



Universidad Nacional
SAN LUIS GONZAGA



Reconocimiento-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional

Esta licencia permite a otras combinar, retocar, y crear a partir de su obra de forma no comercial, siempre y cuando den crédito y licencia a nuevas creaciones bajo los mismos términos.

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0>



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA
UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA
EVALUACIÓN DE ORIGINALIDAD

CONSTANCIA

El que subscribe, deja constancia que se ha realizado el análisis con el software de verificación de similitud al documento cuyo título es:

"EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DE LA CALIDAD DEL BIODIESEL ELABORADO CON ACEITE COMESTIBLE USADO Y ACEITE VEGETAL NUEVO"

Presentado por:

BACH. MADUEÑO MENDOZA JESUS ALONSO

Autor de la tesis del nivel de **PREGRADO** de la Facultad de **INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA**. El Resultado obtenido es 2 % (PORCENTAJE DE SIMILITUD) por lo cual, se otorga el calificativo de: **APROBADO**, según Reglamento de Evaluación de la Originalidad.

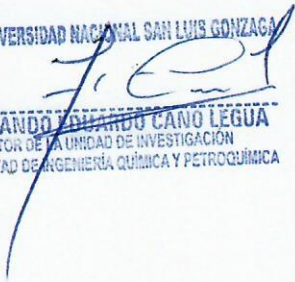
Se adjunta al presente el reporte de evaluación con el software de verificación de originalidad.

Observaciones:

El porcentaje de similitud es menor del 20%, establecido como máximo por Reglamento de Evaluación de originalidad.

Ica, 08 de enero de 2026

Nº de Recibo:20174938

 UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA

Dr. FERNANDO RICARDO CANO LEGUA
DIRECTOR DE LA UNIDAD DE INVESTIGACIÓN
DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA

UNIVERSIDAD NACIONAL “SAN LUIS GONZAGA”
VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN
Facultad de Ingeniería de Química y Petroquímica



TESIS

**"Evaluación experimental de la calidad del biodiesel elaborado con
aceite comestible usado y aceite vegetal nuevo"**

Para optar el Título Profesional de Ingeniero Petroquímico

Línea de investigación: Ciencias Naturales, ingeniería y
tecnologías sostenibles.

Autor: **MADUEÑO MENDOZA JESUS ALONSO**

Asesora: **CYNTHIA VICTORIA BENDEZU HERNANDEZ**

ICA – PERÚ
2025

DEDICATORIA

AGRADECIMIENTOS

INDICE DE CONTENIDOS

	Pág.
PORTADA	01
DEDICATORIA	02
AGRADECIMIENTO	03
ÍNDICE DE CONTENIDOS	04
ÍNDICE DE TABLAS	05
ÍNDICE DE FIGURAS	06
RESUMEN	07
ABSTRACT	08
I. INTRODUCCIÓN	09
II. ESTRATEGIA METODOLOGICA	12
2.1. Antecedentes.	12
2.2. Marco teórico.	13
2.3. Marco conceptual.	21
2.4. Procedimiento experimental.	22
III. RESULTADOS.	26
IV. DISCUSIÓN.	63
V. CONCLUSIONES	64
VI. RECOMENDACIONES.	65
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	66
VIII. ANEXOS.	67

INDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Resultados del análisis del aceite primor nuevo.	26
Tabla 2. Resultados de la filtración al vacío de la muestra 01 de aceite usado.	27
Tabla 3. Resultados de la filtración al vacío de la muestra 02 de aceite usado.	28
Tabla 4. Resultados de la filtración al vacío de la muestra 03 de aceite usado	29
Tabla 5. Resultados de la filtración al vacío de la muestra 04 de aceite usado.	30
Tabla 6. Resultados de la filtración al vacío de la muestra 05 de aceite usado.	31
Tabla 7. Resultados del desgomado de la muestra 01 de aceite usado.	32
Tabla 8. Resultados del desgomado de la muestra 02 de aceite usado.	33
Tabla 9. Resultados del desgomado de la muestra 03 de aceite usado.	34
Tabla 10. Resultados del desgomado de la muestra 04 de aceite usado.	35
Tabla 11. Resultados del desgomado de la muestra 05 de aceite usado.	36
Tabla 12. Resultados de la neutralización de la muestra 01 de aceite usado.	37
Tabla 13. Resultados de la neutralización de la muestra 02 de aceite usado.	38
Tabla 14. Resultados de la neutralización de la muestra 03 de aceite usado.	39
Tabla 15. Resultados de la neutralización de la muestra 04 de aceite usado.	40
Tabla 16. Resultados de la neutralización de la muestra 05 de aceite usado.	41
Tabla 17. Contenido de agua en las muestras de aceite usado.	42
Tabla 18. Parámetros del aceite usado.	43
Tabla 19. Selección de la relación adecuada aceite: metanol.	44
Tabla 20. Selección de la dosis adecuada de catalizador.	45
Tabla 21. Selección de la temperatura adecuada para la transesterificación.	46
Tabla 22. Selección de la velocidad de agitación durante la transesterificación.	47
Tabla 23. Selección del tiempo de transesterificación.	48
Tabla 24. Parámetros óptimos para la obtención del biodiesel a partir del aceite nuevo.	49
Tabla 25. Determinación de la densidad del biodiesel a 15°C.	50
Tabla 26. Determinación de la Viscosidad cinemática a 40°C	51
Tabla 27. Determinación del punto de inflamación en crisol cerrado.	52
Tabla 28. Determinación del contenido de agua.	53
Tabla 29. Determinación del índice de yodo del biodiesel.	54
Tabla 30. Determinación del valor ácido.	55
Tabla 31. Parámetros del biodiesel elaborado con aceite nuevo.	56
Tabla 32. Resultados del análisis del biodiesel elaborado con aceite primor usado.	57
Tabla 33. Parámetros del biodiesel elaborado con las muestras de aceite usado.	58
Tabla 34. Resultados del ensayo de corrosión con aceite usado.	59
Tabla 35. Determinación de gomas existentes en el biodiesel.	60

INDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Aceite comestible usado.	15
Figura 2. Ecuación 1: Reacción general de transesterificación.	16
Figura 3. Ecuación 2: Reacción de metanolisis de triglicéridos.	16
Figura 4. Figura 4. Ecuación 3: Reacción general de los productos intermedios.	16
Figura 5. Reacciones de transesterificación en presencia de catalizador.	17
Figura 6. Proceso de obtención del biodiesel.	17
Figura 7. Biodiesel obtenido en laboratorio.	18
Figura 8. Corrosión de los cilindros del motor alimentado con biodiesel.	19
Figura 9. Equipo empleado en el ensayo de corrosión en lámina de cobre.	20
Figura 10. Aceite comestible de la marca comercial Primor.	22
Figura 11. Diagrama de flujo para la elaboración del biodiesel.	25

RESUMEN

La presente tesis titulada "**Evaluación experimental de la calidad del biodiesel elaborado con aceite comestible usado y aceite vegetal nuevo**", es una investigación teórico experimental cuyo objetivo es hacer una evaluación experimental de la calidad del combustible biodiesel elaborado con aceite comestible nuevo y con aceite comestible usado, para su desarrollo se empleó el aceite vegetal Primor cuyas muestras se dividieron en dos partes una de las cuales se empleó para freír alimentos durante cinco horas al día sin cambiarlo, las otras muestras se sometieron a este mismo procedimiento por dos, tres, cuatro y cinco días, después de lo cual se analizaron para establecer sus parámetros y utilizarlos en la preparación del biodiesel. Se comprobó que el aceite usado conforme más tiempo es sometido a la temperatura alta en presencia de alimentos más se deteriora, aumentando el valor de todos sus parámetros sobre todo de los índices de peróxidos y acidez, lo que desencadena la oxidación masiva del aceite y que luego se traslada al biocombustible. Los niveles del índice de peróxido llegaron a 17meqO₂/kg de aceite y el índice de acidez alcanzaron el 0,7mgKOH/g de aceite. Estos contaminantes son los que se trasladan al biocombustible iniciando su oxidación generando gomas potenciales durante el almacenamiento.

PALABRAS CLAVES: Biocombustible, biodiesel, transesterificación, corrosión, aceite vegetal.

ABSTRACT

This thesis entitled "Experimental evaluation of the quality of biodiesel made with used edible oil and new vegetable oil" is a theoretical experimental research whose objective is to make an experimental evaluation of the quality of biodiesel fuel made with new edible oil and used edible oil, for its development. Primor vegetable oil was used whose samples were divided into two parts, one of which was used to fry food for five hours a day without changing it, the other samples were subjected to this same procedure for two, three, four and five days, after which they were analyzed to establish their parameters and use them in the preparation of biodiesel. It was found that the longer the used oil is subjected to high temperature in the presence of food, the more it deteriorates, increasing the value of all its parameters, especially the peroxide and acidity levels, which triggers massive oxidation of the oil and which is then transferred to the biofuel. Peroxide value levels reached 17 meqO₂/kg of oil, and the acid value reached 0.7 mgKOH/g of oil. These contaminants are transferred to the biofuel, initiating its oxidation and potentially generating gums during storage.

KEY WORDS: Biofuel, biodiesel, transesterification, corrosion, vegetable oil.

I. INTRODUCCIÓN

En torno a la materia prima que se emplea en la elaboración del biodiesel, es decir el aceite usado o el aceite nuevo, desde el punto de vista químico se plantean ciertas interrogantes como por ejemplo cual de ellos es más beneficioso con relación a la calidad del producto final, como afecta la calidad de la materia prima a la calidad del biodiesel, como afecta el aceite usado las propiedades funcionales del biodiesel. Para responder estas interrogantes es necesario desarrollar un estudio donde se elabore biodiesel a partir de estas dos materias primas y luego se evalúe las características fisicoquímicas y funcionales de ambos biodiesel.

Cuando se emplea aceite usado en la producción de biodiésel, en comparación con el aceite nuevo, puede tener efectos tanto positivos como negativos. La principal ventaja es la reducción de costos, ya que el aceite usado es más económico. Sin embargo, el aceite usado puede contener impurezas que requieren procesos de purificación más rigurosos, lo que puede aumentar los costos de producción y afectar la calidad final del biodiésel. El aceite usado es significativamente más barato que el aceite nuevo, lo que disminuye los costos de producción de biodiésel. Sin embargo, el aceite usado contiene impurezas como agua, partículas sólidas y productos de degradación que deben eliminarse antes de la iniciar el proceso de elaboración del biodiesel. Esto puede requerir procesos de purificación adicionales, como filtración, desgomado y desacidificación, que pueden ser costosos y complicados. Como los procesos de purificación del aceite usado no son del todo efectivos, las impurezas presentes en el aceite usado pueden afectar la calidad del biodiésel producido, potencialmente reduciendo su rendimiento y vida útil. Por otro lado, las impurezas presentes en el aceite usado pueden dañar los equipos de producción, como bombas y filtros, aumentando los costos de mantenimiento. En esta tesis se estudia comparativamente a nivel laboratorio las diferencias entre la calidad del biodiesel obtenido a partir de un aceite usado y un aceite nuevo.

Situación problemática:

La calidad de un combustible depende mucho de la materia prima empleada en su elaboración ya que durante el procesamiento es imposible en muchos casos eliminar en su totalidad los componentes indeseables como es el caso del azufre y los compuestos de azufre, los mismos que, aunque en pequeñísimas cantidades está presente incluso en los productos finales. La razón por la cual se plantea la presente investigación es porque se sabe que el aceite usado durante la fritura o los procesos de cocción sufre una intensa degradación motivada por el surgimiento de peróxidos los cuales inician una reacción en cadena que termina transformando al aceite comestible vegetal en una sustancia diferente, tóxica y con un alto nivel de oxidación. El tratamiento que se le da al aceite usado para limpiarlo y poder emplearlo como materia prima para la transesterificación que da como producto final el biodiesel, es deficiente químicamente y durante el proceso se transfiere cierta cantidad de peróxidos los cuales en presencia del oxígeno y metales reaccionan y catalizan la oxidación del biodiesel., cosa que no sucede con el aceite comestible vegetal nuevo.

Problemas de investigación:**Problema General:**

¿Es posible hacer una evaluación experimental de la calidad del biodiesel elaborado con aceite comestible usado y aceite vegetal nuevo?

Problemas específicos:

- ¿Cómo afecta a la calidad del combustible biodiesel el empleo de aceite comestible usado en su elaboración?
- ¿Cómo afecta a la calidad del combustible biodiesel el empleo de aceite vegetal nuevo en su elaboración?

Objetivos de la investigación.**Objetivo general:**

Evaluar experimentalmente la calidad del biodiesel elaborado con aceite comestible usado y aceite vegetal nuevo.

Objetivos específicos:

- Determinar cómo afecta el empleo de aceite comestible usado en la elaboración del biodiesel.
- Determinar cómo afecta el empleo de aceite comestible nuevo usado en la elaboración del biodiesel.

Las hipótesis y variables:**Hipótesis general.**

La evaluación experimental de la calidad del biodiesel elaborado con aceite comestible usado y aceite vegetal nuevo es posible.

Hipótesis específicas:

- El empleo de aceite comestible usado empleado en la elaboración del biodiesel afecta la calidad de este si contiene impurezas como peróxidos y material oxidante.
- El empleo de aceite comestible nuevo empleado en la elaboración del biodiesel no afecta la calidad de este.

Variables:**Variable independiente:**

Evaluación experimental de la calidad del biodiesel.

Variable dependiente.

Aceite comestible usado y nuevo.

Justificación e importancia.**Justificación teórica:**

En la presente investigación se estudiará desde el punto de vista teórico las implicancias desde el punto de vista químico del uso del aceite vegetal residual (empleado en las frituras) y del aceite vegetal nuevo en las propiedades funcionales del combustible biodiesel. Específicamente se buscará que establecer como la composición química de los aceites materia prima para la transesterificación influyen en la calidad del biodiesel.

Justificación metodológica:

La investigación es de tipo aplicada se ha diseñado para establecer como la composición química de los aceites nuevo y usado influyen en la calidad del biodiesel. El diseño es experimental, la demostración de la validez de su hipótesis se hará mediante pruebas experimentales para obtener los datos necesarios para elaborar la tesis.

Justificación ambiental:

Esta investigación desde la óptica ambiental se justifica porque busca mejorar la calidad de los combustibles biodiesel a fin de hacerlos más amigables con el medio ambiente.

II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA

2.1. Generalidades

Antecedentes internacionales.

