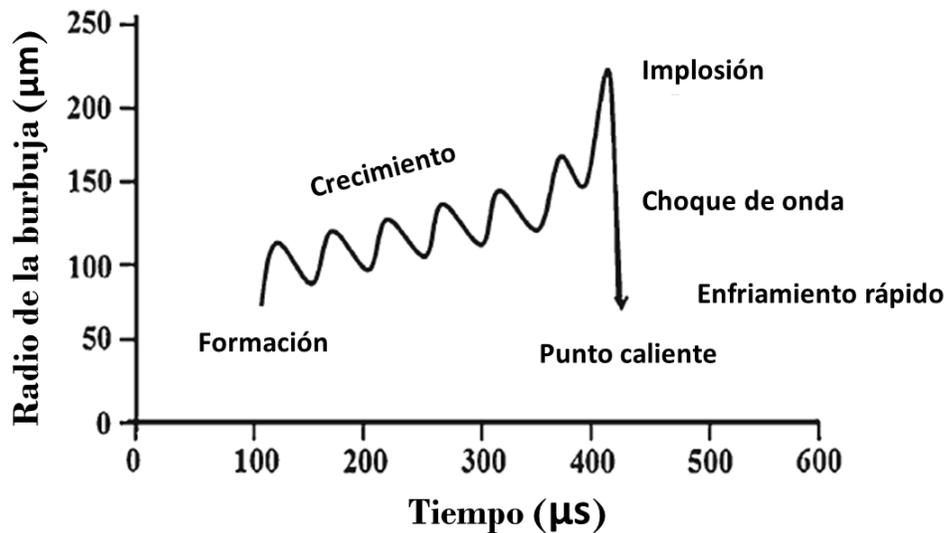


Figura 3. Burbujas de cavitación bajo irradiación ultrasónica [15].

1.5.1 Transesterificación por ultrasonido

La irradiación por ultrasonido en procesos químicos mejora la transferencia de materia y las reacciones químicas, ofreciendo la posibilidad de tiempos de reacción más cortos y condiciones físicas menos extremas. Se ha demostrado que la cavitación aumenta de manera eficiente la

velocidad de la reacción de transesterificación, ya que al mismo tiempo favorece el aumento de temperatura, la agitación como consecuencia de la formación y el colapso de multitud de las microburbujas [16].

1.6 Reactores ultrasónicos

En general, los procesos para la producción de biodiesel comerciales se basan en tecnologías discontinuas o reactores continuos de tanque agitado por sus siglas en ingles CSTR (continuos stirred tank reactor), en las que un catalizador básico se solubiliza en metanol. Los reactores por lotes son fáciles de operar y caracterizar a escala de laboratorio, pero a escala industrial hay menos flexibilidad y la transferencia de masa entre las fases se vuelve problemática. En estas tecnologías, la agitación disminuye vigorosamente la resistencia de transferencia de masa entre los reactivos, y el catalizador homogéneo contribuye a aumentar las velocidades de reacción; pero aun así, el metanol es poco soluble en aceite (6-8% a 60° C) y la agitación es insuficiente para formar una emulsión fina de MeOH-aceite. El ultrasonido supera las limitaciones de transferencia de masa relacionadas con la síntesis de biodiesel tanto para la transesterificación como para la esterificación en reactores discontinuos y CSTR, ya sea con catalizadores homogéneos o heterogéneos [17].

1.6.1 Parámetros para el diseño de reactores ultrasónicos.

En el caso de los reactores sonoquímicos, son de importancia primordial dos aspectos de la dinámica de la cavidad: el tamaño máximo alcanzado por la cavidad antes de un colapso violento (dicta la intensidad de cavitación) y la vida de la cavidad (decide el volumen de cavitación activo) [18].

Los principales parámetros a considerar durante el diseño de los reactores ultrasónicos son:

Frecuencia: La selección de la frecuencia de irradiación para cualquier transformación fisicoquímica depende predominantemente de los efectos deseados a saber, físico o químico. A alta frecuencia se reducirá el efecto de cavitación porque (1) la presión negativa producida por el ciclo de rarefacción es insuficiente en duración y/o intensidad para iniciar la cavitación o (2) ciclo de compresión ocurre más rápido que el tiempo de colapso de las microburbujas. Con una frecuencia más baja, se producirán cavitaciones más violentas, lo que resultará en temperaturas y presiones localizadas más altas.

Potencia: Otro factor importante que impacta en los efectos de la cavitación es la cantidad de energía que ingresa en el líquido, así como el área de los transductores utilizada para dicha transferencia de energía. Estudios indican que la distribución de burbujas en términos de tamaño, número de burbujas, tiempo de vida máximo y presión de colapso son funciones complejas de la tasa de disipación de potencia.

Propiedades fisicoquímicas del líquido: Las propiedades fisicoquímicas de la fase líquida que afectan el fenómeno de cavitación y, por lo tanto, los efectos de cavidad para la aplicación dada, incluyen la presión de vapor, la viscosidad y la tensión superficial.

Diseño y geometría del reactor: El número y la ubicación de los transductores afectan el comportamiento hidrodinámico y las características de mezcla en el reactor.

2. ANTECEDENTES

Uno de los obstáculos en la industrialización y comercialización del biodiesel son los costos de producción. Por lo tanto, el uso de aceites comestibles residuales puede reducir los costos de producción de biodiesel en un 60-90%. En un esfuerzo por producir biodiesel de mayor calidad a menores costos, se están usando diversos procesos novedosos para disminuir el tiempo de reacción, la cantidad de alcohol, el catalizador y particularmente la temperatura de reacción. Debido a que el metanol y el aceite son inmiscibles, la eficiencia de mezcla es uno de los factores más importantes para mejorar el rendimiento de la transesterificación. El contacto entre las dos fases se mejora por la agitación mecánica especialmente a nivel industrial. Algunos investigadores han tratado de superar este problema mediante la aplicación de irradiación de ultrasonido mediante el fenómeno de cavitación. La cavitación como fuente de energía para procesos químicos se estudia cada vez más debido a su capacidad para generar altas temperaturas y presiones en condiciones casi ambientales [19].

2.1 Transesterificación convencional

La transesterificación convencional se lleva a cabo a temperaturas altas y agitación vigorosa, para obtener una buena conversión a biodiesel, la reacción puede tardar en promedio 4 horas. Estudios como los realizados por Li y colaboradores (2012), reportan que para obtener una conversión del 96% de biodiesel utilizando hidróxido de potasio como catalizador, a partir de aceite de soya se requiere de aproximadamente 2 horas a una temperatura de 45°C [20]. De acuerdo a Dennis y colaboradores (2010) la producción de biodiesel a partir de diferentes tipos de aceites como: Colza, Canola, Girasol y *Pongamia pinnata* catalizadas con KOH y NaOH, con relaciones molares de 6:1, 9:1, 6:1 y 6:1 a temperaturas de 65, 60, 60 y 65 °C, y con tiempos de reacción de: 2, 1, 2 y 3 horas se obtuvieron conversiones de 95, 80, 97, 97% respectivamente [21], esto a nivel laboratorio.

2.2 Transesterificación asistida con ultrasonido

En la Tabla 3 se muestra una recopilación de estudios de transesterificación asistida por ultrasonido utilizando KOH como catalizador homogéneo. Como se puede observar, en todos los casos las conversiones de biodiesel son superiores al 90% independientemente de la relación frecuencia: energía, tipo de materia prima (aceite de soya, aceite de girasol, aceite de canola, aceite de algodón, incluso mezclas de éstos mismos), tipo de reactor ultrasónico (sonicación directa o indirecta), porcentaje de catalizador (KOH), temperatura y relación molar aceite: alcohol. Las concentraciones óptimas de catalizador oscilan notablemente desde el 0.7 hasta el 2% en peso, con tiempos de reacción inferior a 30 minutos, con una relación molar alcohol: aceite 6:1 en la mayoría de los casos. Cabe destacar que algunos procesos de transesterificación se llevaron a cabo a temperatura ambiente y en otros casos aumentando la temperatura hasta los 60 °C; el uso de energía es variable ya que algunos estudios mostraron alta eficiencia en la conversión de biodiesel (99.4%) con el uso mínimo de energía (14.5 W), en cambio otros con alto consumo de energía (2400 W) mostraron una menor eficiencia (92%).

Tabla 3. Producción de biodiesel asistida por ultrasonido [22].

Tipo de reactor ultrasónico	Frecuencia (kHz): energía (W)	Materia prima	% en peso de catalizador	Temperatura (°C)	Relación molar alcohol :aceite	Tiempo de reacción (min)	Conversión de biodiesel (%)
sonicación directa (sonda)	25 kHz:300 W	Aceite mezclado (50% de canola, 30% de palma)	KOH; 1	20-30	Metanol; 6:1	5	87-91
sonicación directa (sonda)	20 kHz:300 W	Aceite mezclado (50% de canola, 30% de palma)	KOH; 2	25	Metanol; 6:1	5	98.3
sonicación indirecta (baño)	45 kHz:2400 W	Aceite	KOH; 0.7	40	Metanol; 6:1	20	92
sonicación directa (sonotrodo)	20 kHz:2000 W	Aceite residual de comida	KOH; 1	20-25	Metanol; 4:1	0.93	93.8
sonicación indirecta (baño)	20 kHz:600 W	Aceite de babasú	KOH; 1	30	Etanol; 6:1	10	97

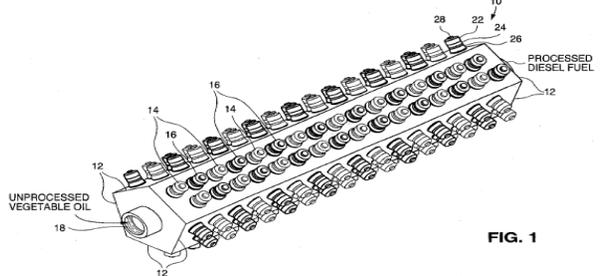
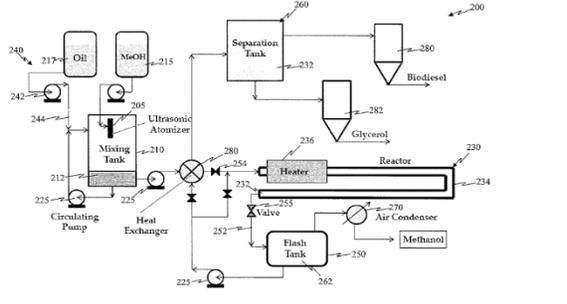
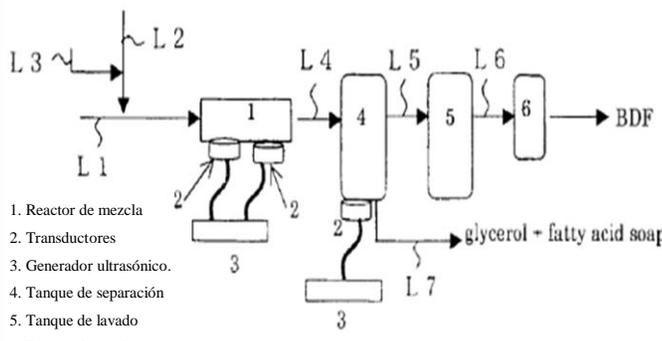
sonicación directa (dispositivo ultrasónico)	24 kHz:200 W	Aceite de <i>Jatropha curcas</i>	KOH; 0.75		Mezcla Metanol- Etanol 3:3; 6:1	7	99
sonicación indirecta (baño)	40 kHz:1200 W	Triglicérido	KOH; 1	35	Metanol; 6:1	25	98
sonicación directa (transductor)	581 kHz:143 W	Aceite de soya	KOH; 0.75	25	Metanol; 6:1	30	92.5
sonicación directa (transductor)	40 KHz	Aceite de algodón crudo	KOH; 1	25	Metanol; 6:1	5	92
sonicación directa (dispositivo ultrasónico)	20 kHz:14.5 W	Aceite de soya	KOH; 1	40	Metanol; 6:1	15	99.4
sonicación directa (sonda)	20 kHz:750 W	Aceite de soya	KOH; 1	60	Etanol; 12:1	2	97.6

2.3 Reactores con ultrasonido

Debido a que el uso de ultrasonido para la reacción de transesterificación ha mostrado ser efectivo, se estudió el diseño y evaluación de reactores sonoquímicos para llevarlos a mayor escala centrándose en frecuencias, potencias y tiempos de residencia. Thanh y colaboradores (2010) construyeron y evaluaron un reactor ultrasónico continuo con frecuencia de 20 kHz y potencia de 1kW en un proceso de dos etapas con un tiempo de residencia en el reactor de 0.93 minutos en total, obteniéndose una conversión a biodiesel del 93.8% en peso [22]. Por otro lado en el trabajo desarrollado por Cintas y colaboradores (2010) utilizaron un reactor con tres transductores (21.5 kHz), variando potencias de 500, 600 y 700 W y velocidades de flujo en un intervalo de 25-100 mL/min, en donde se llevó a cabo la reacción en dos formas; 1) a 45 ° C con frecuencia de 21.5 kHz, 600 W y caudal de 55 mL/min durante 1 hora; 2) la reacción se realizó en dos pasos: primero un calentamiento convencional bajo agitación mecánica (30 min a 45 °C), seguido de la irradiación ultrasónica a la misma temperatura (35 min, 600 W, caudal 55 mL/min), los resultados mostraron que con cualquiera de las dos formas se obtuvo una conversión completa [23]. En contraste Mahamuni y colaboradores (2009), estudiaron un reactor multifrecuencia, donde las variables de frecuencia fueron: 323 kHz, 581 kHz, 611 kHz y 1.3 MHz y potencias en un rango de 13 a 223 W, logrando así una conversión mayor al 90% con una frecuencia de 611 kHz y potencia 139 W en 30 min de reacción, concluyendo que de 4 frecuencias diferentes 611 kHz fue efectiva en comparación con las otras [24].