P. Benjumea y colaboradores [1] Realizaron un estudio sobre el efecto de la temperatura sobre la viscosidad del combustible resultante de la mezcla de biodiesel obtenido a partir de aceite de palma y Diesel obtenido del petróleo mediante destilación fraccionada a temperaturas entre 180 y 240°C, el cual fue plasmado en un artículo científico. El estudio experimental evaluó la viscosidad cinemática del aceite de palma, el Diesel convencional y sus mezclas (B5, B10, B15, B20 y B30) a 40°C y 100°C. Los resultados mostraron que la mezcla de Biodiesel y Diesel se comporta como un fluido newtoniano a 20°C, con variaciones de viscosidad cinemática similares a las del Diesel convencional.

V. Domínguez [2] sustentó una tesis que aborda la evaluación de los parámetros de mezclas de biodiesel con el diésel obtenido por destilación fraccionada del crudo. Las pruebas experimentales se hicieron con mezclas de diésel y biodiesel al 5, 10, 15 y 20% para reducir los contaminantes de la combustión en motores. El biodiesel y el diésel se adquirieron en un grifo y las pruebas se hicieron en un laboratorio de hidrocarburos. La mezcla con 10% de biodiesel dio los mejores resultados, mostrando mejores propiedades de ignición, combustión, índice de cetano, punto de anilina y poder calorífico, así mismo se ha comprobado mediante mediciones que la cantidad de gases contaminantes es menor a la que se produce cuando se quema el diésel procedente del petróleo.

A nivel nacional.

L. Santivañez [3] en la tesis que presentó se realiza el análisis de las características fisicoquímicas del biodiesel obtenido del aceite usado, incidiendo principalmente en el índice de acidez, la formación de peróxidos y el consumo de combustible, así como el nivel de emisiones contaminantes generadas por las mezclas de biodiésel y petrodiesel en diferentes proporciones. Esta investigación es experimental puro, de tipo aplicada y de nivel explicativo. Las pruebas se llevaron a cabo tanto en laboratorio como en un banco de pruebas, utilizando un motor mono cilíndrico. Mediante el empleo de toma muestras para gases que consistieron en tubos rellenos de carbón activado, se recolectaron muestras de los gases resultantes de la combustión de cada una de las mezclas formuladas para medir la concentración de emisiones. Los componentes de las emisiones analizadas en la tesis fueron dióxido de carbono, monóxido de carbono y óxidos de nitrógeno (monóxido y dióxido), que se producen en mayor volumen junto con óxido de azufre. Según los reportes de los análisis de los gases de la combustión la proporción de estos disminuye al aumentar el porcentaje de biodiesel en la mezcla. Del mismo modo, el consumo específico de combustible aumenta con un mayor porcentaje de biodiesel en las mezclas.

J. Villegas [4], en su tesis, hace un estudio pormenorizado del uso de aceite proveniente de semillas oleaginosas tanto del girasol como del algodón para producir combustible biodiésel mediante el proceso químico de transesterificación donde entran en reacción el aceite con el metanol en presencia del catalizador hidróxido de sodio. Según los resultados del estudio los parámetros del proceso que se han obtenido son similares a los industriales, llevándolo a cabo a 60°C. En la tesis, considerando el uso del Diesel B% en Perú, se prepararon muestras con aceite de semillas oleaginosas de girasol y de algodón y el combustible Diesel 2 que se comercializa en nuestro país. Se realizaron varios ensayos para determinar su desempeño en un motor Diesel convencional sin modificar su estructura. Se comprobó que las mezclas funcionan igual que el biodiesel comercial, pero emitiendo menor cantidad de emisiones contaminantes la cual es proporcional a la cantidad de biodiésel en la mezcla (a mayor cantidad de biodiesel menor cantidad de gases contaminantes).

A nivel local.

En las universidades de la región Ica no hay información sobre el tema.

2.2. Bases teóricas.

2.2.1. Biocombustibles.

Se entiende por biocombustible a todo combustible derivado de la biomasa, es decir, de materia orgánica de origen vegetal o animal. Estos compuestos energéticos se obtienen a partir de la conversión bioquímica o termoquímica de sustratos biológicos ricos en carbono e hidrógeno, tales como aceites, almidones, azúcares o lignocelulosa. Su clasificación como fuente de energía renovable se sustenta en el hecho de que la biomasa empleada puede regenerarse en escalas de tiempo relativamente cortas mediante procesos biológicos.

Las principales características de los biocombustibles son las siguientes:

- Proviene de cultivos como maíz, caña de azúcar, soja, palma, entre otros, o de residuos orgánicos.
- Es una alternativa a los combustibles fósiles (como el petróleo o el gas).
- Puede reducir las emisiones de gases de efecto invernadero, aunque esto depende del proceso de producción.
- Se puede usar en vehículos, maquinaria agrícola e incluso para generar electricidad o calefacción.

Entre los biocombustibles de uso común en la industria y transporte están: el bioetanol: producido por fermentación de azúcares (por ejemplo, del maíz o la caña de azúcar); el biodiésel: obtenido a partir de aceites vegetales o grasas animales mediante un proceso llamado transesterificación y el biogás, generado por la descomposición de materia orgánica en ausencia de oxígeno (digestión anaerobia).

2.2.2. Biodiesel.

2.2.2.1. Definición.

El biodiésel es un biocombustible líquido compuesto por ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga, producido mediante un proceso llamado transesterificación. Este proceso transforma triglicéridos (presentes en aceites vegetales o grasas animales) al reaccionar con un alcohol (normalmente metanol o etanol) en presencia de un catalizador (como hidróxido de sodio o potasio). El biodiésel puede usarse puro (B100) o mezclado con diésel fósil (por ejemplo, B20 = 20% biodiésel, 80% diésel), en el Perú se emplea una mezcla del 5% con el diésel derivado del petróleo B5.

2.2.2.2. Elaboración del biodiesel con aceite usado.

Cuando se emplea aceite usado en la elaboración del biodiesel el procedimiento a seguir es la siguiente:

Tratamiento previo de la Materia Prima.

Cuando se emplean aceites vegetales residuales de fritura como materia prima para la producción de biodiésel, es fundamental considerar la presencia de productos de oxidación primarios y secundarios generados por la degradación térmica de los ácidos grasos durante el proceso de cocción. Estos productos oxidados promueven la oxidación masiva del aceite, alterando sus propiedades fisicoquímicas y comprometiendo la calidad del biocombustible final. El mecanismo predominante es la autooxidación o rancidez oxidativa, un proceso radicalario en cadena en el que los ácidos grasos poliinsaturados pierden átomos de hidrógeno en presencia de oxígeno molecular, formando radicales libres. Dichos radicales inician y propagan una reacción catalítica autocatalítica que se desarrolla en tres etapas clásicas: iniciación, propagación y terminación. Como consecuencia, se generan hidroperóxidos (productos primarios de oxidación), que posteriormente se descomponen en aldehídos, cetonas, alcoholes y ácidos de bajo peso molecular (productos secundarios de oxidación). La exposición prolongada del aceite al oxígeno del aire, a temperaturas elevadas propias del proceso de fritura, acelera este fenómeno. El resultado es una reducción significativa de la estabilidad oxidativa del aceite residual, lo cual afecta parámetros críticos del biodiésel obtenido.

En la autooxidación lipídica, los hidroperóxidos se forman como compuestos primarios y, debido a su inestabilidad, se descomponen en productos secundarios como aldehídos, cetonas, alcoholes y polímeros. Este proceso disminuye la concentración de ácidos grasos insaturados al atacar principalmente sus dobles enlaces. En la fase de propagación, los hidroperóxidos facilitan la abstracción de un hidrógeno alílico, generando nuevos radicales que perpetúan la reacción en cadena. Finalmente, en la fase de terminación, dos radicales se combinan para dar productos estables, aunque este paso es limitado por la baja cantidad de radicales iniciales.

En la fase final de la autooxidación, la mayoría de los compuestos formados son altamente volátiles, por lo que su concentración tiende a disminuir con el tiempo. Una vez iniciada la oxidación en aceites sometidos a fritura, el proceso se mantiene activo de forma continua hasta

el agotamiento de los ácidos grasos insaturados o hasta la incorporación de antioxidantes. Estos compuestos actúan interrumpiendo la reacción en cadena al reaccionar con los radicales libres, generando especies más estables. Sin embargo, la adición de antioxidantes no revierte el daño ya ocasionado, ya que los productos de oxidación formados previamente permanecen en el aceite.

El aceite usado de fritura debe ser acondicionado antes de emplearse en la producción de biodiésel, ya que contiene agua, ácidos grasos libres e impurezas sólidas que afectan la reacción de transesterificación. El tratamiento consiste en eliminar el agua (para evitar hidrólisis), reducir los ácidos grasos libres (para prevenir saponificación) y retirar sólidos en suspensión (que disminuyen el rendimiento). Tres de los principales tratamientos que se le hace al aceite comestible usado en frituras que se va a emplear como materia prima en la elaboración de biodiesel son:

Filtración.

El aceite residual de fritura contiene sólidos suspendidos provenientes de la fragmentación de alimentos, grumos de materia grasa originados por la descomposición térmica del aceite y otros contaminantes que se solidifican a altas temperaturas. Estos residuos deben ser removidos en primera instancia mediante filtración, lo que permite obtener un aceite libre de partículas sólidas y facilitar el tratamiento posterior de los contaminantes disueltos.

Desgomado.

El desgomado es el proceso destinado a eliminar fosfáticos hidratables, glicolípidos y sólidos coloidales presentes en el aceite usado, responsables de la formación de espuma durante su calentamiento. Puede realizarse por vía física, mediante hidratación con agua al 70 °C en proporción aproximada al 2%, seguida de sedimentación para separar los compuestos solubles; o por vía química, utilizando agua caliente combinada con ácido fosfórico.

Neutralización.

La neutralización busca reducir la acidez del aceite usado, evitando que los ácidos grasos libres interfieran en la reacción de transesterificación. Para ello, se emplean soluciones de hidróxido de sodio en presencia de cloruro de sodio, lo que disminuye la formación de emulsiones. Este tratamiento es esencial para impedir que los ácidos grasos libres se transfieran al biodiésel y afecten su calidad.



Figura 1. Aceite comestible usado.

Transesterificación.

Es la reacción en la que un alcohol de cadena corta (usualmente metanol o etanol) reacciona con los triglicéridos presentes en grasas animales o aceites vegetales, sustituyendo el radical alcohólico del éster por el del alcohol introducido. Este proceso, también denominado alcoholisis, es análogo a una hidrólisis pero con alcohol como agente de ruptura.

Durante la transesterificación se reduce la alta viscosidad de los triglicéridos. En la ecuación 1: Se presenta la reacción general de la transesterificación.

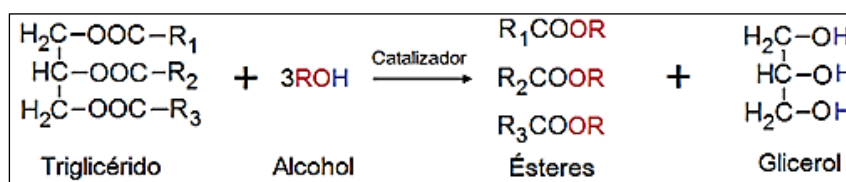


Figura 2. Ecuación 1: Reacción general de transesterificación.

Cuando en esta reacción se emplea metanol el proceso se llama metanolisis (ver ecuación 2), y si se utiliza etanol se llama etanolisis.

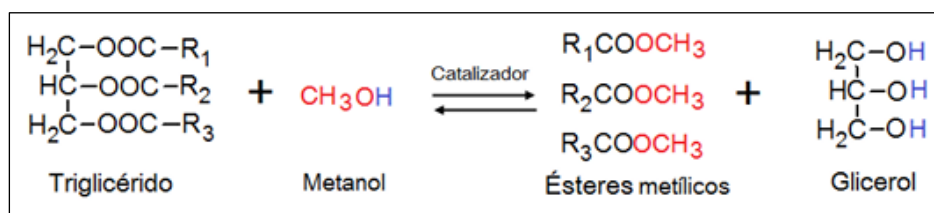


Figura 3. Ecuación 2: Reacción de metanolisis de triglicéridos

La realización de estas reacciones puede ser catalizados por un ácido o una base. Entre los catalizadores básicos más utilizados se encuentran el hidróxido de sodio (NaOH), el hidróxido de potasio (KOH) y carbonatos como el carbonato de calcio (CaCO₃); mientras que entre los

catalizadores ácidos destacan el ácido sulfúrico (H_2SO_4), los ácidos sulfónicos y el ácido clorhídrico (HCl). El proceso genera como productos una mezcla compuesta por ésteres alquílicos (biodiésel), glicerol, exceso de alcohol, restos del catalizador y triglicéridos parcialmente convertidos (di- y monoglicéridos). La glicerina, al ser la fracción más densa, se separa fácilmente al decantar en el fondo del reactor. La formación de di- y monoglicéridos constituye una etapa intermedia dentro del mecanismo de reacción

La figura 3 se describe el mecanismo de reacción de transesterificación.

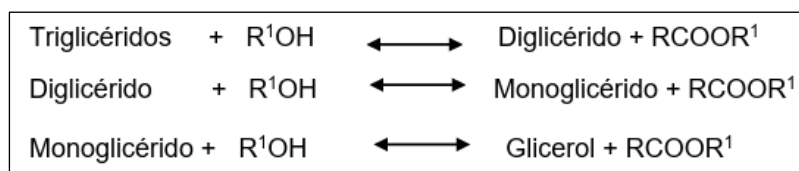


Figura 4. Ecuación 3: Reacción general de los productos intermedios formados en la reacción de transesterificación.

Estas secuencias (o etapas) de la reacción de transesterificación son reversibles y un pequeño exceso de alcohol se utiliza para cambiar el equilibrio hacia la formación de ésteres, debido a ello y para obtener un máximo rendimiento durante el proceso de transesterificación las cantidades de alcohol que se adicionan deben ser debidamente calculadas.

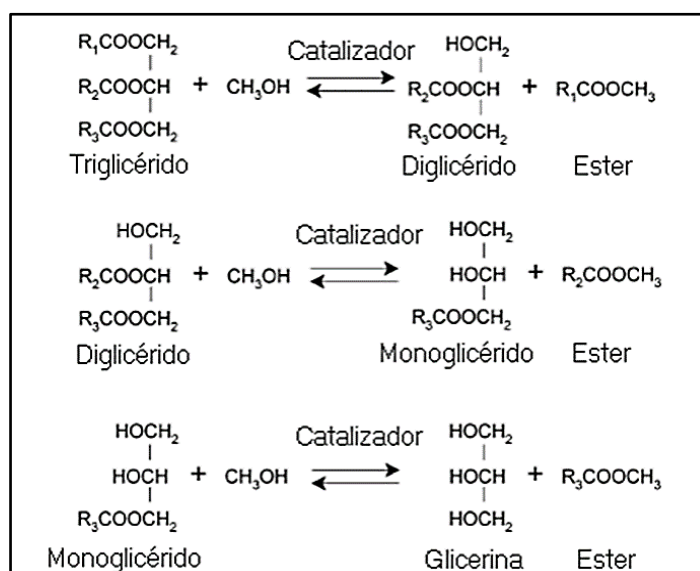


Figura 5: Reacciones de transesterificación en presencia de catalizador.

Lavado.

Tras la transesterificación, el biodiésel contiene impurezas solubles en agua (exceso de alcohol, restos de catalizador, jabones y glicerol). Para eliminarlas, el producto se somete a un proceso

de lavado con agua blanda, lo que asegura una mayor pureza y estabilidad del biocombustible final.

Deshidratado.

Tras el lavado, el biodiésel retiene una fracción de agua residual que debe ser eliminada para garantizar su calidad. Para ello, el producto se somete a un proceso de deshidratación térmica, elevando la temperatura entre 90 y 100 °C, lo que favorece la evaporación del agua y permite obtener un biodiésel libre de humedad.

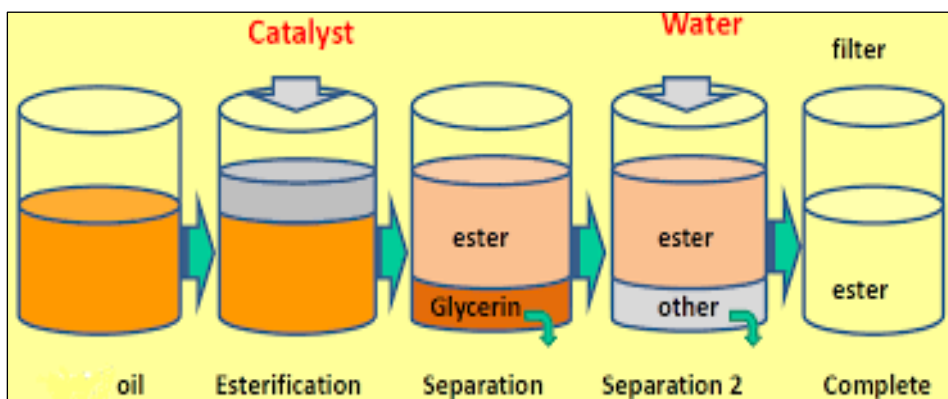


Figura 6. Proceso de obtención del biodiesel

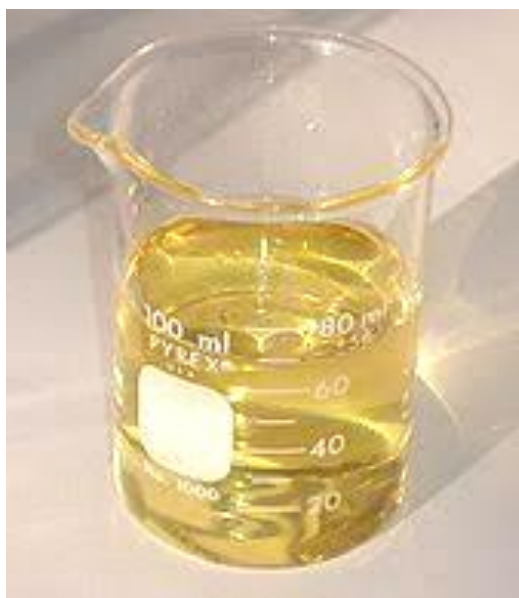


Figura 7. Biodiesel obtenido en laboratorio.

2.2.2.3. Elaboración del biodiesel con aceite nuevo.

La producción de biodiésel a partir de aceite nuevo sigue el mismo esquema que con aceites residuales, con la diferencia de que no requiere etapas de acondicionamiento para remover contaminantes. Sin embargo, es indispensable verificar que el aceite no presente elevados contenidos de agua o ácidos grasos libres, ya que estos favorecen reacciones de saponificación y disminuyen el rendimiento del proceso. Por ello, el aceite debe someterse previamente a análisis de pureza y parámetros fisicoquímicos. La transesterificación se

desarrolla de forma similar en ambos casos, aunque puede necesitar ajustes en las condiciones operativas (temperatura, tiempo de reacción y concentración de catalizador) según la calidad de la materia prima.

El procedimiento que sigue a partir de la transesterificación es el mismo para obtener el biodiesel.

2.2.2.4. Parámetros que afectan la reacción de transesterificación.

La reacción de transesterificación se ve afectada por algunos factores los cuales es necesario conocer y controlar para obtener un producto final de calidad. Estos factores son los siguientes:

Pureza y calidad del aceite

La obtención de un biodiésel de alta calidad depende en gran medida de la pureza del aceite empleado. Este debe encontrarse lo más refinado posible, libre de sólidos en suspensión y con bajo contenido de ácidos grasos libres, especialmente cuando se utilizan catalizadores homogéneos, ya que un exceso de acidez disminuye la eficiencia de la transesterificación. Asimismo, el aceite debe presentar bajo contenido de gomas y compuestos insaponificables, que afectan la estabilidad y el rendimiento del proceso. La calidad de la materia prima se evalúa mediante parámetros fisicoquímicos como: índice de acidez, contenido de agua, índice de peróxidos, índice de yodo, material insaponificable, contenido de fósforo, cantidad de insolubles y la relación molar alcohol/aceite.

Tipo y concentración del catalizador

El uso de un catalizador en la transesterificación es fundamental para incrementar la velocidad de reacción y el rendimiento en biodiésel, ya que en ausencia de este se requerirían temperaturas superiores a 250 °C. La naturaleza del catalizador es determinante, pues condiciona la composición admisible de la materia prima y define las operaciones posteriores de separación y purificación del producto. La concentración del catalizador depende de su tipo: en el caso de los catalizadores básicos (NaOH, KOH, carbonatos), los valores usuales se encuentran en un rango de 0,3 a 2 % respecto a la masa de aceite empleado.

Temperatura, tiempo de reacción y agitación.

La transesterificación puede desarrollarse en un amplio rango de temperaturas (25–250 °C), aunque habitualmente se realiza cerca del punto de ebullición del alcohol empleado (60–70 °C para metanol o etanol). Un aumento de temperatura acelera la cinética y eleva el rendimiento, pero una vez alcanzado cierto tiempo de reacción, la diferencia entre temperaturas deja de ser significativa. Además, parámetros como el tiempo de residencia y la intensidad de agitación influyen en la eficiencia de la reacción al favorecer la dispersión del alcohol en la fase oleosa y mejorar la transferencia de masa.

2.2.3. Corrosión del motor por efecto del combustible.

Investigaciones realizadas recientemente a nivel experimental y pruebas de campo han establecido que el biodiésel posee una mayor capacidad corrosiva que el diésel derivado del

petróleo en condiciones normales (condiciones ambientales). Las pruebas realizadas se hicieron con metales como: cobre, bronce, latón, acero al carbono, acero inoxidable, aluminio, zinc, etc. en los cuales se ha podido observar niveles altos de corrosión en tiempos relativamente cortos. Esta capacidad corrosiva del biodiesel se debe a ciertas características propias de este biocombustible, tales como su alta higroscopicidad, polaridad creciente y autooxidación. Estos estudios han establecido además que la temperatura juega un papel importante en la velocidad de la corrosión en el cobre, metal en el cual la corrosión es intensiva generando una rápida formación de productos de la oxidación y corrosión.



Figura 8. Corrosión de los cilindros del motor alimentado con biodiesel.

Durante el almacenamiento y manipulación del biodiésel, este entra en contacto con diversos metales presentes en tuberías, bombas, soportes y componentes estructurales. Las variaciones de temperatura ambiental y la presencia de humedad favorecen la aparición de procesos corrosivos en dichos materiales. De manera similar, en el interior del motor, el ingreso de vapor de agua junto con el aire de combustión acelera la corrosión de metales sensibles, como las aleaciones de cobre utilizadas en piezas críticas (ej. pie de biela), comprometiendo la durabilidad y fiabilidad del sistema.

La corrosión en motores que emplean biodiésel se evalúa habitualmente mediante la norma ASTM D130, diseñada originalmente para determinar la acción corrosiva de compuestos sulfurados sobre placas de cobre. El ensayo consiste en sumergir una placa de cobre en la muestra durante 3 horas a 50 °C, evaluando luego la corrosión de manera cualitativa según la pérdida de brillo superficial. En el caso del biodiésel, el resultado corresponde al nivel más bajo (1A), dado que este biocombustible carece de azufre. Sin embargo, la aplicación de esta norma presenta limitaciones, pues no distingue entre distintos materiales metálicos ni contempla la variabilidad según el origen del biodiésel.



Figura 9. Equipo empleado en el ensayo de corrosión en lámina de cobre.

2.3. Marco conceptual.

Biodiesel:

Un biocombustible líquido renovable producido a partir de aceites vegetales o grasas animales a través de la transesterificación.

Aceite vegetal puro:

Aceite vegetal sin procesar, nuevo o usado, que puede usarse en motores diésel bajo ciertas condiciones, como filtración y calentamiento.

Aceite de cocina usado:

Aceite vegetal o animal usado en la preparación de alimentos, que puede ser recolectado y procesado para producir biodiesel.

Transesterificación:

El proceso químico utilizado para convertir aceites vegetales o grasas animales en biodiesel.

B100:

Es el biodiesel puro al 100%.

B5:

Una mezcla de 5% de biodiesel y 95% de diésel de petróleo.

Éster metílico de ácidos grasos:

Así también se le llama al biodiesel.

Glicerina:

Subproducto de la transesterificación, utilizado en diversos productos.

Catalizador:

Sustancia que acelera la reacción de transesterificación.

Materia prima:

Aceites vegetales, grasas animales o aceite de cocina usado, utilizados en la producción de biodiesel.

Lubricidad:

Capacidad de un combustible para reducir la fricción y el desgaste en el motor.

Emisiones de gases de efecto invernadero:

Gases que contribuyen al calentamiento global, y que se reducen al usar biodiesel.

ASTM D6751:

Especificación de la Sociedad Americana para Pruebas y Materiales que define los requisitos de calidad del biodiesel.

Calefacción de biodiesel:

Uso de biodiesel en calderas para calefacción doméstica.

Combustión limpia:

Característica del biodiesel, que produce menos emisiones contaminantes que el diésel de petróleo.

2.4. Desarrollo experimental.**2.4.1. Generalidades.**

Las pruebas experimentales para elaborar la parte aplicativa o el estudio de campo de esta tesis se desarrollaron con un aceite de cocina muy conocido y de uso masivo en la cocina peruana como es el aceite Primor.

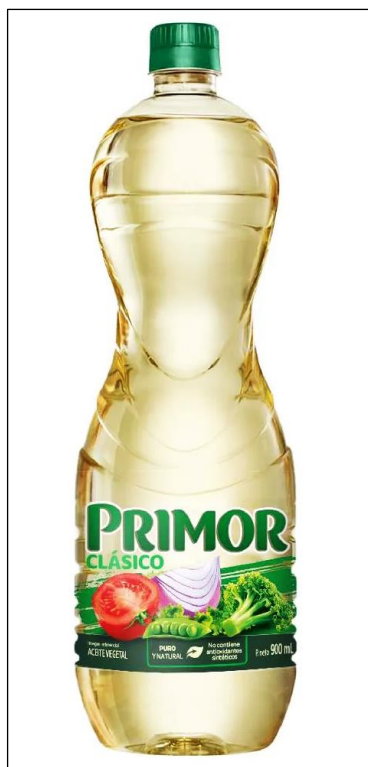


Figura 11. Aceite comestible de la marca comercial Primor.

Este aceite es un producto que resulta de la mezcla del aceite de soya y el aceite de girasol, que posee un color amarillento brillante transparente, un olor característico sin olores extraños ni rancidez, sus principales parámetros fisicoquímicos son los siguientes:

Materia volátil a 105°C: Máximo 0,2% m/m

Impurezas insolubles: Máximo 0,05% m/m

Contenido de jabón: Máximo 0,005% m/m

Hierro (Fe) Máximo 2,5mg/kg

Cobre (Cu) Máximo 0,1mg/kg

Índice de ácido: Máximo 0,6mg de KOH/g de aceite

Índice de peróxido: hasta 10 miliequivalentes de Oxígeno activo/kg de aceite

Estos datos están dados por DIGESA y se registran en el código Alimentario para los aceites comestibles autorizados.

Este mismo aceite Primor fue empleado para hacer el estudio comparativamente para ello una parte de la muestra adquirida (5 litros) se sometió a altas temperaturas para freír en varias oportunidades durante cinco días seguidos, sin cambiarlo, a fin de obtener un aceite usado como el que se desecha en los centros comerciales de comida rápida. Las frituras hechas incluyeron: carnes de res, pescado y pollo, papa, cebollas y nuggets obteniéndose un aceite totalmente desnaturalizado, con un color oscuro y con presencia de residuos sólidos en todo su volumen.

La muestra recolectada fue de 10 litros de aceite primor de los cuales 5 litros se utilizaron para las frituras. Para el caso de las muestras empleadas en las frituras se utilizaron por separado cada litro de tal forma que finalmente se obtuvieron 5 muestras, las cuales posteriormente fueron analizadas por separado y utilizadas en la elaboración del biodiesel también por separado ya que cada litro se empleó en diferentes tiempos:

La muestra 01: 1 día,

La muestra 02: 2 días,

La muestra 03: 3 días,

La muestra 04: 4 días,

La muestra 05: 5 días.

Las características organolépticas de manera general fueron las siguientes: Color oscuro (Marrón claro a marrón oscuro), presencia de partículas sólidas, olor fuerte, desagradable.

2.4.2. Análisis del aceite.

Los análisis hechos al aceite nuevo como al usado para caracterizarlos el aceite usado empleado en los estudios experimentales fueron los siguientes:

- Impurezas insolubles, %
- Materia volátil a 105°C
- Densidad, a 20°C
- Índice de refracción a 40°C
- Índice de saponificación (ISO 234: 1998).
- Determinación del índice de peróxidos.
- Determinación del índice de yodo.
- Materia insaponificable.
- Determinación del índice ácido.