Por otra parte, se llevó a cabo una revisión de patentes de reactores de ultrasonido, en los que se muestran algunas características y componentes principales del reactor (Tabla 4). En el caso de Of y colaboradores (2014), trabajaron sobre el diseño del reactor y arreglo de los transductores [25], en tanto que hay otras patentes enfocadas al desarrollo del sistema completo [26] y en la implementación de un proceso en dos etapas [27].

Tabla 4. Revisión de patentes de reactores ultrasónicos.

DISEÑO	COMPONENTES	CARACTERÍSTICAS	PATENTE
 <p>FIG. 1</p>	<p>Reactor circular en forma de pentágono; transductores - Reactor en forma de cilindro; transductores.</p>	<p>Reactor con cinco caras, con capas de transductores en cada una de ellas; uso de dos frecuencias diferentes al mismo tiempo</p>	<p>[25]</p>
	<p>Tanques de separación; bombas, válvulas, tanque de mezclado, tanques de materia prima, atomizador, calentador, reactor ultrasónico.</p>	<p>Uso de un atomizador para la creación de microgotas para el control de la reacción.</p>	<p>[26]</p>
 <p>1. Reactor de mezcla 2. Transductores 3. Generador ultrasónico. 4. Tanque de separación 5. Tanque de lavado 6. Tanque de producto</p>	<p>Líneas de suministro, transductores, tanque de separación, tanque de lavado.</p>	<p>Uso de ultrasonido en el tanque de separación</p>	<p>[27]</p>

3. JUSTIFICACIÓN

La producción de biodiesel se lleva regularmente a cabo por la reacción de transesterificación de triglicéridos en fase homogénea y utilizando un catalizador alcalino, como el hidróxido de potasio o de sodio. A pesar de que los porcentajes de conversión son eficientes, la reacción de transesterificación se lleva a cabo en tiempos largos y temperaturas relativamente altas. Es por ello que se estudian nuevos procesos o mejoras en los mismos, con el fin de que sean más eficientes.

Se ha reportado que la aplicación de cavitación controlada y el ultrasonido a diferentes frecuencias tienen un efecto positivo en la reacción de transesterificación [28]. Dado que al aplicar un rango de frecuencias distintas provoca diferente régimen de flujo lo que genera el fenómeno de cavitación y éste a su vez facilita la formación de una microemulsión entre los triglicéridos de las grasas y aceites, el metanol y el catalizador, además de generar zonas de alta temperatura y presión, favoreciendo la reacción.

El fenómeno de cavitación disminuye las limitaciones de transferencia de masa, por lo que en este punto la reacción de transesterificación puede llevarse a cabo en pocos minutos a temperatura ambiente, presión atmosférica, y con una mínima cantidad de catalizador. En consecuencia, los costos de producción, tiempos de reacción, así como el consumo de energía a gran escala pueden disminuir considerablemente, además de que se obtiene glicerina con un grado mayor de pureza, por lo que es más fácil su aprovechamiento.

4. HIPÓTESIS

Mediante el uso de un reactor ultrasónico de flujo continuo, la reacción de transesterificación se llevará a cabo en tiempos más cortos, en comparación con la transesterificación convencional, lo que permitirá una optimización en la producción de biodiesel.

5. OBJETIVOS

5.1 Objetivo general

Diseñar, construir y evaluar el funcionamiento de un sistema de producción de biodiesel empleando un reactor ultrasónico de flujo continuo.

5.2 Objetivos específicos

- Determinar las condiciones óptimas para la reacción de transesterificación mediante el uso de un sistema de ultrasonido a nivel laboratorio (sonotrodo).
- Diseñar el prototipo para la producción de biodiesel incluyendo el reactor ultrasónico.
- Construir el prototipo para la producción de biodiesel y realizar pruebas iniciales de funcionamiento.

6. METODOLOGÍA

En esta sección se muestra la metodología utilizada para el desarrollo del presente proyecto el cual se divide en dos etapas (Figura 4), 1) Pruebas a nivel laboratorio y 2) Ingeniería del prototipo incluyendo el diseño del reactor ultrasónico. Además de un estudio del consumo de energía.

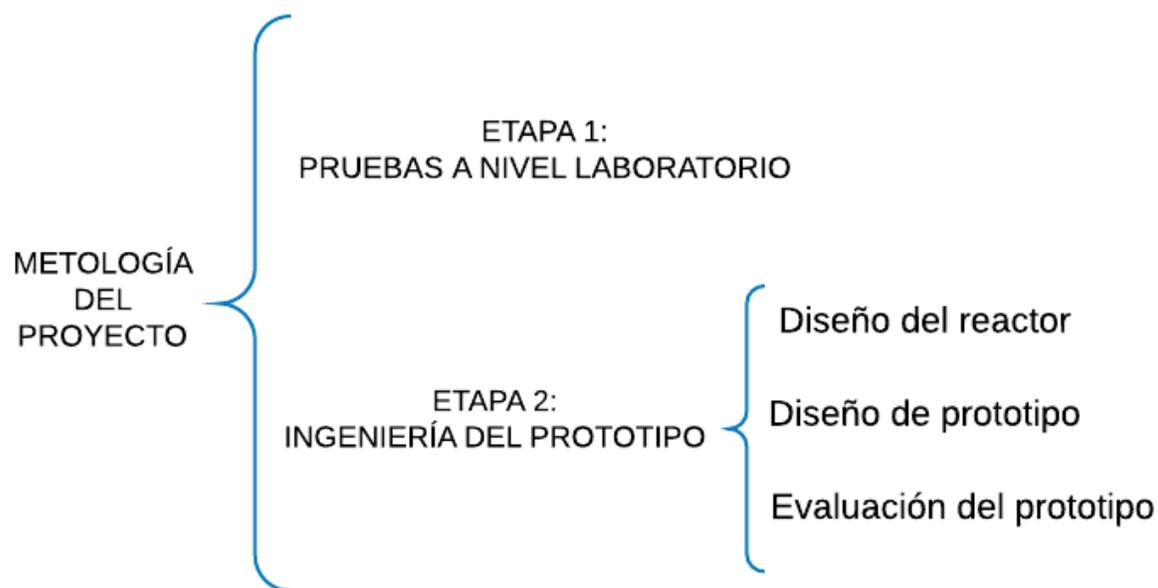


Figura 4. Diagrama general de la metodología del proyecto.

Esta página fue eliminada debido a que su contenido es información clasificada como confidencial de acuerdo con el Artículo 113 Fracción II de la Ley Federal de Transparencia y Acceso a la Información Pública.

6.1.3 Equipo

Las pruebas de aplicación de ultrasonido se realizaron usando los siguientes equipos:

- Procesador ultrasónico UP200St digital de 200 W de potencia y 26 kHz de frecuencia. Amplitud ajustable del 20 al 100% y con sonotrodo de titanio modelo S26d14, diámetro de 14 mm y longitud aproximada de 80 mm.
- Cromatógrafo de líquidos HPLC, marca Agilent modelo 1260 Infinity, con una columna modelo Zorbax Eclipse XDB-C18 (3 x 150 mm con 5 micras de tamaño de partícula).
- Balanza analítica marca OHUS (PA224C).

6.1.4 Diseño de experimentos

Una vez que se identificó la amplitud con la que se obtuvieron mejores resultados de porcentaje de conversión a biodiesel, se prosiguió a realizar un diseño factorial 2^k . El diseño experimental 2^3 se realizó por triplicado, con un total de 27 pruebas, donde las variables fueron: relación molar alcohol: aceite, porcentaje de catalizador y tiempo de reacción, en sus niveles bajo (-1), alto (+1) y un intermedio (0), como se muestra en la Tabla 5.

Tabla 5. Diseño factorial 2^3 .

	FACTORES	UNIDADES	NIVELES (-1, 0 ,+1)
A	Relación molar	-	6:1, 8:1, 10:1
B	Catalizador (KOH)	% Peso	0.5 , 0.75, 1
C	Tiempo de reacción	Minutos	3, 5, 8

Cabe mencionar que para el diseño factorial la reacción de transesterificación se llevó a cabo con el procesador ultrasónico, empleando una frecuencia de 26 kHz, 200W de potencia y 80 % de amplitud, con un volumen de 500 mL. La experimentación se llevó a cabo de acuerdo a la matriz arrojada en el programa statgraphics (Tabla 6).

Statgraphics es un software que está diseñado para facilitar el análisis estadístico de datos. Mediante su aplicación es posible realizar un análisis descriptivo de una o varias variables utilizando gráficos que expliquen su distribución o calculando sus medidas características. Entre sus muchas prestaciones, también figuran el cálculo de intervalos de confianza, contrastes de hipótesis, análisis de regresión, análisis multivalentes, así como diversas técnicas aplicadas en Control de Calidad [29].

Tabla 6. Matriz de experimentos.

Experimento	Relación molar A	Catalizador B	Tiempo C
	-	%	Min.
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	0	0	0
6	-1	-1	1
7	1	-1	1
8	-1	1	1
9	1	1	1

6.2 HPLC (High Performance Liquid Chromatography)

Para cuantificar la conversión de metil éster de ácidos grasos (biodiesel) las muestras obtenidas en la reacción de transesterificación se analizaron mediante HPLC (Figura 5), usando las condiciones experimentales que se presentan en el Anexo A. La cromatografía líquida (HPLC), es una técnica utilizada para separar los componentes de una mezcla y consiste en una fase estacionaria no polar (columna) y una fase móvil, donde la fase móvil actúa de portador de la muestra [30]. Las muestras se filtraron utilizando filtros de 0.45 µm antes de ser analizadas en cromatografía de líquidos.



Figura 6. Cromatógrafo de líquidos (HPLC).

6.3 ETAPA 2. INGENIERÍA DEL PROTOTIPO

En esta etapa del proyecto se llevó a cabo la revisión bibliográfica de reactores ultrasónicos tipo batch y flujo continuo, búsqueda de proveedores, determinación de parámetros de operación, para determinar el diseño del prototipo así como del reactor ultrasónico.

6.3.1 Diseño del prototipo

Para el diseño del prototipo se siguió la metodología mostrada en la Figura 6 en la que se determinaron parámetros de operación y componentes (materiales y/o equipos).