2.4.3. Elaboración experimental del biodiesel.

Acondicionamiento del aceite usado

El acondicionamiento de las muestras de aceite usado adquiridas se realizó de la siguiente manera:

1. Se montó el equipo de filtración al vacío.
2. Una cama de algodón de 3 cm de espesor se coloca en el embudo Büchner.
3. El aceite se lleva a una temperatura de 60°C para disminuir la viscosidad.
4. Se filtra en el equipo de filtración al vacío.
5. Cuando el medio filtrante se satura se cambia y se prosigue filtrando.
6. Si aún persisten partículas finas en el aceite usado se vuelve a filtrar al vacío a la misma temperatura.

Eliminación del agua.

Se procedió de la siguiente manera:

1. La muestra se ponen la plancha de calentamiento.

2. Se calienta la muestra hasta los 130°C – 140°C
3. Se mantiene en constante movimiento al aceite durante el calentamiento.
4. Cuando se alcanza los 140 °C, a esa temperatura se mantiene la muestra por 10 minutos y luego se deja enfriar la muestra.

Cálculo de la cantidad de metanol

Para el ensayo base, se debe emplear una cantidad de metanol igual al 20% en peso de aceite, para ello se utiliza un cilindro graduado y se pesa, luego se agrega una cantidad de aceite exacta y se pesa de nuevo el cilindro, por diferencia se calcula el peso del aceite.

1. Se calculó la cantidad en peso de metanol necesario, multiplicando el peso del aceite por 20%
2. Esa cantidad se dividió entre la densidad del metanol y se determina la cantidad volumétrica
3. A partir de este punto se tomó arbitrariamente valores de hidróxido de sodio y metanol para el resto de los ensayos.

La cantidad de metanol que se emplea para la elaboración del biodiesel oscila en un amplio rango que va desde 0,1% al 1% y del 24% al 1%. En lo que respecta al catalizador alcalino, se emplean desde un 0,25% hasta un 6% de hidróxido de sodio o hidróxido de potasio.

Proceso de transesterificación del aceite:

Se procede de la siguiente manera:

1. Se calienta el aceite hasta los 60°C, manteniendo el contenido del vaso en constante agitación.
2. El metanol junto con el catalizador se mezcla ambos y luego cuando el aceite ha alcanzado los 60°C se va agregando poco a poco manteniendo la agitación.
3. Se tapa el vaso de precipitado manteniéndolo a 60°C durante 60 minutos.

Terminada la reacción se pasa el contenido del vaso a un embudo de separación dejándolo allí durante ocho horas para que se separen las fases: biodiesel y glicerol. Luego se separan ambas fases:

1. En un vaso de 2 litros de capacidad se pone a calentar agua hasta los 60°C.
2. A esa temperatura se sumerge el embudo para calentar el glicerol y bajarle su viscosidad.
- 3.- Una vez caliente se saca del vaso el embudo, se seca externamente y se abre la llave de paso para que caiga el glicerol en un vaso cuyo peso se conoce.
4. Se pesa el vaso con el glicerol y por diferencia de pesos se calcula el peso del glicerol obtenido.
5. En otro vaso limpio y seco se descarga el biodiesel, se pesa el vaso antes y después de agregar el biodiesel y se calcula el peso del biodiesel obtenido. Estos pasos se repiten para cada uno de los ensayos.

Lavado del biodiesel.

Para eliminar las impurezas del biodiesel este se somete a lavado de la siguiente manera:

1. Se vierte el biodiesel en un embudo de separación de 250mL.
2. Se agrega un tercio de agua y unas gotas de vinagre para regular el pH a 7.
3. Se agita vigorosamente para transferir las impurezas al agua.
4. Se deja en reposo por cinco horas para que se separen las fases.
5. Este procedimiento se repite hasta que el agua se vea transparente.
6. El vinagre se agrega solo en el primer lavado.

Secado del biodiesel.

En un vaso de precipitados se coloca el biodiesel en la plancha de calentamiento que está a 120°C y se deja secar hasta que en el biodiesel desaparezca el burbujeo.

2.4.4. Análisis del biodiesel obtenido.

Se realizaron los siguientes ensayos:

- Determinación cuantitativa de agua
- Determinación de la densidad
- Corrosión en lámina de cobre
- Determinación de azufre total
- Determinación de la curva de destilación.

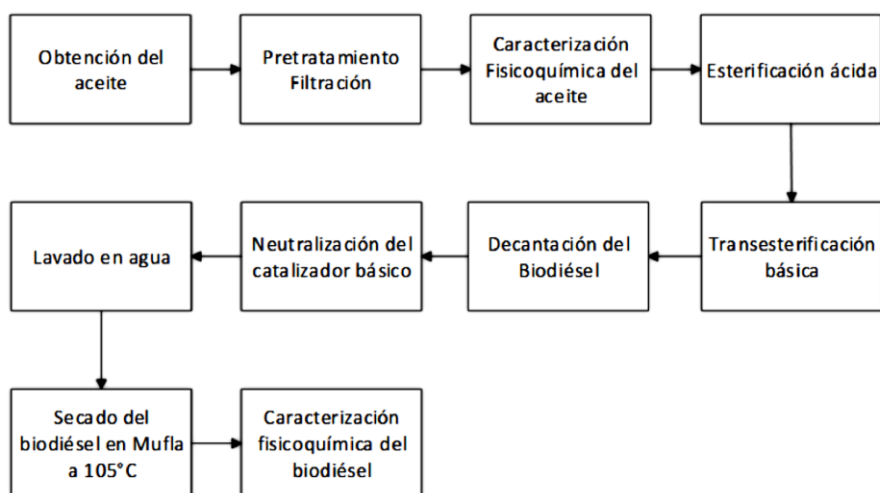


Figura 11. Diagrama de flujo para la elaboración del biodiesel.

III. RESULTADOS

3.1. Resultados del análisis del aceite empleado en los estudios experimentales.

Tabla 1

Resultados del análisis del aceite primor nuevo

Parámetro	Unidades	Resultados	Especificaciones
Densidad a 20°C	g/mL	0,920	0,919 – 0,925
Índice de refracción, $n_D=40^\circ\text{C}$		1,468	1,466 – 1,470
Índice de saponificación	mg KOH/g de aceite	191	189 – 195
Índice de yodo		127	124 – 139
Materia insaponificable	g/kg	13	≤ 15
Materia volátil a 105°C	% m/m	0,1	Máx. 0,2
Impurezas insolubles	% m/m	0,04	Máx. 0,05
Índice de peróxido	meq O ₂ /kg de aceite	6	Máx. 10
Índice ácido	mg de KOH/g de aceite	0,3	Máx. 0,6

Fuente: Datos Experimentales.

La tabla 1 muestra los resultados del análisis del aceite nuevo de la marca Primor, como se observa los datos obtenidos en cada uno de los ensayos realizados se han obtenido valores que están dentro de los valores límites considerados por las especificaciones dadas por las normas internacionales para los aceites comestibles.

3.2. Resultados del acondicionamiento del aceite usado.

Tabla 2

Resultados de la filtración al vacío de la muestra 01 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de ensayo, °C	Sólidos retenidos, g
01	100	80	3,1
02	100	80	3,0
03	100	80	3,1
04	100	80	3,2
05	100	80	3,1
Promedio			3,1

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 2 muestra los resultados de cinco ensayos de filtración al vacío en caliente de la muestra 01 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en un día, como se observa después de la filtración se ha obtenido un promedio de sólidos insolubles igual a 3,1g, lo que equivale a un 3,1%.

Tabla 3

Resultados de la filtración al vacío de la muestra 02 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de ensayo, °C	Sólidos retenidos, g
01	100	80	4,4
02	100	80	4,5
03	100	80	4,6
04	100	80	4,5
05	100	80	4,5
Promedio			4,5

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 3 muestra los resultados de cinco ensayos de filtración al vacío en caliente de la muestra 02 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en dos días, como se observa después de la filtración se ha obtenido un promedio de sólidos insolubles igual a 4,5g, lo que equivale a un 4,5%.

Tabla 4

Resultados de la filtración al vacío de la muestra 03 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de ensayo, °C	Sólidos retenidos, g
01	100	80	5,8
02	100	80	5,9
03	100	80	5,8
04	100	80	6,0
05	100	80	5,7
Promedio			5,8

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 4 muestra los resultados de cinco ensayos de filtración al vacío en caliente de la muestra 03 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en tres días, como se observa después de la filtración se ha obtenido un promedio de sólidos insolubles igual a 5,8g, lo que equivale a un 5,8%.

Tabla 5

Resultados de la filtración al vacío de la muestra 04 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de ensayo, °C	Sólidos retenidos, g
01	100	80	7,2
02	100	80	7,2
03	100	80	7,1
04	100	80	7,3
05	100	80	7,2
Promedio			7,2

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 5 muestra los resultados de cinco ensayos de filtración al vacío en caliente de la muestra 04 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en cuatro días, como se observa después de la filtración se ha obtenido un promedio de sólidos insolubles igual a 7,2g, lo que equivale a un 7,2%.

Tabla 6

Resultados de la filtración al vacío de la muestra 05 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de ensayo, °C	Sólidos retenidos, g
01	100	80	8,5
02	100	80	8,4
03	100	80	8,5
04	100	80	8,5
05	100	80	8,5
Promedio			8,5

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 6 muestra los resultados de cinco ensayos de filtración al vacío en caliente de la muestra 05 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en cinco días, como se observa después de la filtración se ha obtenido un promedio de sólidos insolubles igual a 8,5g, lo que equivale a un 8,5%.

Tabla 7

Resultados del desgomado de la muestra 01 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de desgomado, °C	Gomas residuales, g
01	100	70	0,3
02	100	70	0,4
03	100	70	0,3
04	100	70	0,3
05	100	70	0,3
Promedio			0,3

Fuente: Datos experimentales.

Porcentaje de agua empleada: 2%

La tabla 7 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el nivel de desgomado de la muestra 01 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en un día, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de gomas residuales igual a 0,3g, lo que equivale a un 0,3%.

Tabla 8

Resultados del desgomado de la muestra 02 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de desgomado, °C	Gomas residuales, g
01	100	70	0,4
02	100	70	0,4
03	100	70	0,3
04	100	70	0,5
05	100	70	0,4
Promedio			0,4

Fuente: Datos experimentales.

Porcentaje de agua empleada: 2%

La tabla 8 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el nivel de desgomado de la muestra 02 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en dos días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de gomas residuales igual a 0,4g, lo que equivale a un 0,4%.

Tabla 9

Resultados del desgomado de la muestra 03 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de desgomado, °C	Gomas residuales, g
01	100	70	0,4
02	100	70	0,4
03	100	70	0,4
04	100	70	0,4
05	100	70	0,4
Promedio			0,4

Fuente: Datos experimentales.

Porcentaje de agua empleada: 2%

La tabla 9 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el nivel de desgomado de la muestra 03 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en tres días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de gomas residuales igual a 0,4g, lo que equivale a un 0,4%.

Tabla 10

Resultados del desgomado de la muestra 04 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de desgomado, °C	Gomas residuales, g
01	100	70	0,5
02	100	70	0,4
03	100	70	0,5
04	100	70	0,5
05	100	70	0,6
Promedio			0,5

Fuente: Datos experimentales.

Porcentaje de agua empleada: 2%

La tabla 10 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el nivel de desgomado de la muestra 04 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en cuatro días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de gomas residuales igual a 0,5g, lo que equivale a un 0,5%.

Tabla 11

Resultados del desgomado de la muestra 05 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Temperatura de desgomado, °C	Gomas residuales, g
01	100	70	0,5
02	100	70	0,5
03	100	70	0,5
04	100	70	0,5
05	100	70	0,4
Promedio			0,5

Fuente: Datos experimentales.

Porcentaje de agua empleada: 2%

La tabla 11 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el nivel de desgomado de la muestra 5 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en cinco días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de gomas residuales igual a 0,5g, lo que equivale a un 0,5%.

Tabla 12

Resultados de la neutralización de la muestra 01 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Índice ácido, mgKOH/g aceite
01	100	0,2
02	100	0,2
03	100	0,1
04	100	0,2
05	100	0,2
Promedio		0,2

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 12 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el índice ácido de la muestra 01 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en un día, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de índice ácido igual a 0,2mgKOH/g de aceite.

Tabla 13

Resultados de la neutralización de la muestra 02 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Índice ácido, mgKOH/g aceite
01	100	0,3
02	100	0,2
03	100	0,2
04	100	0,2
05	100	0,2
Promedio		0,2

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 13 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el índice ácido de la muestra 02 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en dos días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de índice ácido igual a 0,2mgKOH/g de aceite.

Tabla 14

Resultados de la neutralización de la muestra 03 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Índice ácido, mgKOH/g aceite
01	100	0,3
02	100	0,3
03	100	0,4
04	100	0,3
05	100	0,4
Promedio		0,3

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 14 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el índice ácido de la muestra 03 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en tres días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de índice ácido igual a 0,3mgKOH/g de aceite.

Tabla 15

Resultados de la neutralización de la muestra 04 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Índice ácido, mgKOH/g aceite
01	100	0,5
02	100	0,5
03	100	0,5
04	100	0,5
05	100	0,4
Promedio		0,5

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 15 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el índice ácido de la muestra 04 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en cuatro días, como se observa después de los ensayos se ha obtenido un promedio de índice ácido igual a 0,5mgKOH/g de aceite.

Tabla 16

Resultados de la neutralización de la muestra 05 de aceite usado

Ensayo	Muestra, g	Índice ácido, mgKOH/g aceite
01	100	0,7
02	100	0,7
03	100	0,6
04	100	0,7
05	100	0,6
Promedio		0,7

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 16 muestra los resultados de cinco ensayos realizados para determinar el índice ácido de la muestra 05 de aceite usado en frituras continuas durante cinco horas en cinco días, como se observa después de los **ensayos** se ha obtenido un promedio de índice ácido igual a 0,7mgKOH/g de aceite.

Tabla 17

Contenido de agua en las muestras de aceite usado

Muestras	Porcentaje de agua, %
01	0,6
02	0,9
03	1,2
04	2,5
05	4,7

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 17 muestra los resultados de los análisis realizados a las cinco muestras de aceite usado para determinar el porcentaje de agua en cada uno de ellos, como se observa la cantidad de agua en cada una de las muestras es mayor conforme el aceite ha sido utilizado más días durante las cinco horas. La primera muestra contiene 0,6% de agua y la última 4,7%.