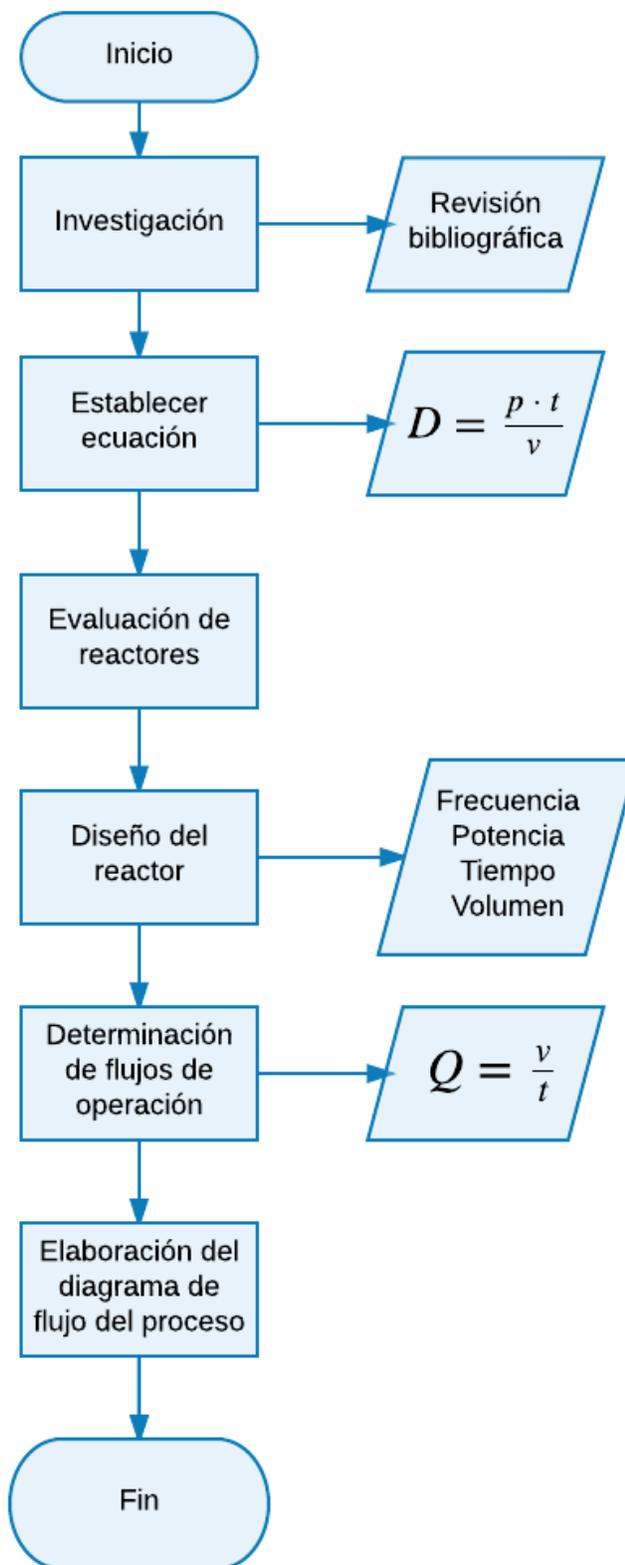


Figura 7. Metodología para el diseño del prototipo.

Revisión bibliográfica: Se realizó una revisión en artículos y patentes de reactores ultrasónicos tipo batch y flujo continuo, para conocer el estado del arte.

Ecuación: Se estableció una ecuación, donde se involucraran los principales factores, en este caso, la frecuencia, potencia y tiempos en lo que se lleva a cabo la reacción, así como su volumen, que está dada por:

$$D = \frac{P*t}{v} \quad \text{Ecuación (1)}$$

Donde:

D: Dosis

P: Potencia

t: Tiempo

v: Volumen

Evaluación de reactores: Una vez establecida la ecuación, se prosiguió a evaluar y analizar las dosis de los reactores ultrasónicos tipo batch y flujo continuo reportados para tener referencias, e iniciar con el presente reactor y prototipo.

Diseño del reactor: Para el diseño del reactor se tomó como referencia lo realizado anteriormente y la metodología en específico se presenta en la sección 7.2.2.

Determinación de flujos: Se establecieron los flujos de operación del prototipo y éste a su vez varía la dosis. Los flujos fueron calculados empleando la ecuación 2.

$$Q = \frac{v}{t} \quad \text{Ecuación (2)}$$

Q: el caudal o flujo

v: volumen

t: tiempo

Elaboración del diagrama de flujo de proceso: Se elaboró el diagrama de flujo de proceso para determinar las etapas, los componentes del prototipo, medidas, especificaciones y operación, este se llevó a cabo con el programa Visio.

6.3.2. Diseño del reactor

Para definir el diseño del reactor ultrasónico se realizó una búsqueda de proveedores y se seleccionaron los parámetros de operación (frecuencias, potencias, dimensión), la metodología general se describe en la Figura 7.

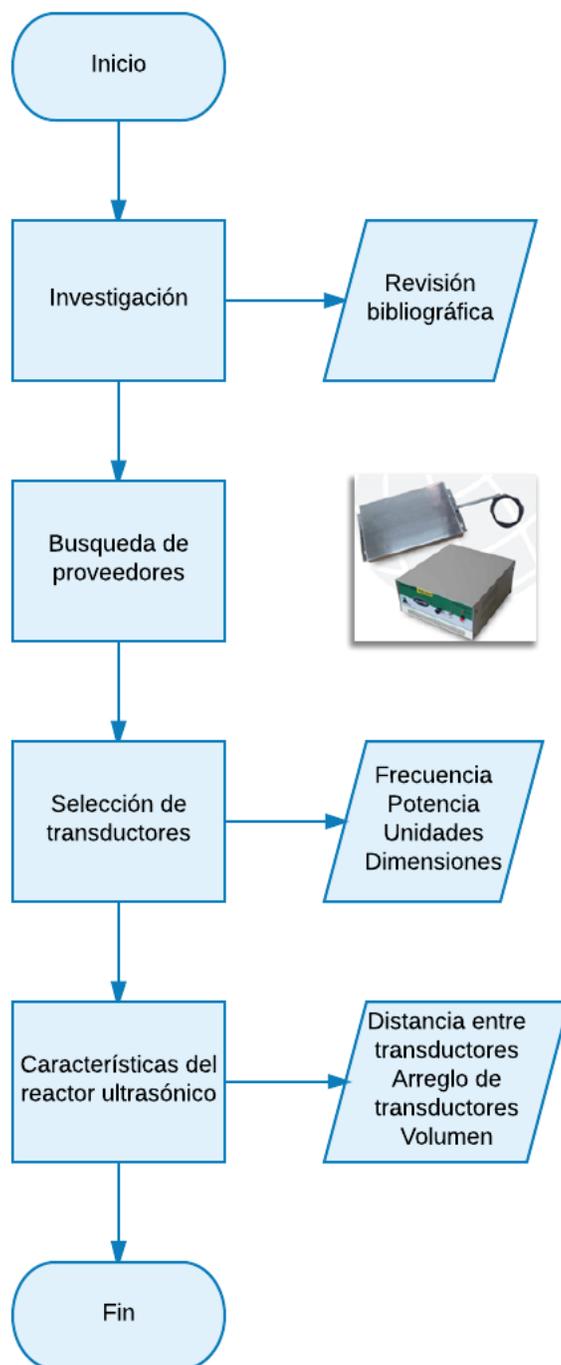


Figura 8. Metodología para el diseño del reactor ultrasónico.

Revisión bibliográfica: Se llevó a cabo una revisión del uso de cavitación por ultrasonido y de reactores ultrasónicos tipo batch y flujo continuo para la producción de biodiesel, esto para identificar las frecuencias, potencias y diseños.

Búsqueda de proveedores: Se realizó una búsqueda de proveedores de transductores, para conocer lo que se encontraba disponible en el mercado en cuanto al diseño y características de los mismos.

Selección de transductores: De acuerdo a lo ofertado por el proveedor, se determinaron frecuencias, potencias y unidades de los transductores.

Características del reactor ultrasónico: De acuerdo a las características de los transductores y con base en las recomendaciones proporcionadas por el proveedor, se establecieron las dimensiones del reactor, volumen y arreglo de los transductores en el reactor.

6.3.3 Evaluación del prototipo

Para evaluar el funcionamiento del prototipo con el reactor ultrasónico, se determinaron las mejores condiciones con base en las pruebas a nivel laboratorio con las cuales se obtuvieron los mejores resultados de conversión a biodiesel. Las condiciones establecidas se muestran en la Tabla 7. Los reactivos empleados fueron aceite de soya grado comercial, metanol grado industrial e hidróxido de potasio como catalizador.

Tabla 7. Condiciones experimentales para el prototipo.

Relación molar		Catalizador %	Tiempo de reacción (min)	Flujo (Q) L/min
Alcohol	Aceite			
6	1	0.5	15	0.633

Esta página fue eliminada debido a que su contenido es información clasificada como confidencial de acuerdo con el Artículo 113 Fracción II de la Ley Federal de Transparencia y Acceso a la Información Pública.

7. RESULTADOS Y DISCUSION

7.1. ETAPA 1. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

En la Figura 8 se muestran los porcentajes de conversión a biodiesel en función de las tres amplitudes utilizadas (50, 60 y 80%), donde se observa que conforme aumenta la amplitud también aumenta el porcentaje de conversión a biodiesel. El mayor rendimiento de conversión fue del 97%, el cual se obtuvo al trabajar con una amplitud de 80% con tiempos de reacción de 5 minutos, esto debido a que a mayor amplitud aumenta la liberación de energía sobre la reacción.

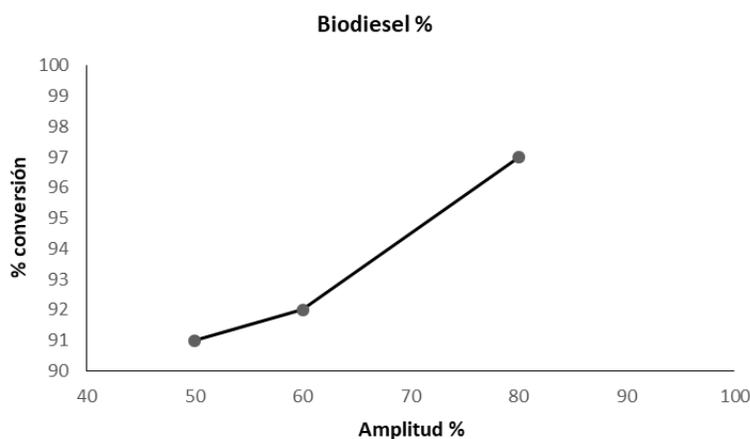


Figura 9. Conversión a biodiesel a diferentes amplitudes.

Una vez seleccionada la amplitud con la que se obtuvo el mejor resultado, se analizó el porcentaje de conversión a biodiesel y el comportamiento de la temperatura respecto al tiempo de sonicación, los cuales se presentan en la Tabla 8.

Tabla 8. Comportamiento de temperaturas y conversión a biodiesel.

Tiempo (min.)	Temperatura inicial °C	Temperatura final °C	% de Biodiesel
1	24	43	66
2	43	59	67
3	59	67	82
4	67	68	84
5	68	70	86

Los resultados obtenidos muestran que la conversión a biodiesel se ve favorecida por el tiempo de sonicación, obteniéndose un 86 % a los 5 minutos de iniciar el proceso. Además de que la temperatura aumenta drásticamente alcanzando los 70 °C en los 5 minutos. Gude y Grant (2013) reportaron que para la reacción de transesterificación en una temperatura de reacción entre 45 – 60 °C puede conducir a resultados favorables [31].

Diseño de experimentos

Los porcentajes de conversión analizados por cromatografía de líquidos (HPLC) empleando cavitación ultrasónica fueron mayores al 90 % prácticamente en todas las condiciones establecidas en el diseño, estos se ubicaron entre el 74 y el 99 % (Tabla 9). Los resultados obtenidos fueron semejantes a lo reportado por Hanh y colaboradores (2009), quienes trabajaron en condiciones semejantes (40 kHz, 1200 W, relación molar alcohol – aceite 6:1 y KOH al 1%) obtuvieron una conversión del 90% en un tiempo de reacción de 5 minutos [32].

Tabla 9. Resultados del diseño experimental.

No.	Relación	Catalizador	Tiempo	Conversión a biodiesel %		
			de reacción	1	2	3
	----	%	Min.	1	2	3
on1	6:1	0.5	3	90	93	96
2	10:1	0.5	3	63	77	80
3	6:1	1	3	96	95	94
4	10:1	1	3	98	96	98
5	8:1	0.75	5	98	97	96
6	6:1	0.5	8	95	98	91
7	10:1	0.5	8	99	99	98
8	6:1	1	8	97	99	98
9	10:1	1	8	98	97	98

A partir de los datos experimentales se realizó un análisis de la varianza (ANOVA), resultados que se observan en la Figura 9. Como se aprecia, los factores porcentaje de catalizador (B) y tiempos de reacción (C) tienen efectos significativos sobre la conversión de biodiesel en su nivel alto, mientras que la relación molar parece no tener influencia sobre la respuesta. Dicho comportamiento se puede observar en la superficie de respuesta (Figura 10) estimada a partir de la ecuación 3, en donde se presenta la influencia de los factores B y C, en donde se puede llegar a obtener un porcentaje de conversión cerca del 98% en sus niveles óptimos.

La concentración del catalizador es un factor crítico que determina el proceso de transesterificación, el uso de concentraciones inadecuadas de catalizador (ya sea alta o baja) pueden dar como resultado un bajo rendimiento de biodiesel (Gude y Grant, 2013) [31]. La alta actividad catalítica depende de que el catalizador posea sitios básicos fuertes (Dorado y colaboradores, 2004) [33]. Por otro lado se ha reportado que a tiempos de reacción muy cortos (0.5 minutos), el metanol no reacciona y se forman suspensiones inestables (Gude y Grant, 2013) [31].

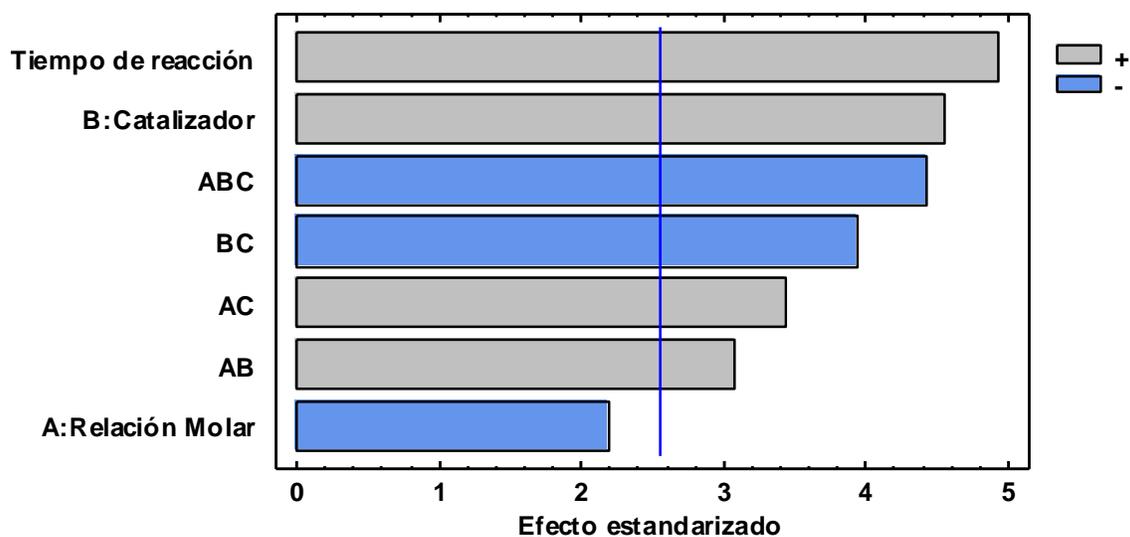


Figura 10. Diagrama de Pareto.

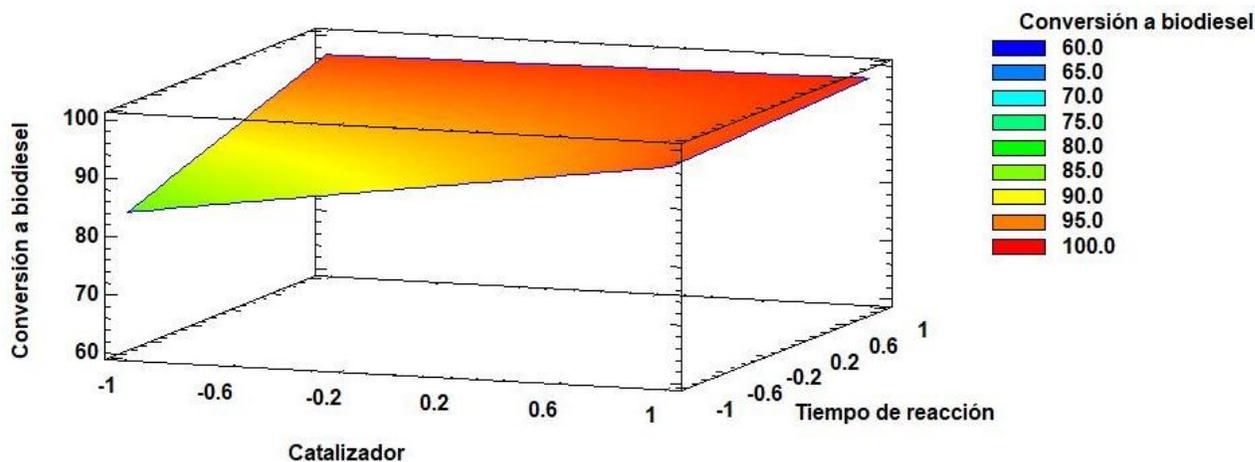


Figura 11. Superficie de respuesta.

$$\text{Conversión a biodiesel (\%)} = 94.01 - 1.64A + 3.42B + 3.70C + 2.30AB + 2.57AC - 2.95BC - 3.32ABC \text{ Ecuación (3)}$$

7.2. ETAPA 2. DISEÑO CONCEPTUAL

7.2.1 Definición de criterios para el diseño reactor de cavitación ultrasónica

La definición de los criterios para el diseño del reactor y del prototipo de cavitación ultrasónica se llevó a cabo después de una revisión bibliográfica de artículos y patentes de reactores ultrasónicos tipo batch en flujo continuo. Dentro de dichos criterios se determinaron la frecuencia, potencia, volumen y tiempo de residencia, debido a que estos factores se relacionan entre si y a su vez afectan directamente la reacción.

El volumen del reactor ultrasónico fue determinado basándose en estudios previos dentro del grupo de trabajo, donde se proponía un reactor con 1800 W de potencia y volumen de 25 L con tiempo de retención de 10 minutos, de aquí se obtuvo la dosis en el reactor que sería de 720 W*min/L utilizando la ecuación 2.

Posteriormente se revisaron artículos de reactores ultrasónicos tipo batch y flujo continuo, y se calculó la dosis a la que operaban (Tabla 10). Al realizar la comparación se observó que la dosis propuesta en nuestro trabajo estaba por debajo en comparación con los estudios previos, por tal motivo y de acuerdo a la disponibilidad de potencia de los transductores

encontrados en el mercado se consideró aumentar la potencia a 6000 W para obtener un valor aproximado a lo revisado, lo que resulto una dosis de 2390.4 W*min/L.

$$Dosis = \frac{6000W * 10 \text{ min}}{25.1L} = 2390.4 \frac{W * \text{min}}{l}$$

Considerando el volumen de materias primas y residuos que se generaría, se ajustaron los parámetros para el reactor. Se ajustó la potencia basado en la disponibilidad de los transductores encontrados en el mercado, siendo ésta de 1500 W y el tiempo para reducir el volumen, de la ecuación 1 se despejó el volumen, determinando que este sería de 9.5 L.

$$V = \frac{1500W * 15 \text{ min}}{2390.4 \frac{W * \text{min}}{L}} = 9.41 L$$

Tabla 100. Características de los reactores analizados.

Frecuencia (kHz)	Potencia (W)	Volumen del reactor (L)	Tiempo de residencia (Minutos)	Conversión (%)	Dosis (Intensidad/volumen, W*min/L)	Referencia
15,25,35 y 40	200	5.6	55	97	1964.3	[34]
28, 40 y 70	1800	15	15	98	1800.0	[35]
20 y 50	800	0.187	5	75	21390.4	[36]
40	1500	9.5	5 -20	N/A	789.4 – 3157.89	Grupo de trabajo de BDA/CIDETEQ

*BDA Biodiesel Avanzado

Con los valores calculados de potencia y de volumen (Tabla 11) se calcularon la dosis y el caudal a trabajar en el reactor ultrasónico a diferentes tiempos (Tabla 12). Para ello se emplearon las ecuaciones 1 y 2.

Tabla 11. Volumen y Potencia requeridos para el reactor ultrasónico.

Volumen del reactor	
Litros (L)	Galones (gal)
9.5	2.5
Potencia (W)	1500

Tabla 12. Caudal del reactor respecto al tiempo.

Tiempo (min)	Intensidad (W*t/L)	Caudal (Q)	
		L/min	gal/min
5	789.47	1.9	0.5019
10	1578.95	0.95	0.2510
15	2368.42	0.6333	0.1673
20	3157.89	0.4750	0.1255

Otros parámetros a considerar para el diseño del reactor ultrasónico fueron la frecuencia, potencia y número de transductores, éstos basados en el set de ultrasonido existente en el mercado y finalmente la distribución de los transductores en el reactor ultrasónico, los cuales se discutirán más adelante.

Esta página fue eliminada debido a que su contenido es información clasificada como confidencial de acuerdo con el Artículo 113 Fracción II de la Ley Federal de Transparencia y Acceso a la Información Pública.

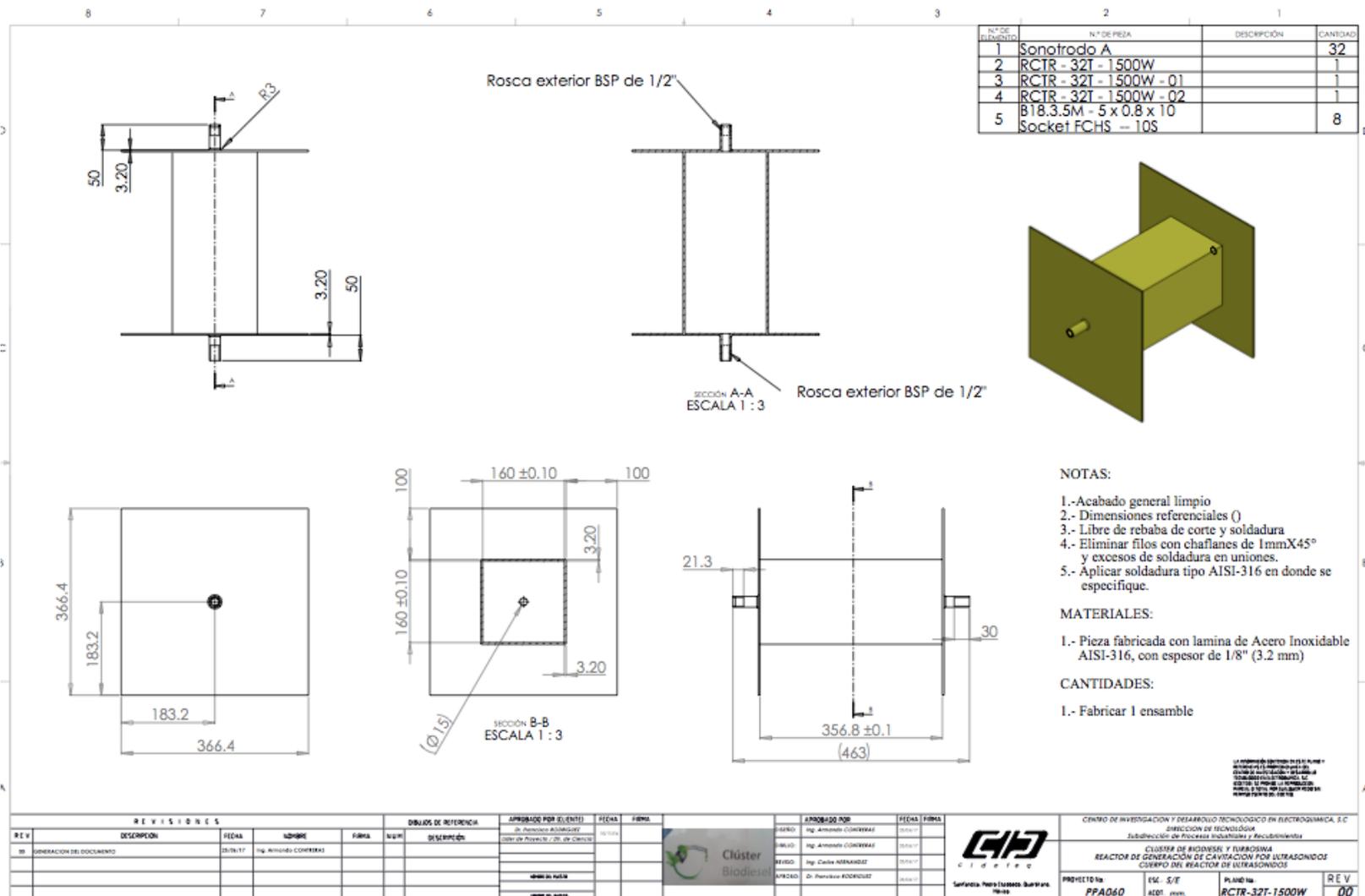


Figura 12. Plano del Cuerpo del reactor ultrasónico en diferentes vistas.