Tabla 18

Parámetros del aceite usado

Muestra N°	Humedad, %	Sólidos retenidos, %	Gomas residuales, %	Índice ácido, mgKOH/g aceite
01	0,6	3,1	0,3	0,2
02	0,9	4,5	0,4	0,2
03	1,2	5,8	0,4	0,3
04	2,5	7,2	0,5	0,5
05	4,7	8,5	0,5	0,7

Fuente: Datos de las tablas 2 – 17

La tabla 18 muestra los datos de los resultados obtenidos del tratamiento previo del aceite usado en la cual podemos observar las variaciones de los parámetros conforme los días de uso del aceite a las mismas condiciones de fritura.

3.3. Resultados de la elaboración del biodiesel con aceite nuevo.

Tabla 19

Selección de la relación adecuada aceite: metanol

N° Ensayo	Aceite, mL	Metanol, mL	Rendimiento en biodiesel, %
01	200	38	78
02	200	40	83
03	200	42	89
04	200	44	91
05	200	46	87

Fuente: Datos experimentales.

Temperatura del proceso: 70°C

Catalizador NaOH 1M: 4,5mL

La tabla 19 reporta los datos obtenidos en los ensayos hechos para determinar la relación aceite: metanol que permita un mayor rendimiento en biodiesel, según los datos reportados la relación que tiene mejor rendimiento es 200mL de aceite y 44mL de metanol. Una mayor cantidad de metanol (46mL) disminuye el rendimiento en biodiesel (87%).

Tabla 20

Selección de la dosis adecuada de catalizador

N° Ensayo	Aceite, mL	Metanol, mL	NaOH 1M, mL	Rendimiento, %
01	200	44	3,00	72
02	200	44	3,50	76
03	200	44	4,00	83
04	200	44	4,50	91
05	200	44	5,00	86

Fuente: Datos experimentales.

Temperatura de ensayo 60°C

La tabla 20 reporta los datos de los resultados obtenidos de los ensayos hechos para seleccionar la dosis correcta de catalizador NaOH para la transesterificación del aceite nuevo en presencia de 44mL metanol, según los datos el volumen adecuado de NaOH 1M para lograr el máximo rendimiento de biodiesel con la relación 200mL de aceite y 44mL de metanol es de 4,50mL. Una mayor cantidad de NaOH (5mL) disminuye el rendimiento en biodiesel (86%).

Tabla 21

Selección de la temperatura adecuada para la transesterificación

N° Ensayo	Aceite, mL	Metanol, mL	NaOH 1M, mL	Temperatura, °C	Rendimiento, %
01	200	44	4,50	60	75
02	200	44	4,50	62	78
03	200	44	4,50	64	85
04	200	44	4,50	68	90
05	200	44	4,50	70	91

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 21 reporta los datos de los resultados obtenidos de los ensayos realizados para seleccionar la temperatura adecuada a la cual se lleva el proceso de transesterificación del aceite nuevo en presencia de metanol (44mL), según los datos reportados la temperatura adecuada es de 70°C para lograr el máximo rendimiento de biodiesel con la relación 200mL de aceite y 44mL de metanol y 4,50mL de catalizador.

Tabla 22

Selección de la velocidad de agitación durante la transesterificación

Aceite, mL	Metanol, mL	NaOH 1M, mL	Temperatura, °C	Rpm	Rendimiento, %
200	44	4,50	70	500	74
200	44	4,50	70	550	78
200	44	4,50	70	600	86
200	44	4,50	70	650	91
200	44	4,50	70	700	91

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 22 reporta los datos obtenidos de los ensayos realizados para seleccionar la velocidad de agitación a la cual se llevó el proceso de transesterificación del aceite de girasol en presencia de metanol, según los datos reportados la velocidad de agitación adecuada fue de 650 rpm para lograr el máximo rendimiento de biodiesel con la relación 200mL de aceite y 44mL de metanol y 4,50mL de catalizador.

Tabla 23

Selección del tiempo de transesterificación

Aceite, mL	Metanol, mL	NaOH 1M, mL	Tiempo, Min	Rpm	Rendimiento, %
200	44	4,50	50	650	75
200	44	4,50	55	650	79
200	44	4,50	60	650	85
200	44	4,50	65	650	91
200	44	4,50	70	650	91

Fuente: Datos experimentales.

Temperatura del proceso: 62°C

La tabla 23 reporta los datos obtenidos de los ensayos realizados para seleccionar el tiempo y la velocidad de agitación óptimos que requiere el proceso de transesterificación para completar la reacción de transesterificación, según los datos reportados el tiempo requerido fue de 65 minutos y una velocidad de agitación de 650rpm para lograr el máximo rendimiento de biodiesel con la relación 200mL de aceite y 44mL de metanol y 4,50mL de catalizador.

Tabla 24

Parámetros óptimos para la obtención del biodiesel a partir del aceite nuevo

Parámetros	Unidades	Resultados
Aceite nuevo	mL	200
Metanol	mL	44
Hidróxido de sodio 1M	mL	4,5
Temperatura	°C	70
Velocidad de agitación	rpm	650
Tiempo de residencia	minutos	65

Fuente: Datos de las tablas 19 – 23

La tabla 24 muestra el resumen de los resultados obtenidos de los ensayos realizados para la elaboración del biodiesel en ella se muestran los resultados obtenidos para cada uno de los parámetros analizados.

3.4. Resultados de la determinación de los parámetros del biodiesel obtenido con el aceite nuevo.

Tabla 25

Determinación de la densidad del biodiesel a 15°C

N° de muestra	Resultados	Unidades	Método de ensayo
01	0,881	g/mL	ISO 3675
02	0,881		
03	0,882		
04	0,880		
05	0,881		
Promedio	0,881		

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 25 reporta los datos de los ensayos realizados para determinar la densidad del biodiesel elaborado con el aceite Primor nuevo, el resultado promedio obtenido indica que la densidad del biodiesel es 0,881 g/mL determinado a 15°C. El método empleado corresponde a la Norma ISO 3675 modificada.

Tabla 26

Determinación de la Viscosidad cinemática a 40°C

N° de muestra	Resultados	Unidades	Método de ensayo
01	4,3	cSt	ISO 3104
02	4,4		
03	4,3		
04	4,3		
05	4,3		
Promedio	4,3		

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 26 reporta los datos obtenidos de los análisis realizados para determinar la viscosidad cinemática del biodiesel elaborado con el aceite nuevo, el resultado promedio obtenido indica que la viscosidad cinemática del biodiesel es 4,3 cSt. El método empleado corresponde a la Norma ISO 3104 modificada.

Tabla 27

Determinación del punto de inflamación en crisol cerrado

N° de muestra	Resultados	Unidades	Método de ensayo
01	160	°C	ISO 3679
02	160		
03	161		
04	160		
05	161		
Promedio	160		

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 27 reporta los resultados de los ensayos hechos para determinar el punto de inflamación del biodiesel elaborado con el aceite nuevo, el resultado promedio obtenido indica que el punto de inflamación del biodiesel es 160°C. El método empleado corresponde a la Norma ISO 3679 modificada.

Tabla 28

Determinación del contenido de agua

N° de muestra	Resultados	Unidades	Método de ensayo
01	68	mg/kg	ISO 12937
02	68		
03	69		
04	68		
05	67		
Promedio	68		

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 28 reporta los datos obtenidos de los análisis realizados para determinar el contenido de agua en el biodiesel elaborado con el aceite nuevo, el resultado promedio obtenido indica que el contenido de agua en el biodiesel es de 68mg/kg. El método empleado corresponde a la Norma ISO 12937 modificada.

Tabla 29

Determinación del índice de yodo del biodiesel

N° de muestra	Resultados	Unidades	Método de ensayo
01	112	G	ISO 14111
02	112		
03	113		
04	112		
05	112		
Promedio	112		

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 29 reporta los datos obtenidos de los análisis realizados para determinar el índice de yodo en el biodiesel elaborado con el aceite nuevo, el resultado promedio obtenido indica que el índice de yodo del biodiesel es en promedio 112g. El método empleado corresponde a la Norma ISO 14111 modificada.

Tabla 30

Determinación del valor ácido

N° de muestra	Resultados	Unidades	Método de ensayo
01	0,35	mgKOH/g	ISO 14104
02	0,35		
03	0,35		
04	0,37		
05	0,34		
Promedio	0,35		

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 30 reporta los datos obtenidos de los análisis realizados para determinar el valor ácido del biodiesel elaborado con el aceite nuevo, el resultado promedio obtenido indica que el valor ácido del biodiesel es en promedio 0,35mgKOH/g de biodiesel. El método empleado corresponde a la Norma ISO 14104 modificada.

Tabla 31

Parámetros del biodiesel elaborado con aceite nuevo

Parámetros	Valor
Densidad, g/mL	0,881
Viscosidad a 40°C, cSt	4,3
Punto de inflamación, °C	160
Contenido de azufre, mg/kg	2
Contenido de agua y sedimentos, mg/kg	68
Índice de acidez, mgKOH/g	0,35
Índice de peróxido, mg/KOH/g	6
Ácidos grasos libres, mgKOH/g	0,20
Contenido de metanol, %m/m	03
Glicerol libre, %m/m	0,01

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 31 muestra el resumen de los parámetros determinados para el combustible biodiesel elaborado con aceite Primor nuevo.

3.5. Resultados obtenidos de la preparación de biodiesel de aceite usado.

Tabla 32

Resultados del análisis del biodiesel elaborado con aceite primor usado

Parámetro	Unidades	M 01	M 02	M 03	M 04	M 05
Densidad a 20°C	g/mL	0,923	0,926	0,929	0,932	0,936
Índice de refracción, $\eta_D=40^\circ\text{C}$		1,471	1,474	1,476	1,478	1,479
Índice de saponificación	mg KOH/g ac.	193	195	198	202	205
Índice de yodo		130	134	139	141	144
Materia insaponificable	g/kg	14	15	17	19	22
Materia volátil a 105°C	% m/m	0,2	0,4	0,7	0,9	1,1
Impurezas insolubles	% m/m	3,1	4,5	5,8	7,2	8,5
Índice de peróxido	meq O ₂ /kg ac.	8	9	11	14	17
Índice ácido	mg KOH/g ac.	0,2	0,2	0,3	0,5	0,7

Fuente: Datos Experimentales.

La tabla 32 reporta los datos de los análisis del aceite Primor usado después del acondicionamiento, es decir después de la eliminación de la filtración, el desgomado y la neutralización del aceite, como se observa la densidad y los otros parámetros aumentan con el nivel de degradación del aceite, viéndose muy afectados el índice de peróxido y el índice ácido.

Tabla 33

Parámetros del biodiesel elaborado con las muestras de aceite usado

Parámetros	Muestras				
	01	02	03	04	05
Densidad, g/mL	0,882	0,884	0,886	0,889	0,895
Viscosidad a 40°C, cSt	4,2	4,6	4,5	4,3	4,5
Punto de inflamación, °C	94	93	92	93	94
Contenido de azufre, mg/kg	13	13	17	15	16
Contenido de agua y sedimentos, %	0,3	0,2	0,3	0,4	0,3
Índice de acidez, mgKOH/g	0,32	0,31	0,32	0,32	0,33
Índice de peróxido, mgKOH/g	2,72	2,76	2,84	2,85	2,86
Ácidos grasos libres, mgKOH/g	0,22	0,24	0,26	0,27	0,29
Contenido de metanol, %m/m	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Glicerol libre, %m/m	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 33 reporta los datos de los parámetros de los biodiesel elaborados a partir de las muestras de aceite usado, en la cual podemos ver el elevado valor de índice de acidez que es igual a 0,33mgKOH/g de aceite, el índice de peróxido que llega a 2,86mgKOH/g de aceite, ácidos grasos libres 0,29mgKOH/g y además el contenido de azufre que llega a 16mg/kg.

Tabla 34

Resultados del ensayo de corrosión con lámina de cobre en el biodiesel con aceite usado

Tiempo de exposición, días	Grado de corrosión, N°				
	M - 01	M - 02	M - 03	M - 04	M - 05
5	1b	1b	2c	3a	3b
10	1b	1b	2c	3a	3b
15	1b	2a	2e	3b	3b
20	1b	2a	3a	3b	4a
25	1b	2c	3a	3b	4a
30	2 ^a	2c	3a	3b	4a

Fuente: Datos experimentales.



La tabla 34 reporta los datos obtenidos de las pruebas de corrosión realizadas con las láminas de cobre en el biodiesel preparado con el aceite Primor usado, como se observa el grado de oxidación es alto, el nivel de acidez y de peróxidos que contiene el biodiesel hace posible la corrosión del metal, conforme pasa el tiempo llegando en un mes hasta el nivel 3b de la escala ASTM.

Tabla 35
Determinación de gomas existentes en el biodiesel

Muestra	Gomas existentes, mg/100 mL
01	6,5
02	6,9
03	7,3
04	7,8
05	8,2

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 35 reporta los datos de los resultados hechos para determinar gomas existentes en el combustible biodiesel elaborado con el aceite primor usado, como se observa la concentración de estas gomas es relativamente alta alcanzando hasta 8,2mg/100mL.

Tabla 36

Determinación de gomas potenciales en el combustible biodiesel

Tiempo de ensayo, días	Gomas potenciales, mg/100mL
Inicial	8,2
30	9,9
60	14,7
90	19,5
150	41,4
180	58,6

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 36 reporta los datos de los ensayos realizados para determinar las gomas potenciales en las muestras de biodiesel preparado con el aceite Primor usado, como se observa la concentración de estas gomas potenciales aumentan conforme pasa el tiempo de almacenamiento y también influye en ello la exposición a la luz solar y al contacto con algunos metales que catalizan la oxidación que forma estas gomas. En 180 días se forman 58,6 mg/100mL de gomas potenciales.

Tabla 37

Determinación del periodo de inducción (estabilidad) del biodiesel

Tiempo de almacenamiento, horas	Periodo de inducción, min.	Especificaciones
Inicial	480	Reportar
20	360	
40	240	
60	180	
80	60	
100	0	

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 37 reporta los datos obtenidos de los ensayos para determinar el periodo de inducción (o de la estabilidad) del biodiesel, como se observa conforme pasa el tiempo (los días) el periodo de inducción del combustible biodiesel disminuye drásticamente de 480 minutos hasta 0 minutos lo que indica que el nivel de oxidación es rápido.

IV. DISCUSIÓN

La calidad del biodiesel que se obtienen a partir de un aceite nuevo y de un aceite usado, ambos de la misma marca, tiene sus diferencias y esta depende de la composición química y fisicoquímica de la materia prima. La contaminación química que sufre el aceite usado especialmente en lo relacionado con el índice de acidez y el índice de peróxidos, cuando no es tratado con profundidad pueden transferirse al biodiesel. Estos contaminantes incluso en pequeñísimas concentraciones inician la oxidación del biodiesel generando gomas potenciales que rápidamente oxidan el combustible. Un papel importante en este proceso juega los hidroperóxidos que se generan gracias a las sustancias oxidantes que se hay en el biocombustible, catalizados por la luz, el oxígeno del aire y los metales con los que están hechos los recipientes y reservorios donde se almacena el biocombustible.

Las pruebas experimentales que se han desarrollado en esta tesis han tenido como finalidad demostrar lo que se ha afirmado en el párrafo anterior, sobre todo en los parámetros: índice de peróxido que alcanza 17meqO₂/kg de aceite y el índice ácido (índice de acidez) que llega a 0,7mgKOH/g de aceite los cuales al estar presentes originan una reacción en cadena que oxida de manera acelerada todo el volumen de biocombustible, deteriorando su calidad, afectando el funcionamiento del motor en el cual se cargue, incluso si este biodiesel sea agregado en determinados porcentaje al Diésel, al cual también afecta y deteriora rápidamente oxidándolo.

V. CONCLUSIONES

1. Se ha evaluado experimentalmente la calidad del biodiesel elaborado con aceite comestible nuevo y aceite comestible usado demostrándose que el biodiesel elaborado con el segundo es de menor calidad ya que los componentes de la contaminación química que se genera en el aceite usado se transfieren en parte al biocombustible.
2. El aceite comestible usado transfiere durante la elaboración del biodiesel parte de su contaminación química, sobre todo los componentes ácidos y los peróxidos los mismos que oxidan el combustible.
3. El empleo de aceite comestible nuevo usado en la elaboración del biodiesel no afecta su calidad ya que no tiene contaminantes químicos.

VI. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda realizar un acondicionamiento del aceite comestible usado desde el punto de vista químico para eliminar las sustancias que pueden deteriorar la calidad del biodiesel en un corto tiempo.
2. Se recomienda almacenar el biodiesel en recipientes o reservorios hechos de polímeros y de color oscuro para evitar la acción catalizadora de los metales y de la luz en el proceso de oxidación.

VII. FUENTES DE INFORMACIÓN.

- [1] F. Sancho, “Degradación de aceites comestibles sometidos a temperatura de fritura y formación de tóxicos. Evaluación por rmn de 1h y mefs-cg/em”, Tesis, España, Universidad del País Vasco.2013
- [2] A. Esquivel y colaboradores, “Cambios químicos de los aceites comestibles durante el proceso de fritura. Riesgos en la salud”, Tesis, España, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. 2017
- [3] A. Juárez y M. Sammán, “El deterioro de los aceites durante la fritura”, Tesis, Argentina, Universidad Nacional de Tucumán, 2017
- [4] L. Torres y colaboradores, “Efecto de la temperatura y del tiempo de reacción sobre la esterificación y la transesterificación de aceites comestibles usados”, México, Instituto Tecnológico de Cancún, 2017
- [5] A. Ortega, “Factibilidad del reciclaje de residuos de aceite vegetal usado para la producción de biodiesel”, tesis, México, Instituto Politécnico Nacional, 2017
- [6] J. Cedrón y colaboradores, “Análisis de biodiesel preparado a partir de residuos de aceite doméstico, mediante RMN”, Perú, Revista de la Sociedad Química del Perú.
- [7] M. Díaz y S. Guerrero, “Influencia del índice de acidez en el poder calorífico del biodiesel, obtenido a partir de aceites reciclados de cocina”, Tesis, Perú, Universidad Nacional del Santa, 2018
- [8] K. Maldonado, “Influencia del índice de acidez en el poder calorífico del biodiesel, obtenido a partir de aceites reciclados de cocina”, Tesis, Perú, Universidad Nacional del Centro, 2021.
- [9] M.Alva y P. Cipra, “Estudio comparativo de los biodiesel obtenidos a partir de metanol y etanol y su adaptación a escala piloto”, Tesis, Perú, Universidad Nacional de Trujillo, 2015.
- [10] J. Saavedra, “Transesterificación de los ácidos grasos de (*Eiaeis guineensis jacq*) "aceite de palma" con metanol para la obtención de biodiésel”, Tesis, Perú, Universidad Nacional Agraria de la Selva, 2009.

ANEXOS

Anexo 1: Especificaciones ASTM del biodiesel

Ensayo	Unidad	Biodiesel BD100	Método ASTM
Apariencia	---	Brillante	---
Color ASTM	---	< 2.0	D-6045-04
VOLATILIDAD		---	
Densidad a 15.6 °C	°API	26.9	D-1298-99e2
Densidad a 15.6 °C	Kg/m³	894.0	D-1298-9942
Destilación a 760 mmHg	---	---	d-86-05
Punto inicial de ebullición	°C	210.0	---
10% V recuperado	°C	325.0	---
50% V recuperado	°C	333.0	---
90% V recuperado	°C	360.0	---
Punto final de ebullición	°C	365.0	---
Punto de inflamación, Pensy Martens.	°C	81.0	D-93-02a
FLUIDEZ		---	---
Viscosidad cinemática a 40°C	cSt	5.47	D-445-03
COMBUSTIÓN		---	---
Poder calorífico	BTU/Lb	19 301	D-4868
Índice de cetano	---	51.7	D-4737-05
CONTAMINANTES		---	---
Azufre total, % masa.	%m	0.010	D-4294-03

Anexo 2

Métodos de análisis del aceite usado

Densidad (ISO 1212: 2005).

Se empleó un picnómetro de 25 mL de capacidad equipado con un termómetro. El procedimiento consistió en lo siguiente:

- Primero, se pesó el picnómetro limpio y seco sin contenido.
- Posteriormente, se llenó completamente con la muestra de aceite.
- Se colocó el termómetro en su interior.
- Luego, se ajustó la temperatura a 15 °C antes de realizar un nuevo pesaje.
- Finalmente, se utilizó la fórmula correspondiente para determinar la densidad.

$$\rho = m/v,$$

Dónde:

ρ : densidad, en

m : masa, en (g)

v : volumen, en mL

Índice de saponificación (ISO 234: 1998).

Se trabaja con una muestra de 3 gramos de aceite usado, la cual se hace reaccionar con un exceso de solución de hidróxido de potasio (KOH) 0,5 N. Posteriormente, se realiza una valoración por retroceso utilizando ácido clorhídrico (HCl) 0,5 N. El procedimiento seguido es el siguiente:

1. Se coloca la muestra en un matraz, al que se le añaden 50 mL de solución alcohólica de KOH recién filtrada.
2. El matraz se conecta a un condensador de reflujo y se calienta en baño maría hasta alcanzar la ebullición, permitiendo que se complete la saponificación. Durante este proceso, se agita ocasionalmente y se controla que los vapores no lleguen al extremo superior del condensador. Es recomendable realizar pruebas preliminares para estimar el tiempo necesario de saponificación según el tipo de muestra.
3. Una vez finalizado el calentamiento, se deja enfriar la mezcla hasta alcanzar la temperatura ambiente.
4. Luego, se retira el condensador.
5. Se añaden entre 3 y 4 gotas de fenolftaleína como indicador, y se procede a titular con HCl 0,5 N hasta que desaparezca el color rosado.
6. Se hierve nuevamente la solución y, si el color rosado reaparece, se continúa la titulación hasta que desaparezca por completo.
7. De manera paralela, se realiza el mismo procedimiento con una muestra en blanco que contiene únicamente la solución alcohólica de KOH, sin el aceite.

8. Todos los ensayos deben realizarse por duplicado para asegurar la precisión de los resultados.

La fórmula correspondiente para calcular el **índice de saponificación (IS)** se presenta a continuación:

$$IS = [(V_1 - V_2) \times N \times 56,1] / G$$

Donde:

IS: índice de saponificación

V₁: mL de HCl gastados en la valoración del ensayo en blanco

V₂: mL de HCl gastados en la valoración de la muestra

N: normalidad de la solución de HCl

G: Peso de la muestra en gramos.

Determinación del índice de peróxidos

El índice de peróxidos (IP), expresado en miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo de grasa, se determina al disolver la muestra en una mezcla de ácido acético y cloroformo, y luego tratarla con una solución de yoduro de potasio. El yodo que se libera como resultado de esta reacción se valora posteriormente mediante una solución estandarizada de tiosulfato de sodio.

El valor del índice de peróxidos se obtiene utilizando la siguiente fórmula:

$$IP = (V N 1000) / P$$

Donde:

- V: ml de solución valorada de tiosulfato sódico empleados en el ensayo, convenientemente corregidos para tener en cuenta el ensayo en blanco
- N: normalidad exacta de la solución de tiosulfato sódico empleada
- P: peso en gramos de la muestra problema.

El resultado será la media aritmética de las dos determinaciones efectuadas

Determinación del índice de yodo

Según el procedimiento para determinar el índice de yodo, se toma una muestra previamente pesada con exactitud y se introduce en un matraz de 500 mL, junto con el disolvente correspondiente. A continuación, se añade el reactivo de Wijs y se deja reposar durante dos horas. Posteriormente, se incorporan 20 mL de solución de yoduro de potasio y 150 mL de agua. La mezcla se valora con una solución de tiosulfato de sodio, en presencia de almidón, hasta que el color amarillo característico del yodo haya desaparecido casi por completo. En ese momento, se agregan unas gotas de solución de almidón (engrudo) y se continúa con la titulación hasta que el color azul desaparezca completamente tras una agitación vigorosa.

El índice de yodo se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$12,69 \times c (V_1 - V_2) / P$$

Donde:

- c: valor numérico de la concentración exacta, expresada en moles por litro, de la solución volumétrica patrón de tiosulfato sódico utilizada

- V_1 : valor numérico del volumen, expresado en mililitros, de la solución de tiosulfato sódico utilizada para el ensayo en blanco.
- V_2 : valor numérico del volumen, expresado en mililitros, de la solución de tiosulfato sódico utilizada para la determinación.
- p : valor numérico del peso, expresado en gramos, de la muestra problema.

Se tomará como resultado la media aritmética de las dos determinaciones, siempre que se cumpla el requisito establecido con respecto a la repetibilidad.

Anexo 3: Métodos de análisis del biodiesel.

Determinación cuantitativa del agua

Instrumento de laboratorio reactivo y materiales.

Equipo para determinar la cantidad de agua que contienen los productos derivados del petróleo, consta de: 1 matraz, 1 tubo refrigerador inverso y una trampa receptora; probeta graduada de 100 mL y calentador eléctrico con espiral cerrado, agitador de vidrio; espátula; xilol; gasolina, oleína, loza esmaltada o porcelana, algodón, cápsula de evaporación de 25 mL.

Procedimiento experimental.

Preparativos para el análisis.

- La muestra de combustible se agita bien durante cinco minutos en el recipiente que lo contiene, el cual debe ser llenado solamente hasta los 3/4 de su capacidad.
- En un matraz seco se coloca la cantidad de combustible que se va a analizar, pesado de acuerdo con la tabla 2.1. Luego en la probeta graduada se mide 100 mL de xileno y se agrega al matraz, el cual se agita hasta la total dilución del producto, se coloca en el matraz algunos trozos de loza esmaltada o porcelana (ó 1-2 g de oleína).

Tabla A.1

Peso del producto para cuantificar agua

Estado	Posible cantidad de agua en el producto, en %	Peso, g	Exactitud del Pesaje en g
Líquido	Hasta 10	100 ± 1	0.10
Líquido	de hasta 20	50 ± 0.5	0.05
Líquido	desde 20 y más	25 ± 0.25	0.02
Sólido	---	25 ± 0.25	0.02

Como el Diesel tiene poca viscosidad, se puede tomar en volumen. En este caso se mide con la probeta graduada 100 mL de combustible a analizar, se vierte este en un matraz y sin lavar la probeta graduada se mide en ella los 100 mL de xileno que se agrega al

matraz. El peso en gramos del combustible será en este caso igual al producto de su volumen por la densidad en g/cm³.

- El matraz se une a la trampa receptora y esta al condensador inverso. Las uniones deben quedar bien cerradas, asegurando la hermeticidad de todo el equipo a fin de evitar la fuga de vapores y obtener resultados reales.
- Cuando la temperatura del agua que circula por el condensador se diferencia mucho de la temperatura del medio ambiente, entonces la parte superior del condensador se taponea con algodón para evitar que los vapores de la atmósfera ingresen al tubo y se condensan en este.

Procedimiento para el análisis.

- El equipo una vez montado se coloca de tal manera que el matraz quede sobre el calentador eléctrico, conectado este se procede a calentar el producto hasta ebullición y en lo sucesivo la destilación se conduce de tal manera que del tubo del condensador caigan a la trampa receptora de 2 a 4 gotas por segundo.
- Si al final de la destilación en el tubo del condensador quedan gotas de agua, entonces se hacen caer a estas hacia la trampa receptora con ayuda del solvente condensado. Para esto cada cierto tiempo se eleva la intensidad del calor.
- La destilación se detiene cuando se observa que el volumen del agua en la trampa receptora no aumenta más y la capa superior del solvente se vuelve totalmente transparente. El tiempo de destilación debe ser no menor de 30 minutos y no mayor de 1 hora. Las gotas de agua que pueden quedar en el tubo del condensador se hacen caer a la trampa receptora con ayuda del agitador de vidrio con terminal de jebe.
- Después de esto cuando el matraz se enfría y el solvente (xileno) con el agua que se encuentran en la trampa receptora toman la temperatura del medio ambiente, el aparato se desmonta y se sacuden con el agitador de vidrio las gotas de agua adheridas a las paredes de la trampa receptora.
- Si en la trampa receptora hay poca agua (hasta 0,3 cm³) y el solvente es opaco, entonces esta se introduce en el agua caliente durante 20 ó 30 minutos para que se aclare y nuevamente se enfría hasta la temperatura ambiente. Luego se anota el volumen del agua que se ha acumulado en la trampa receptora. La notación debe ser exacta.

Cálculo de los Resultados.

- La cantidad de agua (x) en porcentaje de peso, que hay en el combustible, se calcula con la fórmula:

$$X = [(V \cdot \rho_a) / m] \times 100$$

donde:

V = es el volumen del agua acumulada en la trampa receptora, en cm^3 .

ρ_a = es la densidad del agua a temperatura de análisis.

m = es el peso de la gasolina analizada en gramos.

- La cantidad de agua (X_1) en porcentaje de volumen se calcula:

$$X_1 = [(V \rho_p) / m] \times 100$$

Donde:

V = es el volumen de agua acumulada en la trampa receptora en cm^3 .