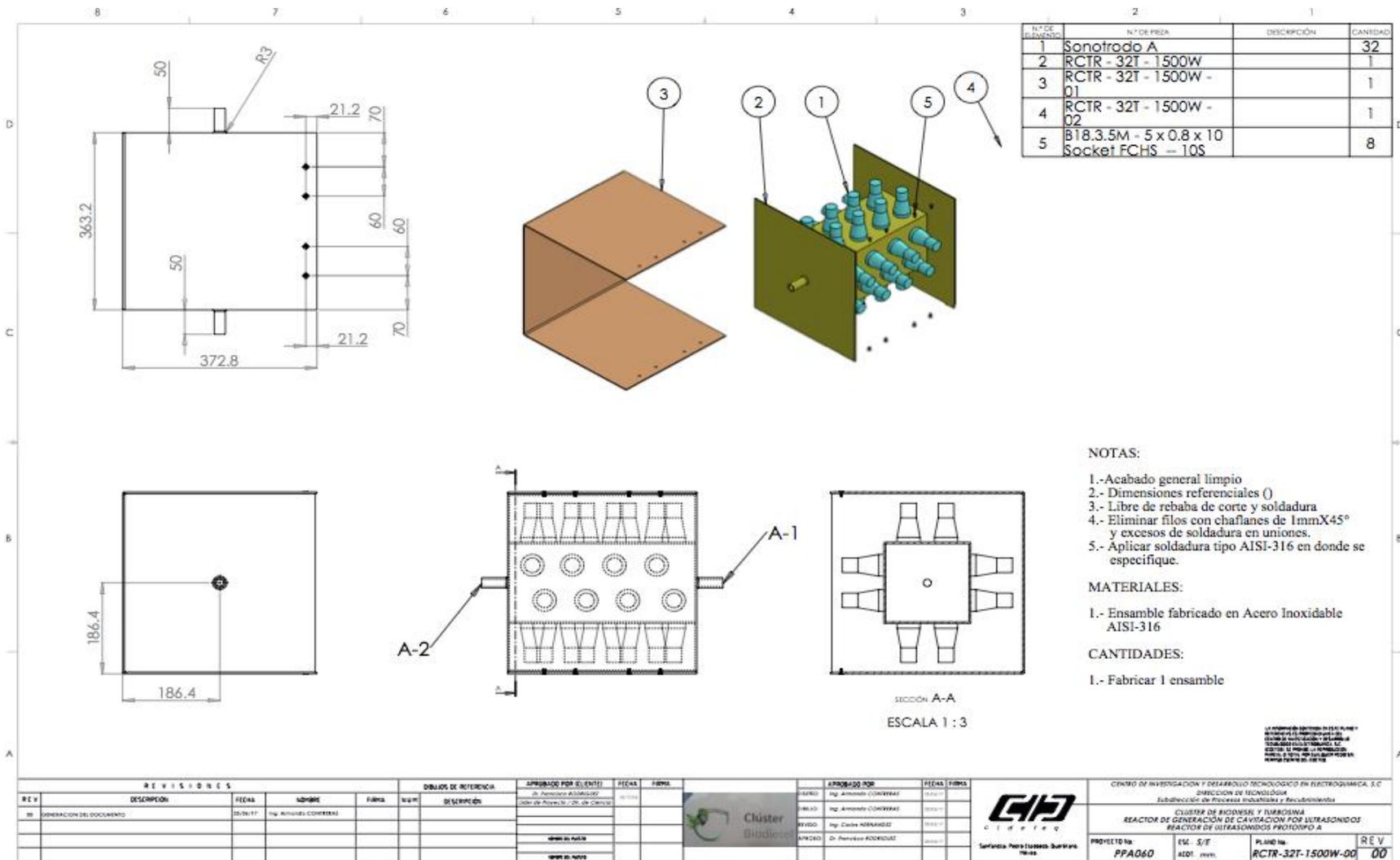


Figura 13. Plano del reactor ultrasónico para la generación de cavitación ultrasónica.

7.2.3. Elementos para el sistema del reactor ultrasónico.

Los elementos que conforman el sistema del reactor ultrasónico se conforman principalmente por:

- Bomba mca: hydra-cell mod: g (f20e) tipo multidiafragmas fabricada con cabezal en polipropileno y diafragmas de buna n, acoplada a motor vectorial a torque constante de 0.5hp/1800 rpm/230-460v/3f/60hz. rango de control para el gasto requerido: 10 a 40 hz.
- Bomba de diafragma para recirculación.
- Termómetro Mod. 5000 de 63 mm, rango de temperatura de 0+150°C, Bulbo con niple roscado fijo de acero inoxidable316 de 100 mm x 9 mm de diámetro; para instalación en línea de 1/2".
- Flujómetro, caudal máximo de 1 gpm 1/2" NPT(F).
- Condensador Graham con Juntas 24/40, 600 mm 18360 Kimax.
- Válvula de bola de PVC Ced. 80 de 1/2".
- Válvula de bola de plástico PVC Ced. 80 de 1/2" NPT (M).
- Tubería de PVC Ced. 80.

7.2.4 Diagrama de entradas y salidas

En la figura 13 se muestra el diagrama de entradas y salidas, donde se identifica cómo entran el aceite, el metanol y el hidróxido de potasio al reactor de sonicación, en tanto que a la salida se obtiene el biodiesel y la glicerina.



Figura 14. Diagrama de entradas y salidas en el proceso de producción de biodiesel.

7.2.5 Diagrama de bloques

La figura 14 muestra el diagrama de bloques de proceso donde se establece una primera operación donde se mezclan el aceite, el metanol y el hidróxido de potasio. Posteriormente, esta mezcla se bombea al reactor de ultrasonido donde se lleva a cabo la reacción de transesterificación y finalmente se conduce a un tanque que permite separar el biodiesel de la glicerina.

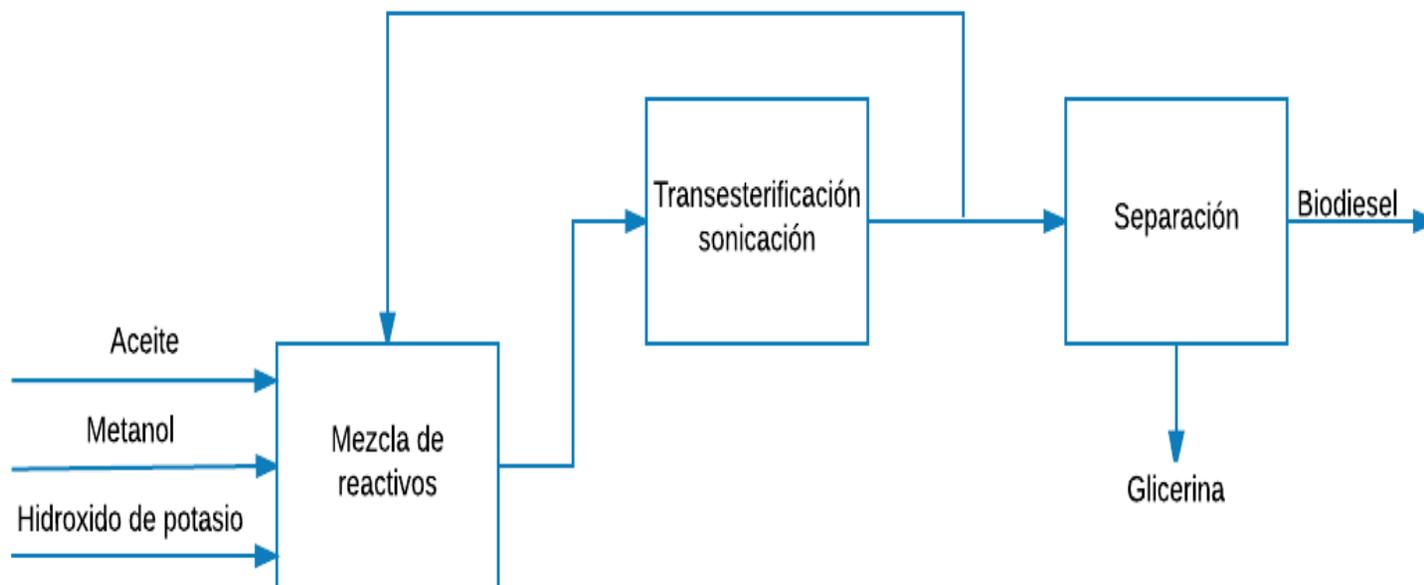


Figura 15. Diagrama de bloques del proceso.

7.2.6 Diagrama PFD

El diagrama de flujo del proceso (Figura 15) se describe en 3 líneas:

- **Línea 1** - Del tanque de mezcla (TM-01) al reactor ultrasónico (RU-01):

El proceso inicia en el tanque de mezcla (TM-01) con volumen de 21.7 L y dimensiones de 22 x 22 x 45cm de largo, ancho y altura respectivamente. En él se lleva a cabo la mezcla de aceite de soya, metanol e hidróxido de potasio mediante una bomba de recirculación, el TM-01 a su vez consta de un serpentín de enfriamiento (SE-01) con la finalidad de disminuir la temperatura en caso de requerirse; cuenta con un condensador (C-01) en la tapa del tanque, para evitar fuga de metanol, además de una bomba de recirculación (BR-01) para ayudar a la mezcla de los componentes. Esta mezcla se bombea al reactor ultrasónico (RU-01) a partir de una bomba dosificadora (BD-01), con flujo de 0.4 a 2 L/m además cuenta con un indicador de flujo (IF-01) con rango de 0.4-4 LPM y con un indicador de temperatura (IT-01) de 0-150 °C.

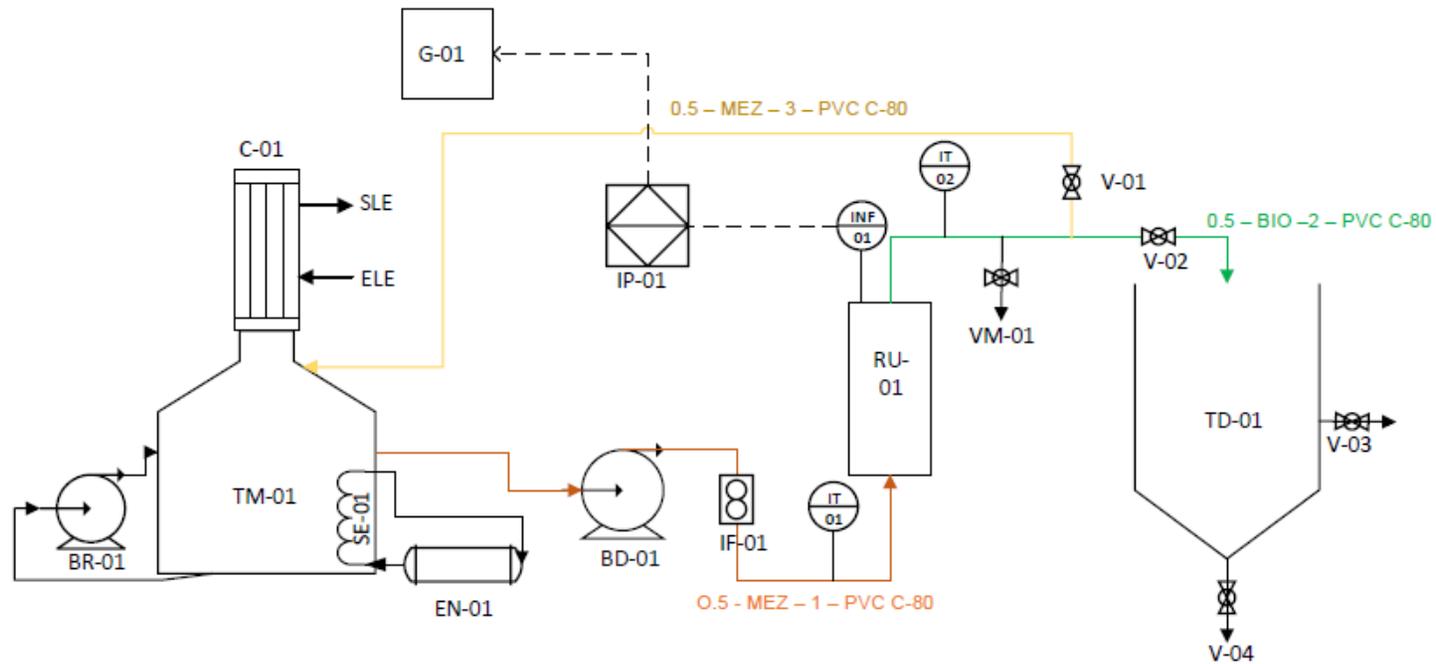
- **Línea 2** - Del reactor ultrasónico (RU-01) al tanque de decantación (TD-01):

En el reactor ultrasónico se lleva a cabo la reacción de síntesis de biodiesel, el cual está diseñado para trabajar a flujo continuo, éste se llena de forma ascendente; cuenta con un indicador de nivel de flujo (INF-01), el cual sirve para que al llenarse el reactor se enciendan los generadores de ultrasonido y evitar que éstos se dañen al trabajar en vacío, mediante un indicador programable (IP-01) manda la señal al generador (G-01) para que se encienda (esto cuando el reactor esté lleno en su totalidad). Después de pasar por el reactor (RU-01) se encuentra un segundo indicador de temperatura (IT-02). En esta línea se encuentra una válvula (VM-01) bola de PVC Ced. 80 de 1/4" NPT (M) y espiga cónica para la toma de muestra; más adelante se encuentra la válvula (V-02) bola de PVC Ced. 80 de 1/2" para descargar en el tanque de decantación (TD-01). En el tanque de decantación se lleva a cabo la separación de fases de glicerina y biodiesel, para ello cuenta con dos válvulas más (V-03 y V-04) para la descarga.

- **Línea 3** - Del reactor ultrasónico (RU-01) al tanque de mezcla (TM-01):

En caso de que al tomar muestra después del RU-01 se detecte que no existe una conversión a biodiesel satisfactoria, se puede hacer una recirculación al TM-01 para iniciar de nuevo el proceso de cavitación ultrasónica en el reactor.

El reactor ultrasónico junto con todos los componentes están soportados en un módulo construido con PTR 1 1/2" (Figura 16).



TM-01 Tanque de mezcla
TD-01 Tanque de decantación
BD-01 Bomba dosificadora
BR-01 Bomba para recirculación
IF-01 Flujómetro
C-01 Condensador
ELE Entrada del líquido de enfriamiento
SLE Salida del líquido de enfriamiento
SE-01 Serpentin de enfriamiento
EN-01 Enfriador
IT-01 Indicador de temperatura

IT-02 Indicador de temperatura
INF-01 Indicador de nivel del flujo
RU-01 Reactor ultrasónico
IP-01 Indicador programable
G-01 Generador
V-01 Válvula de bola
V-02 Válvula de bola
V-03 Válvula de bola
V-04 Válvula de bola
VM-01 Válvula de toma de muestra

Q = 0.475 L/min - 1.9 L/min
T = 50 °C
TM-01 = 22 L
RU-01 = 9.5 L
TD-01 = 80 L

NOTA: El indicador programable mandará una señal al generador para encenderse cuando se asegure que el reactor ultrasónico esté completamente lleno, a través del indicador de nivel de flujo.

Figura 16. Diagrama de flujo de procesos del prototipo utilizando un reactor ultrasónico

Esta página fue eliminada debido a que su contenido es información clasificada como confidencial de acuerdo con el Artículo 113 Fracción II de la Ley Federal de Transparencia y Acceso a la Información Pública.

7.3 Evaluación del funcionamiento del prototipo

Para llevar a cabo la evaluación del funcionamiento del prototipo, las muestras tomadas en las diferentes corridas se analizaron por cromatografía de líquidos con base en las áreas y tiempos de retención de los metil ester (Anexo B), y por cromatografía de gases utilizando la fórmula del método EN 14103 (Anexo C) [37]. Las pruebas se realizaron con cavitación ultrasónica (US) y sin cavitación ultrasónica (blanco).

Todas las pruebas fueron realizadas de acuerdo a lo descrito en la metodología:

- Relación molar 6:1.
- 0.5 % de catalizador.
- Flujo de 0.66 L/min.
- Tiempo de residencia de 15 minutos.

PRUEBA 1. BLANCO

En la Figura 17 se muestran los porcentajes de conversión a biodiesel obtenidos, de acuerdo a los resultados obtenidos por cromatografía de líquidos (HPLC), como se mencionó en la metodología se tomaron un total de 7 muestras en cada prueba, una cada 5 minutos. La primera en el tanque de mezcla (tiempo -15), la segunda en la salida del reactor (tiempo 0) y posteriormente cada 5 minutos allí mismo. Se establece una escala negativa, considerando que la mezcla tarda 15 minutos en llenar el reactor, y estableciendo que el valor de cero es el momento en que el biodiesel empieza a salir del reactor.

Los resultados obtenidos muestran que sin hacer uso del ultrasonido la conversión desde la mezcla fue cercano al 50%, aunque una de las pruebas por triplicado permitió obtener sólo el 28%. Después de los 30 minutos de proceso la conversión aumentó un poco hasta alcanzar cerca del 55% en dos de los casos y un poco por debajo del 50% para la tercera repetición. Para este caso el aumento de la temperatura fue de 3°C a lo largo del proceso.

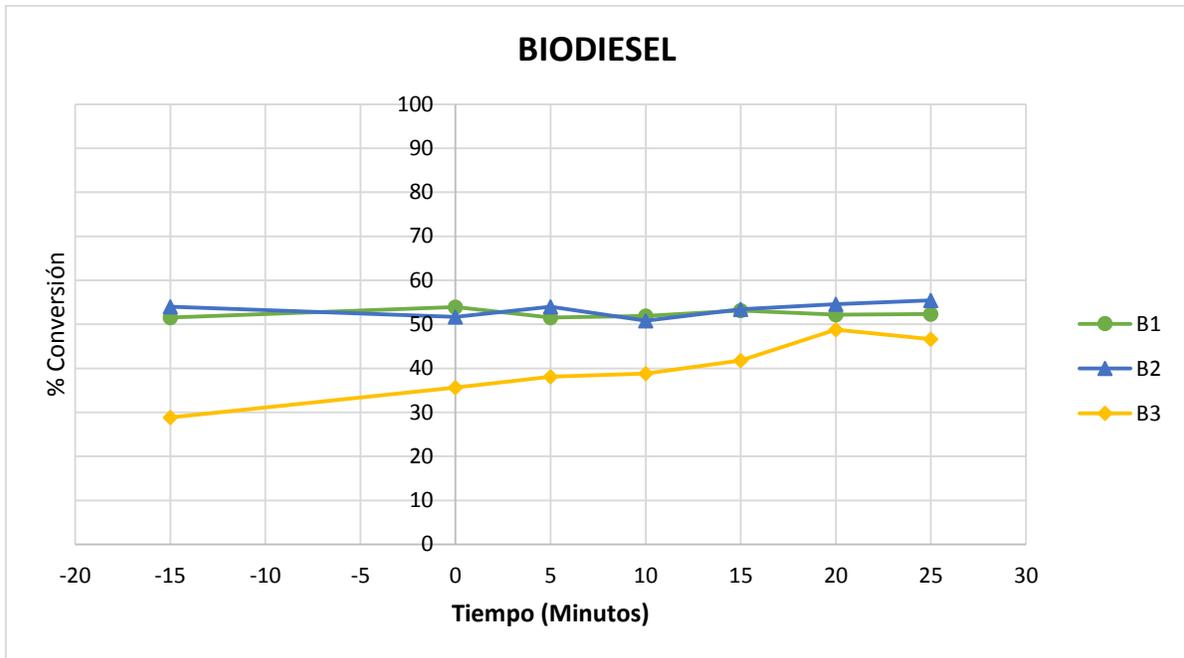


Figura 18. Triplicado del blanco evaluado por cromatografía de líquidos.

Calculando la conversión a biodiesel por cromatografía de gases, datos mostrados en la Figura 18, se observa que en promedio se alcanza solamente entre el 20 a 57%, mostrando la mayor parte del tiempo valores entre 30 y 40%. En dos de las repeticiones se observa que el valor que se obtiene después de 25 minutos de tratamiento prácticamente es el valor inicial, en tanto que en la tercera el valor aumenta del 20 al 42%.

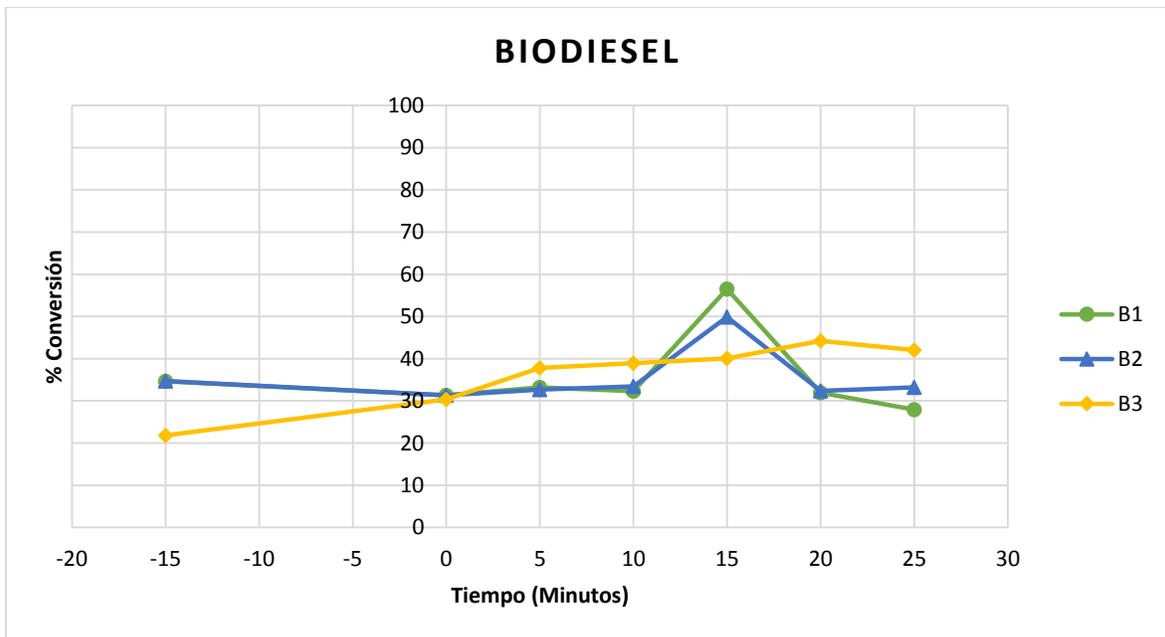


Figura 19. Triplicado del blanco evaluado por cromatografía de gases.

Comparando los resultados obtenidos por cromatografía HPLC y de gases, se observó una tendencia similar en cuanto a la conversión.

PRUEBA 2. USO DEL ULTRASONIDO (US)

Respecto a las pruebas realizadas con ultrasonido, en la Figura 19 se puede observar que existe un incremento mínimo de conversión a biodiesel dado que solo aumenta del 40 al 50% en los 15 minutos de residencia en el reactor. Los valores de conversión obtenidos en esta prueba son menores a los que se obtuvieron en dos de las repeticiones sin la aplicación de ultrasonido (en el caso de 2 de las pruebas realizadas) y un poco por encima de la tercera prueba (Figura 17), por lo que no se puede observar un efecto significativo de mejora cuando se aplica la radiación ultrasónica. En este caso, la temperatura de la mezcla durante el proceso aumentó en promedio 18 °C de la temperatura inicial, por lo que se infiere que el ultrasonido si se está aplicando.

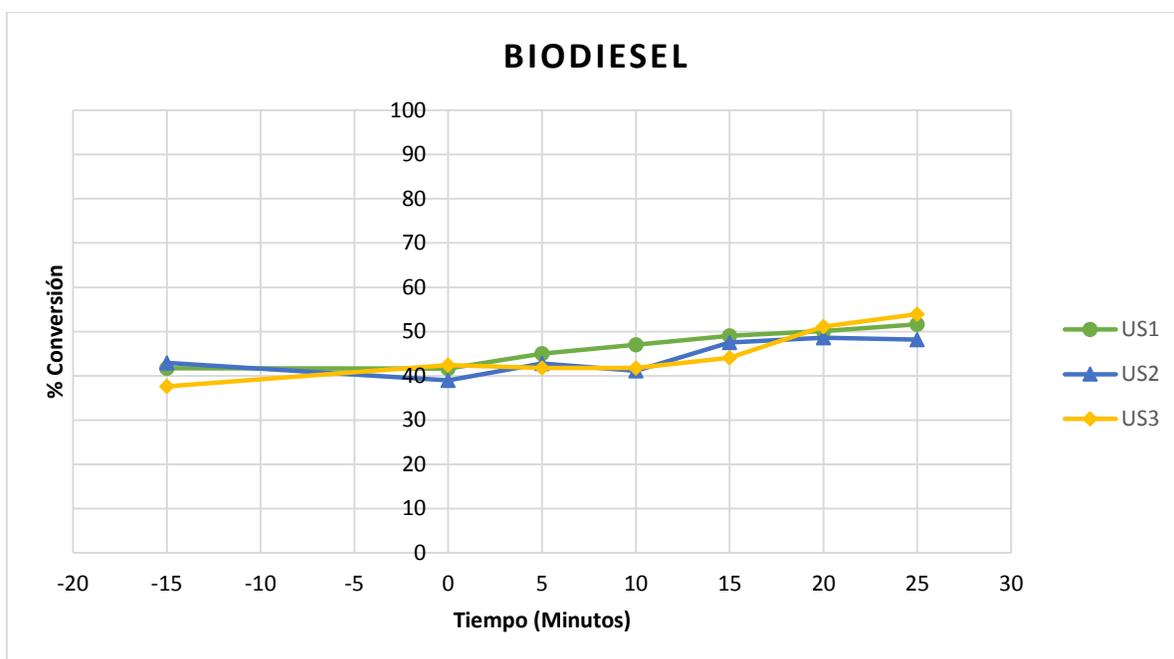


Figura 20. Triplicado usando ultrasonido (US) evaluado por cromatografía de líquidos.

Evaluando los resultados usando como base las determinaciones por cromatografía de gases (Figura 20) muestran que el comportamiento en la conversión a biodiesel es un tanto irregular, obteniéndose valores entre 10 y 50%, donde al final en las tres repeticiones realizadas se logró una conversión entre 25 y 40%. Se observa cómo la aplicación del ultrasonido no refleja una mejora significativa en la reacción. Sin embargo, los resultados obtenidos por cromatografía HPLC son, al igual que sucedió con el blanco, ligeramente mayores a los obtenidos cuando se usa la técnica de análisis de cromatografía de gases.