ρ_p = es la densidad del combustible a la temperatura que se tomó el peso, en g/cm^3

m = es el peso del combustible analizado, en gramos.

- Si la cantidad de agua acumulada en la trampa receptora es igual a $0,03 \text{ cm}^3$ o menor que esta, se considera como ínfima. Cuando la parte inferior de la trampa receptora, después de la destilación no se acumula agua, se considera que en el producto no hay agua.

Determinación de la densidad

Instrumentos de laboratorio, materiales y reactivos:

Se utilizan densímetros o aerómetros con un rango de $0,65$ a $0,98 \text{ g/cm}^3$ (fig. 20), probeta de vidrio para densímetros, termómetro de mercurio con escala de 20°C a $+50^\circ\text{C}$ y divisiones de 1°C , otro termómetro de mercurio con rango de 0°C a $+30^\circ\text{C}$ y divisiones de $0,1^\circ\text{C}$, pipeta capilar fina, alcohol etílico rectificado y agua destilada.

Procedimiento experimental:

- Antes de realizar la determinación de la densidad del combustible, este debe permanecer un tiempo en contacto con el ambiente para que adquiera su temperatura.
- Si el propósito es evaluar la calidad del combustible en todo su volumen, la densidad debe medirse a la misma temperatura del combustible.
- La probeta para densímetros debe colocarse en una superficie plana y estable, y llenarse con el combustible a analizar, asegurando que su temperatura no difiera en más de $\pm 5^\circ\text{C}$ respecto a la temperatura ambiental.
- El densímetro, limpio y seco, se introduce lentamente en el combustible sujetándolo por la parte superior. Una vez que se estabiliza y deja de oscilar, se procede a realizar la lectura de la densidad considerando el nivel superior del menisco. Durante la lectura, los ojos del operador deben estar alineados con dicho nivel.
- La temperatura del combustible se determina con el termómetro del densímetro o con uno adicional.

- La lectura en la escala del densímetro proporciona la densidad del combustible a una temperatura determinada, denominada temperatura de análisis. Este valor se utiliza para evaluar la calidad del combustible en todo su volumen.
- Para convertir esta densidad de análisis (Pt4) a la densidad real (P20) con la temperatura estándar de $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, se aplica la fórmula correspondiente.

$$P_{20}^{20} = P_4^t + \delta(t - 20)$$

donde:

- P_4^t = es la densidad del producto a la temperatura de análisis.
- δ = es la rectificación media de densidad, con relación a la temperatura, la cual se toma según la tabla 3.2 correspondiente a la densidad hallada.
- t = es la temperatura de análisis, en $^{\circ}\text{C}$
- La diferencia entre dos análisis paralelos no debe superar el 0,001.
 - Los grados API del combustible se calcula a partir de la densidad mediante la presente ecuación:

$$^{\circ}\text{API} = (141,5/\rho) - 131,5.$$

Tabla A.2

Rectificación media de densidad Por temperatura

Densidad de análisis	Rectificación media de densidad (δ) por cada 1°C
0.6900 - 0.6999	0.000910
0.7000 - 0.7099	0.000897
0.7100 - 0.7199	0.000884
0.7200 - 0.7299	0.000870
0.7300 - 0.7399	0.000857
0.7400 - 0.7499	0.000844
0.7500 - 0.7599	0.000831
0.7600 - 0.7699	0.000818
0.7700 - 0.7799	0.000805
0.7800 - 0.7899	0.000792
0.7900 - 0.7999	0.000778
0.8000 - 0.8099	0.000765
0.8100 - 0.8199	0.000752
0.8200 - 0.8299	0.000738
0.8300 - 0.8399	0.000725
0.8400 - 0.8499	0.000712

0.8500 - 0.8599	0.000699
0.8600 - 0.8699	0.000686
0.8700 - 0.8799	0.000673
0.8800 - 0.8899	0.000660
0.8900 - 0.8999	0.000647
0.9000 - 0.9099	0.000633
0.9100 - 0.9199	0.000620
0.9200 - 0.9299	0.000607
0.9300 - 0.9399	0.000594
0.9400 - 0.9499	0.000581
0.9500 - 0.9599	0.000567
0.9600 - 0.9699	0.000554
0.9700 - 0.9799	0.000541
0.9800 - 0.9899	0.000528
0.9900 - 1.0000	0.000515

Corrosión en lámina de cobre

Instrumentos, reactivos y materiales:

Placas de cobre electrolítico de 40 x 150 mm de largo y 15-20 mm de espesor, pinzas para tubos de ensayo, cápsula de evaporación grande, cocinilla eléctrica con resistencia cubierta, etanol absoluto, papel filtro, acetona, mezcla etanol, benzol.

Procedimiento experimental.

- Las placas de cobre electrolítico se limpian con una lija fina, de tal forma que su superficie quede brillante y lisa, luego se lava con alcohol etílico absoluto y éter y se seca con papel filtro. Teniendo en cuenta que las placas una vez lavadas NO DEBEN TOCARSE CON LA MANO.
- Sin filtrar el combustible a analizarse se vierte en 4 tubos de ensayo de 150 x 15 mm, hasta alcanzar la mitad de su altura y con una pinza se colocan las placas de cobre en ellos.
- Los tubos se cierran con tapones de corcho y se colocan en el baño químico calentándolo hasta los 50°C. El nivel del agua en el baño debe ser más alto que el de la gasolina contenida en los tubos de ensayo.
- Los tubos se mantienen en el baño a esa temperatura durante 3 horas, al cabo de las cuales se secan las placas y se lavan en una cápsula de evaporación conteniendo acetona caliente o una mezcla de alcohol y benzol (estas sustancias se calientan en la cocinilla con espiral cubierta).

- Para cada muestra de combustible se hacen 2 pruebas paralelas. Si por lo menos en una de ellas, las placas de cobre se cubren de color negro o de un matiz marrón oscuro o gris acero o en su defecto con manchas de estos colores, entonces se considera que el combustible no soporta la prueba (contiene sustancias corrosivas).

Determinación de azufre total.

Reactivos:

Peróxido de hidrógeno.

Ácido sulfúrico, solución 0,02N.

Hidróxido de sodio, soluciones al 40% y 0,02N

Mezcla indicadora: Rojo de metilo al 2% en solución alcohólica y azul de metileno al 0,1% en solución alcohólica (1:1).

Permanganato de potasio, solución 0,1M.

Preparación del aparato:

El aparato que se requiere para calcinar la muestra de biodiesel se muestra en la figura. Los frascos lavadores 1 – 3 sirven para purificar el aire. Al sistema de vacío, antes del absorbedor (8), se debe conectar un reómetro, para medir la velocidad de paso del aire. Al absorbedor (8) antes de la calcinación, se vierte 150 mL de agua destilada, 5 mL de peróxido de hidrógeno y 7 mL de solución de ácido sulfúrico 0,02N. Se arma el equipo tal como se muestra en la figura, se cierra con un tapón, el extremo libre del tubo de cuarzo y se prueba la hermeticidad de todo el sistema. Para esto se cierra la llave del tubo de entrada de aire que está localizado en el frasco lavador (1) y se conecta la bomba de vacío al tubo (9). Al accionar la bomba de vacío, si el sistema es hermético, entonces ni en el absorbedor ni en los frascos lavadores se formarán burbujas. Después de comprobar la hermeticidad, se conecta el horno y se coloca el termopar de tal forma que sus soldaduras de punto frío estén el centro del horno.

Procedimiento operativo.

Se toma la muestra de combustible en una cantidad de 0,05 a 0,2 g, en una nave de calcinación estandarizada (5), con una precisión de 0,0002 g, cuidando de que el combustible se disperse uniformemente en el fondo de la nave. Una vez cargada esta, se coloca en el tubo de cuarzo cerca de la entrada del horno eléctrico (6), e inmediatamente se tapa la entrada del tubo y se enciende la bomba de vacío, controlando que la velocidad de entrada del aire al sistema sea de 500 mL/ minuto. Cuando el horno ha calentado hasta los 900°C, se inicia la calcinación, moviendo lentamente el horno eléctrico hacia la posición de la nave de calcinación. Para lograr una total calcinación de la muestra se mantiene la nave a esa temperatura durante 30 ó 40 minutos; después de lo cual, se apaga el horno, se desconecta el vacío y se retira el absorbedor, se lava el adaptador de cuarzo (7) con 25 mL de agua destilada agregándola al absorbedor. Después de esto se titula el contenido del absorbedor con una solución 0,02N de hidróxido de sodio, en presencia de 5 gotas de la mezcla indicadora, hasta obtener un color verde sucio. De la misma manera se realiza un ensayo en blanco, sin la muestra de gasolina.

El contenido de azufre (x) en porcentaje en peso, se calcula con la fórmula:

$$x = \frac{(V - V_1) \times 0,00032}{G} \times 100$$

Donde:

V – Gasto de la solución 0,02N de hidróxido de sodio en la titulación, en mL

V1 - Gasto de la solución 0,02N de hidróxido de sodio en la titulación del blanco, mL.

0,00032 – Cantidad de azufre correspondiente a 1 mL de solución de NaOH 0,02N, en g.

G - Peso de la muestra de combustible, en g.

Determinación de la curva de destilación ASTM.

Materiales.

Balón. Protector. Calentador. Soporte del balón. Cilindro Graduado.

Termómetro. Condensador y baño de enfriamiento.

Muestra.

En caso el producto tenga una presión de vapor de 9,5 PSI (65,5 Kpa) o mayor, enfriar la botella de la muestra hasta la temperatura de 9,5°F, midiendo la carga a destilarse. Recibir la muestra en la botella previamente enfriada, preferiblemente sumergiendo la botella en el líquido cuando sea posible y eliminando la primera muestra. Cuando la inmersión no es posible, la muestra será sacada de tal manera que la agitación sea mínima. Cerrar la botella inmediatamente con un corcho y colocarla en un baño frío o refrigerador capaz de mantener la muestra a una temperatura que no exceda 60 °F.

Muestras que visiblemente contienen agua no deben ser ensayadas. Si la muestra no es seca y el punto inicial es menor de 150 °F obtener otra muestra que no contenga humedad. Si el punto inicial es mayor de 150°F agitar la muestra con sulfato de sodio u otro agente de secado separándolo por decantación.

Preparación de equipos:

Seleccionar el balón, soporte del balón y termómetro de acuerdo con las especificaciones. Conseguir la temperatura del balón, termómetro y probeta hasta los valores requeridos para iniciar las pruebas.

Llenar el baño de refrigeración, hasta cubrir el tubo condensador con cualquier refrigerante no inflamable capaz de alcanzar la temperatura requerida (5°C). Se puede usar hielo, agua, sal muera o solución de etilenglicol. Si se usa hielo picado agregar suficiente agua para cubrir el tubo condensador si es necesario usar un medio de circulación, agitación o soplado con aire de tal manera que se mantenga un baño de temperatura uniforme.

De igual manera tomar las precauciones del caso para mantener la temperatura del baño de la probeta de recolección a la temperatura de 5°C.

Extraer cualquier líquido remanente del condensador limpiando con una pieza de tela blanda sujeta a un cordón o alambre de cobre.

Llevar la temperatura de la muestra a 20°C. Medir 100 mL de la muestra en la probeta y transferir lo máximo posible al balón de destilación. Tomar las precauciones del caso para evitar pérdida de líquido por el tubo de desprendimiento de vapor.

Fijar el termómetro mediante un corcho perforado, al cuello del balón de tal manera que el bulbo el centro del cuello y la parte más baja del capilar esté nivelado con el punto más alto del fondo de la pared interior del tubo de desprendimiento de vapor.

Colocar el Balón, conteniendo la muestra, en su soporte y por medio de un corcho el cual se ha hecho pasar por el tubo de desprendimiento de vapor, conectarlo al tubo condensador. Ajustar el balón colocándolo en posición vertical y que el tubo de desprendimiento de vapor ingrese a una distancia de 1 ó 2 pulgadas.

Colocar la probeta que fue usada para medir la muestra, sin secarla, en un baño debajo del extremo del tubo condensador de tal manera que el tubo condensador esté en el centro de la probeta introduciéndose una distancia de al menos 1 pulgada, pero no debajo de la marca de 100 mL. Cubrir la probeta, tapándola, con una pieza de papel secante, el cual ha sido cortado para introducir el tubo condensador. Mantener el nivel del baño de la probeta tratando de cubrir por lo menos la marca de 100 mL.

Procedimiento:

Aplicar calor al matraz de destilación, el calor tiene que ser regulado par no exceder de 10 minutos entre el inicio de calentamiento y la temperatura de inicio de ebullición.

Después de observar el punto inicial, mover la probeta para que el condensador toque la pared interna de la probeta. Regular el calor tratando que el tiempo de condensación sea uniforme, que el tiempo entre el inicio de ebullición y la recuperación del 5% de destilado sea de 60 y 75 segundos. Repetir la destilación si no se consiguen las condiciones anteriores.

Durante la destilación observe y registre los datos que sean necesarios para el cálculo y reporte de resultados de acuerdo con lo indicado en la sección 10. Registrar todos los valores con una aproximación de 0,5 mL y las temperaturas con 1°F (0,5 °C) de aproximación.

En los casos en los cuales no se ha especificado la información requerida registrar el punto de ebullición inicial, el punto final o punto seco o ambos, temperaturas a 5% y 95% de recobrado cada múltiplo de 10% recobrado desde 10 a 90 inclusive.

Si se observa el punto de descomposición detener el calentamiento y repetir el ensayo.

Cuando el líquido residual en el balón es aproximadamente 5 mL hacer un ajuste final de calor, si es necesario, para que se recupere 1mL por cada 4 ó 5 minutos, desde los últimos 5 mL hasta la TFE. Si no se cumple esta condición repetir la prueba ajustando el calor.

Observar y registrar el punto final o punto seco, o ambos y detener el calentamiento. En el punto final, observe el fondo del balón si todo el líquido se ha evaporado.

Mientras el condensador continúa drenando, observe el volumen de condensado cada 2 minutos hasta que dos observaciones sucesivas den el mismo valor. Medir ese volumen y registrarlo con una aproximación de 0,5 mL como porcentaje recuperado. Si la destilación fue detenida antes de que surjan humos blancos deducir el porcentaje recuperado de 100 y esta diferencia reportarla como “porcentaje de residuo y pérdida”.

Después que el balón se ha enfriado, colocar su contenido junto al condensado de la probeta, dejando drenar hasta que no se observe un incremento apreciable en el volumen de la probeta. Registrar este volumen con la aproximación de 0,5 mL como porcentaje total recuperado.