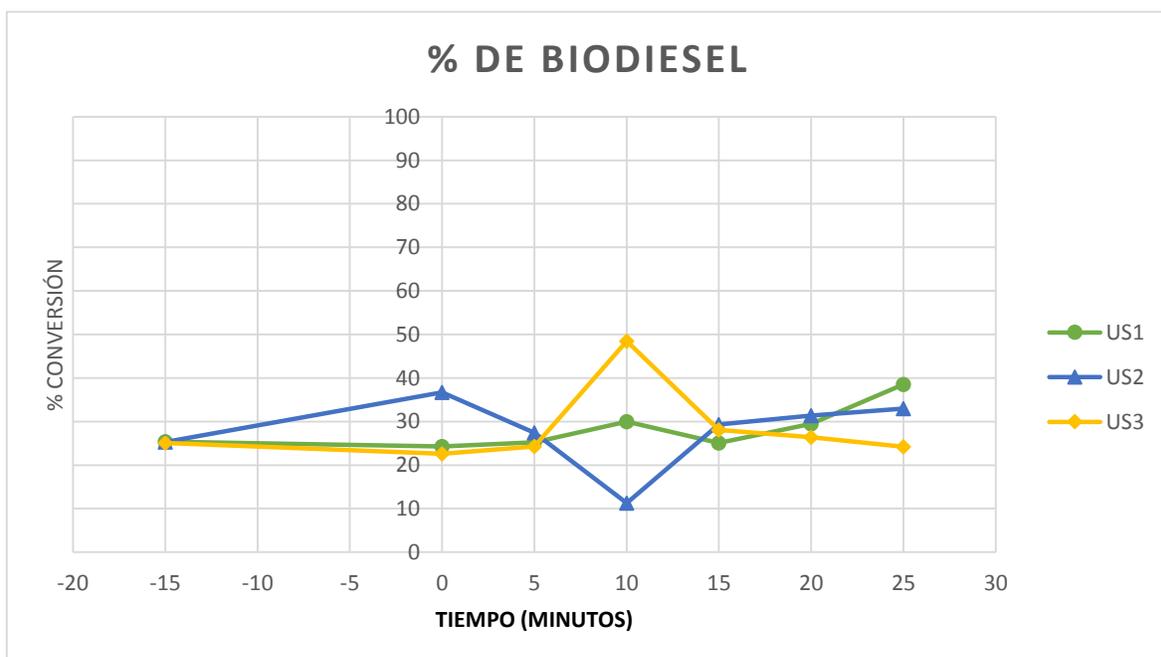


Figura 21. Porcentaje de conversión mediante ultrasonido (US) por cromatografía de gases.

En términos generales, se observó que las pruebas iniciales realizadas sobre el uso de un reactor ultrasónico para mejorar la reacción de transesterificación no mostraron un efecto favorable. Esto puede ser atribuido a varios motivos entre los que se pueden mencionar que las condiciones bajo las cuales se llevaron a cabo las pruebas no hayan sido las adecuadas. En trabajos anteriores se han reportado una conversión total a biodiesel con mayores tiempos de reacción (60 minutos) y temperaturas de 45 – 48 °C (Cintas y colaboradores, 2010) [38]; otra posible causa puede relacionarse con el arreglo de los transductores dentro del reactor, (Gogate, 2008) reportó que la zona activa de las ondas depende de la configuración del acomodo de los transductores dentro del reactor. Además de ello reportó que la geometría

del reactor es una condición en la operación de los reactores ultrasónicos, en donde las condiciones óptimas se dan cuando se tiene un mayor número de transductores de forma óptima con lo cual se logra una actividad de cavitación uniforme en el reactor [39]. Cabe mencionar que la concentración del catalizar es un factor a considerar puesto que como lo reporta Kumar y colaboradores (2017) en su estudio, al incrementar el porcentaje de catalizador (KOH) en peso de 0.25 a 0.75%, la conversión a biodiesel aumenta de 62 a 98% respectivamente, sin embargo también mencionan que un exceso de catalizador aumenta la solubilidad de los ésteres metílicos en la fase de glicerol del producto final. Dando como resultado, que una cantidad significativa de ésteres metílicos permanezcan en la capa de glicerol después de la separación de fases [40]. Por lo que se debe seguir buscando la optimización en la concentración del mismo.

8. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

De acuerdo al proyecto desarrollado se puede concluir:

- De acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas a nivel laboratorio, los porcentajes de conversión a biodiesel empleando cavitación ultrasónica fueron satisfactorios, obteniendo en la mayoría de las combinaciones una conversión superior al 90% en tiempos de 3 a 8 minutos. Respecto a las variables analizadas como relación molar, cantidad de catalizador y tiempo de reacción, estadísticamente tienen influencia similar sobre la conversión a biodiesel puesto que no hay predominancia de alguno de ellos.
- Con lo que refiere al prototipo, se logró generar el diseño de un reactor ultrasónico con una capacidad de volumen de 9.5 L, que cuenta con 32 transductores que funcionan a una frecuencia de 40 kHz y potencia de total de 1500 W. El criterio principal del diseño, fue la relación de dosis potencia/volumen del reactor, considerando además características definidas con base en los antecedentes de diseños reportados en bibliografía, así como técnicas establecidas por el grupo de trabajo.
- Con relación a la evaluación del prototipo y reactor, los resultados no fueron favorables con el uso de cavitación ultrasónica, debido a que no muestra un aumento en la conversión respecto a los obtenidos sin el uso de ultrasonido (Blanco). Esta situación puede presentarse debido al efecto de la colocación de los transductores que pudieran estar eliminando el efecto positivo del ultrasonido, otro factor que se considera es la concentración de catalizador ya que como se mencionó anteriormente puede ser un factor crítico en la conversión a biodiesel, sin embargo es necesario profundizar para identificar el elemento limitante.

RECOMENDACIONES

- Verificar el estado de los sonotrodos en el reactor de ultrasonido, para asegurar que no exista algún daño en los mismos.
- Estudiar con profundidad el efecto del arreglo usado para la colocación de los transductores sobre la eficiencia de la aplicación del ultrasonido.
- Realizar pruebas variando los flujos y con ello la dosis de aplicación.
- En caso de ser necesario, aumentar la relación molar aceite: alcohol, para asegurar que no exista reversibilidad en la reacción.
- Proponer una modificación en el reactor, considerando diferentes arreglos de colocación de los transductores.
- Hacer modificaciones en la posición de los termómetros del prototipo como se muestra en el diagrama de flujo de procesos, y colocar un aspa de agitación en el tanque de mezcla.

9. BIBLIOGRAFÍA

- [1] F. F. P. Santos, S. Rodrigues, and F. A. N. Fernandes, “Optimization of the production of biodiesel from soybean oil by ultrasound assisted methanolysis,” *Fuel Process. Technol.*, vol. 90, no. 2, pp. 312–316, 2009.
- [2] B. He and J. H. Van Gerpen, “Application of ultrasonication in transesterification processes for biodiesel production,” *Biofuels*, vol. 3, no. 4, pp. 479–488, 2012.
- [3] A. A. Koutsouki, E. Tegou, S. Kontakos, M. G. Kontominas, P. J. Pomonis, and G. Manos, “In situ transesterification of *Cynara cardunculus* L. seed oil via direct ultrasonication for the production of biodiesel,” *Fuel Process. Technol.*, vol. 134, pp. 122–129, 2015.
- [4] A. E. Atabani, A. S. Silitonga, I. Anjum, T. M. I. Mahlia, H. H. Masjuki, and S. Mekhilef, “A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 16, no. 4, pp. 2070–2093, 2012.
- [5] I. Biodiesel, *Atlas*.
- [6] S. P. Singh and D. Singh, “Biodiesel production through the use of different sources and characterization of oils and their esters as the substitute of diesel : A review,” vol. 14, pp. 200–216, 2010.
- [7] L. Lin, Z. Cunshan, S. Vittayapadung, S. Xiangqian, and D. Mingdong, “Opportunities and challenges for biodiesel fuel,” *Appl. Energy*, vol. 88, no. 4, pp. 1020–1031, 2011.
- [8] Ayhan Demirbas, “Biodiesel from Triglycerides via Transesterification,” in *Biodiesel A Realistic Fuel Alternative for Diesel Engines*, Springer., Verlag London Limited, Ed. Girona, Spain, 2008, pp. 121–139.
- [9] J. M. Garc, “b i o c a r b u r a n t e s líquidos: biodiésel y bioetanol.”
- [10] R. Pogaku and R. Hj, *Advances in Biofuels*. 2013.
- [11] *Fundamentals of Cavitation*. 2005.
- [12] O. Carrillo Cortés, Ge. Galindo Contreras, and I. García Trinidad, “Reproducción de cavitación hidrodinámica luminiscente para la limpieza de agua a nivel terciario,” (*Tesis para obtener el grado Ing. Mecánico*), 2012.
- [13] Pankaj and M. Ashokkumar, “Theoretical and experimental sonochemistry involving

- inorganic systems,” *Theor. Exp. Sonochemistry Involv. Inorg. Syst.*, pp. 1–404, 2011.
- [14] T. Durance, *Handbook of Food Preservation*, vol. 35, no. 4. 2002.
- [15] T. Y. Wu, N. Guo, C. Y. Teh, and J. X. W. Hay, *Advances in Ultrasound Technology for Environmental Remediation*. 2013.
- [16] A. K. Singh, S. D. Fernando, and R. Hernandez, “Base-catalyzed fast transesterification of soybean oil using ultrasonication,” *Energy and Fuels*, vol. 21, no. 2, pp. 1161–1164, 2007.
- [17] D. C. Boffito, J. Leveque, C. Pirola, C. L. Bianchi, and R. Vibert, “Production of Biofuels and Chemicals with Ultrasound,” vol. 4, 2015.
- [18] P. R. Gogate, V. S. Sutkar, and A. B. Pandit, “Sonochemical reactors: Important design and scale up considerations with a special emphasis on heterogeneous systems,” *Chem. Eng. J.*, vol. 166, no. 3, pp. 1066–1082, 2011.
- [19] K. K. Jyoti and A. B. Pandit, “Hybrid cavitation methods for water disinfection,” *Biochem. Eng. J.*, vol. 14, no. 1, pp. 9–17, 2003.
- [20] Y. Li, F. Qiu, D. Yang, P. Sun, and X. Li, “Transesterification of soybean oil and analysis of bioproduct,” *Food Bioprod. Process.*, vol. 90, no. 2, pp. 135–140, 2012.
- [21] D. Y. C. Leung, X. Wu, and M. K. H. Leung, “A review on biodiesel production using catalyzed transesterification,” *Appl. Energy*, vol. 87, no. 4, pp. 1083–1095, 2010.
- [22] L. T. Thanh, K. Okitsu, Y. Sadanaga, N. Takenaka, Y. Maeda, and H. Bandow, “A two-step continuous ultrasound assisted production of biodiesel fuel from waste cooking oils: A practical and economical approach to produce high quality biodiesel fuel,” *Bioresour. Technol.*, vol. 101, no. 14, pp. 5394–5401, 2010.
- [23] P. Cintas, S. Mantegna, E. C. Gaudino, and G. Cravotto, “A new pilot flow reactor for high-intensity ultrasound irradiation. Application to the synthesis of biodiesel,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 17, no. 6, pp. 985–989, 2010.
- [24] N. N. Mahamuni and Y. G. Adewuyi, “Optimization of the synthesis of biodiesel via ultrasound-enhanced base-catalyzed transesterification of soybean oil using a multifrequency ultrasonic reactor,” *Energy and Fuels*, vol. 23, no. 5, pp. 2757–2766, 2009.
- [25] P. Of, T. H. E. Neuromuscular, and N. Injury, “(19) United States,” vol. 1, no. 19, pp. 19–22, 2014.

- [26] U. Mann, “(12) Unltd States Patent,” 2013.
- [27] Y. Maeda, M. Vinatoru, C. E. Stavarach, K. Iwai, and H. Oshige, “(12) Unltd States Patent,” 2005.
- [28] V. B. Veljković, J. M. Avramović, and O. S. Stamenković, “Biodiesel production by ultrasound-assisted transesterification: State of the art and the perspectives,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 16, no. 2, pp. 1193–1209, 2012.
- [29] “Manual de statgraphics.”
- [30] “Cromatografia Líquida (HPLC).”
- [31] M. G. E. D. Z. S. J. R. B. Miodrag Belosevic, “Degradation of Alizarin Yellow R using UV / H₂O₂ Advanced Oxidation Process,” *Environ. Sci. Technol.*, vol. 33, no. 2, pp. 482–489, 2014.
- [32] H. D. Hanh, N. T. Dong, K. Okitsu, R. Nishimura, and Y. Maeda, “Biodiesel production through transesterification of triolein with various alcohols in an ultrasonic field,” *Renew. Energy*, vol. 34, no. 3, pp. 766–768, 2009.
- [33] M. P. Dorado, E. Ballesteros, M. Mittelbach, and F. J. López, “Kinetic parameters affecting the alkali-catalyzed transesterification process of used olive oil,” *Energy and Fuels*, vol. 18, no. 5, pp. 1457–1462, 2004.
- [34] H. S. Zou and J. Chai, “A novel ultrasonic reactor for continuous production of biodiesel from waste acid oil,” *Korean J. Chem. Eng.*, vol. 34, no. 2, pp. 353–359, 2017.
- [35] S. Manickam, V. N. D. Arigela, and P. R. Gogate, “Intensification of synthesis of biodiesel from palm oil using multiple frequency ultrasonic flow cell,” *Fuel Process. Technol.*, vol. 128, pp. 388–393, 2014.
- [36] I. Choedkiatsakul, K. Ngaosuwan, G. Cravotto, and S. Assabumrungrat, “Biodiesel production from palm oil using combined mechanical stirred and ultrasonic reactor,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 21, no. 4, pp. 1585–1591, 2014.
- [37] S. Preparation, “Application Note # CA-270358 Determination of Total FAME and Linolenic Acid Methyl Esters in Biodiesel According to EN-14103,” vol. 6584, pp. 1–3.
- [38] P. Cintas, S. Mantegna, E. C. Gaudino, and G. Cravotto, “A new pilot flow reactor for high-intensity ultrasound irradiation. Application to the synthesis of biodiesel,”

Ultrason. Sonochem., vol. 17, no. 6, pp. 985–989, 2010.

- [39] P. R. Gogate, “Cavitation reactors for process intensification of chemical processing applications: A critical review,” *Chem. Eng. Process. Process Intensif.*, vol. 47, no. 4, pp. 515–527, 2008.
- [40] G. Kumar, V. Singh, and D. Kumar, “Ultrasonic-assisted continuous methanolysis of *Jatropha curcas* oil in the appearance of biodiesel used as an intermediate solvent,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 39, no. March, pp. 384–391, 2017.

ANEXOS

ANEXO A CONDICIONES Y MÉTODO CROMATOGRÁFICO

Se tomó una muestra de metil éster de ácidos grasos (biodiesel) y se diluyó con Hexano-2 propanol (5:4 V/V).

Columna: Zorbax Eclipse XDB-C18 ,15mm

Posteriormente se leyó la muestra en el HPLC, con las siguientes condiciones.

Columna Zorbax Eclipse XDB-C18 15mm

Inyección de muestra: 20 (microlitros)

Fase móvil:

Metanol grado HPLC

Mezcla de Hexano-2 propanol (5:4 v/v)

Temperatura de columna: 35 °C

Volumen de inyección: 20 uL

Flujo: 1mL/min

Longitudes de onda para detección por espectro UV-Visible.

205 nm

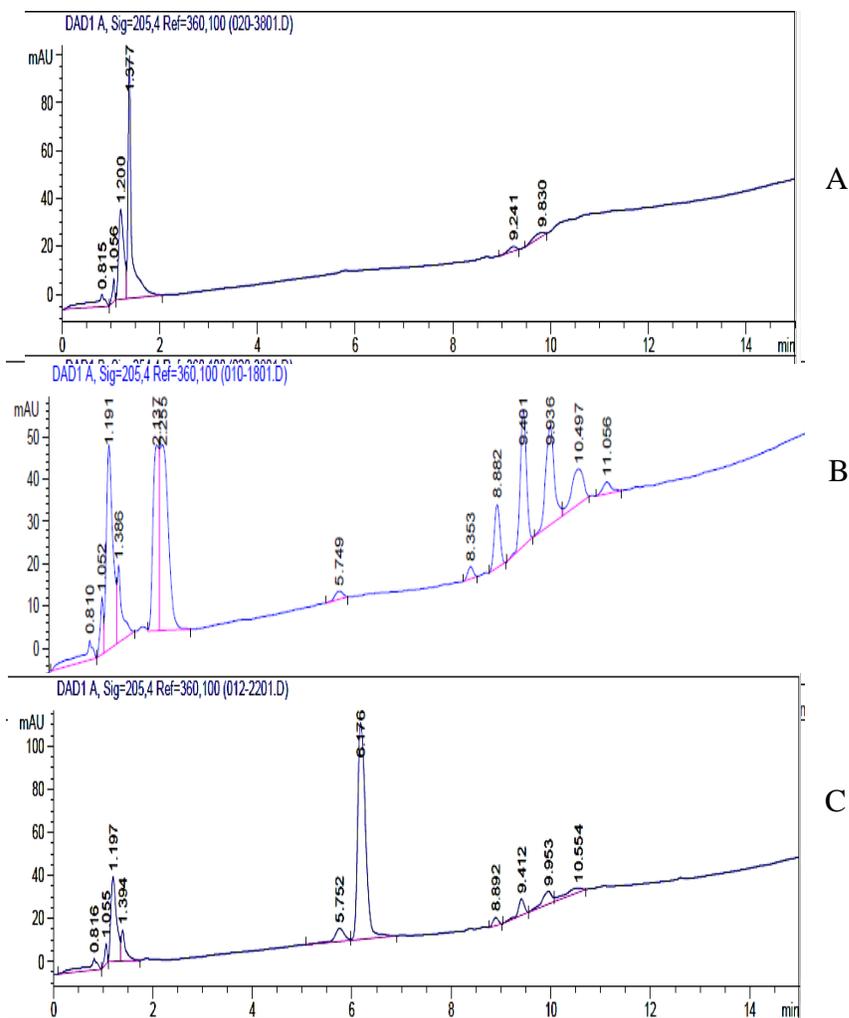
254 nm

280 nm

500 nm.

ANEXO B

ESTÁNDARES DE MONOGLICÉRIDOS, DIGLICÉRIDOS Y FAME



Se muestran los estándares en la figura (A) se observa Monopalmitol – Rac –Glicerol al minuto 1.77, (B) Disterin, en el minuto 6.1 (C) Metil palmitato al minuto 2.35.

ANEXO C

CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS HPLC

Tabla 13. Tiempo de retención de estándares en cromatografía HPLC.

Molécula.	Formula.	Peso molecular.	Intervalo de Tiempo de retención. (min)
Glicerina	$C_3H_8O_3$	92.09 g/mol	0.891 a 0.927
Métil Linoleato	$C_{19}H_{34}O_2$	294.47 g/mol	1.895 a 1.91
Metil Oleato	$C_{19}H_{36}O_2$	296.49 g/mol	2.355 a 2.387
Metil Palmitato	$C_{17}H_{34}O_2$	270.45 g/mol	2.436 a 2.452
Aceite de Soya			8.049 a 13.764

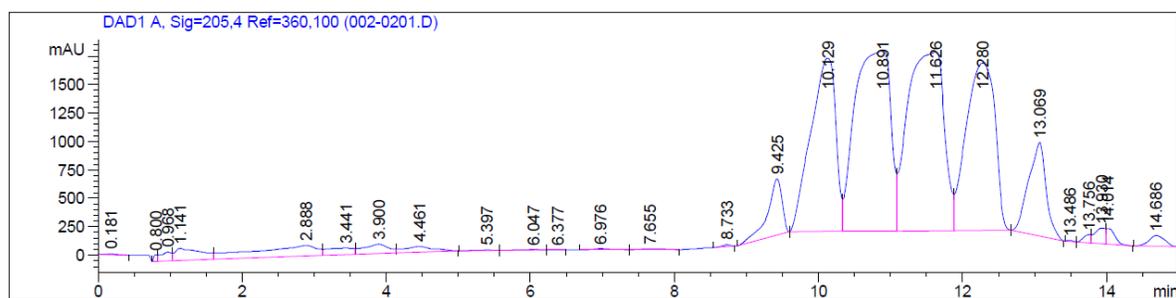


Figura 22. Cromatograma del aceite de soya.

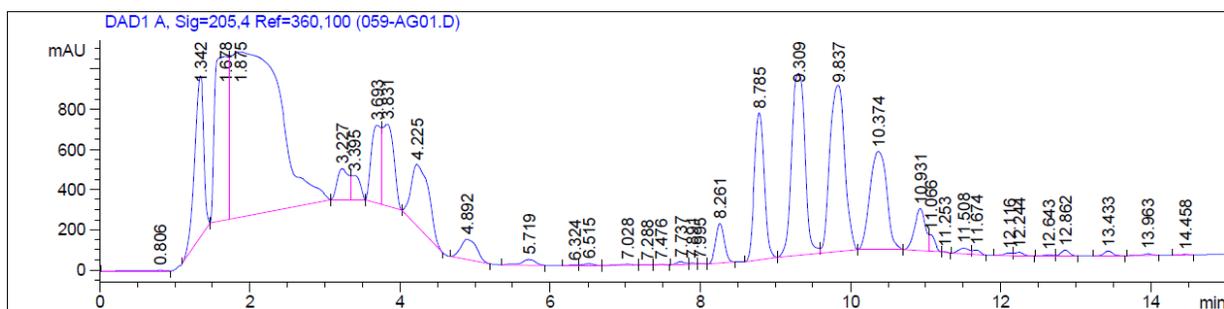


Figura 23. Cromatograma de muestra utilizando ultrasonido.

ANEXO D

COMATOGRAFÍAS DE GASES

Determinación de FAME total y éster metílico de ácido linoleico en biodiesel de acuerdo al método EN 14103

The ester content (C), expressed as a mass fraction in percent, is calculated using Equation 1.

$$C = \frac{(\Sigma A) - AEI}{AEI} \times \frac{CEI \times VEI}{m} \times 100 \%$$

where:

ΣA = total peak area from the FAME $C_{14:0}$ to $C_{24:1}$

AEI = peak area of methylheptadecanoate

CEI = concentration, in mg/mL, of the methylheptadecanoate solution

VEI = volume, in mL, of the methylheptadecanoate solution

m = mass, in mg, of the sample

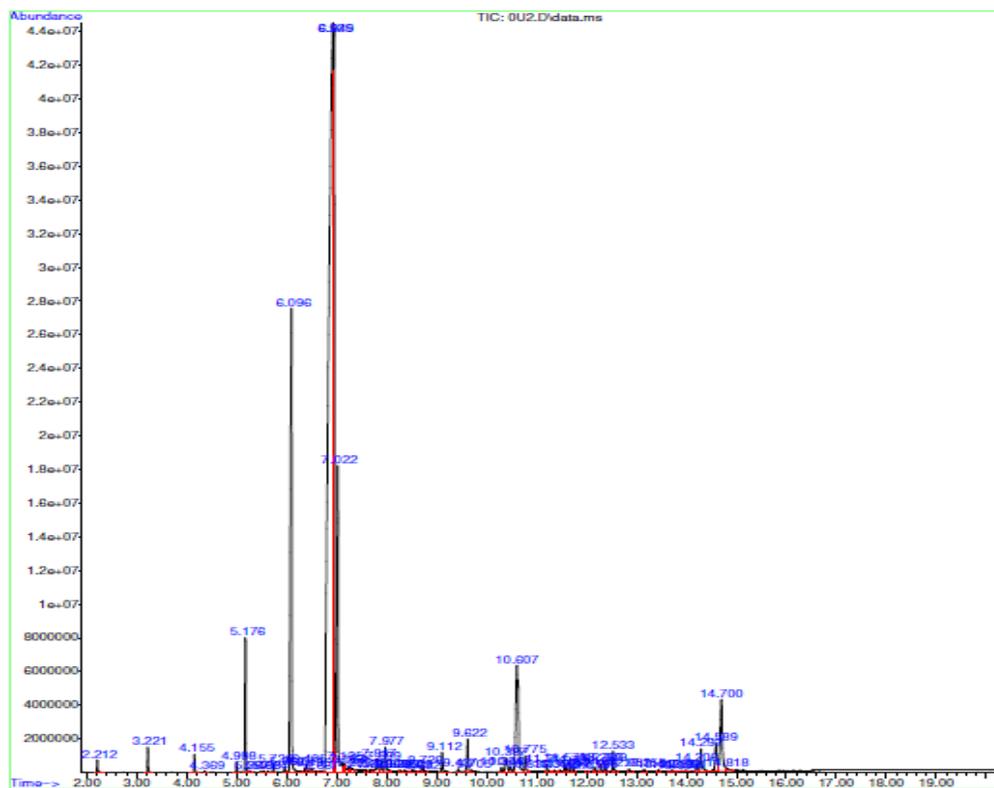


Figura 24. Cronograma de gases utilizando ultrasonido.