Deducir el porcentaje total recuperado de 100 para obtener el porcentaje de pérdidas.

Cálculos y reporte:

Por cada prueba, calcular y reparar todos los datos requeridos por la especificación o de acuerdo a lo establecido para cada muestra.

Reportar todos los porcentajes con la aproximación de 0,5 mL, las temperaturas con 1°F (0,5 °C) de aproximación y la presión barométrica con 1 mm Hg de exactitud.

Es conveniente basar el reportaje en la relación: lectura de termómetro Vs Porcentaje evaporado en el caso de que el producto sea gasolina.

Para reportar el porcentaje evaporado a una determinada temperatura, agregar el porcentaje de pérdida a cada uno de los porcentajes recobrados a la temperatura determinada y reportar estos resultados como el respectivo porcentaje evaporado.

Para reportar la temperatura a determinado porcentaje evaporado usar cualquiera de los procedimientos e indicar en el reporte que tipo de método se usa.

Procedimiento Gráfico: En un papel milimétrico plotear cada lectura de termómetro corregida por la presión barométrica (si es necesario) contra su correspondiente porcentaje recobrado. Plotear el punto inicial a 0% recobrado. Dibujar la curva siguiendo los puntos. Para obtener determinado porcentaje de evaporación, deducir la pérdida por destilación a fin de obtener el correspondiente porcentaje de recobrado tomando la lectura del termómetro de este porcentaje recobrado. Los valores obtenidos por interpolación gráfica son afectados por el cuidado que se toma para plotear el gráfico.

Determinación del punto de inflamación en vaso cerrado (Pensky-Martens)

1. OBJETO

1.1. Esta norma describe el procedimiento para determinar el punto de inflamación de productos derivados del petróleo dentro del rango de 40 °C a 360 °C en vaso cerrado, empleando el equipo Pensky-Martens, ya sea manual o automático (ver Nota 1).

2. ALCANCE

2.1. El **Procedimiento A** se aplica a combustibles destilados como diésel, queroseno, aceites de calefacción, lubricantes para turbinas, líquidos con sólidos en suspensión y otros productos homogéneos derivados del petróleo.

2.2. El **Procedimiento B** se utiliza para aceites combustibles residuales o térmicos (ver Nota 2).

2.3. Este método también permite identificar la contaminación de sustancias poco volátiles o no inflamables con materiales volátiles o inflamables.

3. DEFINICIONES

3.1. Punto de inflamación (en productos del petróleo): Temperatura mínima, corregida a la presión barométrica de 101,3 kPa (1 atm), a la cual la aplicación de una fuente de ignición provoca que los vapores desprendidos de la muestra se inflamen bajo condiciones específicas de ensayo (ver Notas 3 y 4).

3.2. Dinámica: Situación en la que los vapores de la muestra aún no alcanzan el equilibrio térmico en el momento de aplicar la fuente de ignición (ver Nota 5).

3.3. Equilibrio (en productos del petróleo): Condición en la que los vapores y la muestra están a la misma temperatura justo al aplicar la fuente de ignición (ver Nota 6).

Notas aclaratorias:

- **Nota 1:** Aunque el método está definido hasta 250 °C, también puede aplicarse a temperaturas superiores y a combustibles residuales por encima de 100 °C.
- **Nota 2:** Los líquidos con viscosidad cinemática menor a 5,5 mm²/s a 40 °C que no presenten sólidos en suspensión ni tendencia a formar película deben analizarse conforme a la norma ASTM D-56.
- **Nota 3:** El punto de inflamación se alcanza cuando aparece una llama que cubre instantáneamente toda la superficie de la muestra.
- **Nota 4:** Si la fuente de ignición es una llama, pueden observarse fenómenos como un halo azul o una llama alargada antes del verdadero punto de inflamación; estos deben descartarse.
- **Nota 5:** La condición dinámica se debe principalmente al calentamiento constante de la muestra, que genera un retraso en la temperatura de los vapores.
- **Nota 6:** La condición de equilibrio absoluto no puede alcanzarse en la práctica, ya que la temperatura no es completamente uniforme durante el ensayo.

4. MÉTODO DE ENSAYO

4.1 Resumen. La muestra se coloca en una copa de bronce hasta la marca interna, se calienta y se cubre con la tapa correspondiente. La agitación se realiza a velocidad constante (según Procedimiento A o B). A intervalos regulares se acerca la fuente de ignición al interior de la copa, interrumpiendo la agitación, hasta detectar el punto de inflamación (ver Nota 3). El valor se reporta conforme a la definición 3.1.

4.2 Equipo.

- **4.2.1. Equipo Pensky-Martens de vaso cerrado (manual):** Incluye copa y tapa de ensayo, obturador, agitador, sistema de calentamiento, fuente de encendido, baño de aire y plato superior. Su ensamblaje se muestra en las Figuras A.1 a A.4; especificaciones en Anexo A.1.
- **4.2.2. Equipo Pensky-Martens de vaso cerrado (automático):** Consta de copa, tapa, obturador, agitador, sistema de calentamiento y encendido. Especificaciones en Anexo A.1.

- **4.2.3. Dispositivo de medición de temperatura:** Se aceptan termómetros (según tabla y Especificación E1 o Anexo A.3), equipos electrónicos de medición, termómetros de resistencia o termoelementos, siempre que coincidan con los resultados de termómetros de mercurio.
- **4.2.4. Fuente de ignición:** Puede ser llama de gas natural, gas envasado o encendedores eléctricos de alambre. Estos deben colocarse en la abertura de la tapa de ensayo de forma similar a la fuente de gas (ver Nota 7).

4.3 Reactivos y materiales.

- **4.3.1. Solventes de limpieza:** Se permiten solventes como tolueno o acetona para limpiar y secar la copa y la tapa (ver Nota 8).

4.4 Muestreo.

- **4.4.1.** La toma de muestra debe cumplir con ASTM D 4057 o D 4177.
- **4.4.2.** Cada ensayo requiere al menos 75 cm³ de muestra. En aceites residuales, el recipiente debe llenarse entre 85 % y 90 % de su capacidad; para otras muestras, al menos 50 %. Volúmenes inferiores afectan los resultados.
- **4.4.3.** Se pueden realizar ensayos repetidos desde un mismo contenedor siempre que mantenga al menos el 50 % de su volumen.
- **4.4.4.** Para evitar pérdida de componentes volátiles o introducción de humedad, no abrir los recipientes innecesariamente ni almacenarlos por encima de 35 °C. Las muestras deben mantenerse al menos 18 °C por debajo del punto de inflamación esperado antes de ser transferidas.
- **4.4.5.** No se recomienda el uso de recipientes de plástico, ya que los compuestos volátiles pueden difundirse. Recipientes porosos o dañados no son aptos.
- **4.4.6.** En materiales muy viscosos, se permite calentamiento ligero para facilitar el flujo, sin superar 28 °C por debajo del punto de inflamación durante 30 minutos. La muestra debe agitarse suavemente para homogenizarse.
- **4.4.7.** Las muestras con agua libre o disuelta pueden deshidratarse con cloruro de calcio o filtrarse. El calentamiento debe ser breve y sin superar 18 °C por debajo del punto de inflamación esperado (ver Nota 11).

4.5 Preparación del equipo.

4.5.1. Colocar el equipo Pensky-Martens (manual o automático) sobre una superficie nivelada.

Notas adicionales:

- **Nota 7:** La presión del gas no debe superar 3 kPa.
- **Nota 8:** Tolueno, acetona y otros solventes son inflamables y tóxicos; deben manipularse según la normativa vigente.

- **Nota 9:** Si el recipiente no está bien cerrado, pueden liberarse vapores volátiles durante el calentamiento.
- **Nota 10:** Algunas muestras viscosas no se licúan incluso tras calentamiento prolongado; es necesario evitar pérdidas innecesarias de volátiles.
- **Nota 11:** Si se sospecha contaminación con compuestos volátiles, pueden omitirse las precauciones de 4.4.5 y 4.4.6.

4.5.2 Los ensayos deben realizarse en espacios sin corrientes de aire. Las pruebas efectuadas en laboratorios abiertos o en lugares con circulación de aire no ofrecen resultados confiables (ver Notas 12 y 13).

4.5.3 Para la calibración, verificación y operación del equipo, tanto manual como automático, estos deben instalarse siguiendo estrictamente las instrucciones del fabricante (ver Nota 14).

4.5.4 Antes de iniciar el ensayo, todas las partes de la copa de prueba y sus accesorios deben limpiarse y secarse completamente, asegurando la eliminación total de los solventes empleados en el proceso de limpieza (ver Nota 15).

4.6. Calibración del equipo

4.6.1 Cuando se utilice un sistema automático para la determinación del punto de inflamación, este debe ajustarse conforme a las instrucciones del fabricante.

4.6.2 El equipo de medición de temperatura debe verificarse de acuerdo con lo señalado por el fabricante (ver numeral 4.2.3).

4.6.3 Tanto los equipos manuales como automáticos deben someterse, al menos una vez al año, a una verificación mediante la determinación del punto de inflamación de un material de referencia certificado (CRM), indicado en el Anexo A.4. Dicho material debe presentar un valor de punto de inflamación cercano al rango esperado para la muestra analizada. El ensayo se realiza con el Procedimiento A de esta norma, y el resultado, corregido a la presión barométrica, debe encontrarse dentro de los límites establecidos en la tabla A.4 para ese CRM.

4.6.4 Una vez verificado el funcionamiento de los equipos, se pueden emplear normas secundarias de trabajo (SWS) para la determinación del punto de inflamación, siempre que se encuentren dentro de sus límites de control. Estos materiales secundarios pueden usarse para verificaciones más frecuentes (ver Anexo A.4).

4.6.5 Si el punto de inflamación obtenido no se encuentra dentro de los límites especificados en 4.6.3 o 4.6.4, se debe revisar la condición y operación del equipo, asegurando su conformidad con lo descrito en el Anexo A.1, prestando especial atención al ajuste de la tapa (A.1.1.2 a), al funcionamiento del obturador, a la ubicación del dispositivo de encendido (A.1.1.4) y al ángulo y posición del sistema de exposición a la llama (0,69 mm a 0,79 mm de diámetro).

Después de cualquier ajuste, debe repetirse el ensayo de 4.6.3 con una nueva muestra, siguiendo cuidadosamente los detalles del procedimiento descrito en esta norma.

4.7 Procedimiento A

Determinación del punto de inflamación en combustibles destilados, aceites lubricantes y otros líquidos homogéneos.

Notas aclaratorias:

- **Nota 12:** Se recomienda instalar una protección de aproximadamente 400 mm² y 610 mm de altura (u otras dimensiones) con frente abierto, para evitar el movimiento de vapores desde la copa de análisis.
- **Nota 13:** En muestras con vapores o productos de pirólisis inaceptables, puede usarse un sistema con capucha extractora. El flujo debe ajustarse de manera que los vapores se eliminen sin generar corrientes de aire sobre la copa durante la aplicación del calor.
- **Nota 14:** Precaución: la presión del gas no debe superar los 3 kPa (0,4 psi).
- **Nota 15:** Los solventes empleados para limpiar la copa (tolueno, acetona, entre otros) son inflamables y perjudiciales para la salud. Se debe garantizar su completa eliminación, así como la evacuación adecuada de los residuos generados.

4.7.1.1 Llenar la copa con la muestra hasta la marca de referencia. La copa y la muestra deben estar al menos **18 °C por debajo** del punto de inflamación esperado. Si se excede el volumen, retirar el exceso con una jeringa u otro dispositivo de aspiración. Colocar la tapa sobre la copa y ensamblar en el equipo, asegurando que el mecanismo de cierre quede correctamente fijado. Insertar el termómetro en su soporte.

4.7.1.2 Encender la llama de prueba y ajustarla entre **3,2 y 4,8 mm de diámetro**, o, en caso de usar encendedor eléctrico, regular su intensidad según las indicaciones del fabricante (ver Notas 16–19).

4.7.1.3 Calentar la muestra de modo que la temperatura aumente a razón de **5 °C a 6 °C por minuto (9–11 °F/min)**.

4.7.1.4 Activar el agitador manteniendo una velocidad constante entre **90 y 120 rpm**, siempre en la misma dirección (ver Nota 20).

4.7.1.5 Aplicación de la fuente de encendido

a. Para muestras con punto de inflamación ≤ 110 °C (230 °F), aplicar la fuente cuando la temperatura esté a **23 °C $\pm$ 5 °C (41 °F $\pm$ 9 °F) por debajo** del valor esperado y en cada múltiplo de 1 °C (2 °F). Interrumpir la agitación, abrir el obturador y acercar la fuente al espacio de vapor durante 0,5 s, mantenerla 1 s y retirarla rápidamente.

b. Para muestras con punto de inflamación > 110 °C (230 °F), aplicar la fuente cada **incremento de 2 °C**, iniciando a **23 °C $\pm$ 5 °C (41 °F $\pm$ 9 °F) por debajo** del valor esperado.

- c. En análisis orientados a detectar contaminantes volátiles, no es necesario respetar los límites de temperatura inicial.
- d. Cuando el punto de inflamación es desconocido, mantener la muestra y el equipo a **15 °C ± 5 °C (60 °F ± 10 °F)**. Si el material es muy viscoso, calentarlo según 4.4.6. Iniciar la aplicación de la fuente al menos **5 °C (10 °F) por encima** de la temperatura inicial (ver Nota 21).
- e. Registrar como **punto de inflamación** la temperatura indicada cuando la fuente provoca la ignición en el interior de la copa (ver Notas 22 y 23).
- f. Si la fuente es una llama, ignorar halos azules o llamas alargadas, ya que no corresponden al verdadero punto de inflamación.
- g. Si la ignición ocurre en la **primera aplicación**, interrumpir el ensayo, descartar el resultado y repetirlo con una nueva muestra. La primera aplicación con la nueva muestra debe hacerse a **23 °C ± 5 °C (41 °F ± 9 °F) por debajo** de la temperatura donde ocurrió la ignición inicial.
- h. Si la ignición se produce a una temperatura **28 °C (50 °F) mayor o 18 °C (32 °F) menor** que en la primera aplicación, el resultado se considera aproximado. Repetir el ensayo con nueva muestra, ajustando el punto esperado a ese valor aproximado.
- i. Una vez que el equipo se enfríe a **menos de 55 °C (130 °F)**, retirar la tapa y la copa, y limpiarlos conforme a las recomendaciones del fabricante (ver Nota 23).

4.7.2 Equipo automático

4.7.2.1 El sistema automático debe reproducir el procedimiento descrito en 4.7.1, controlando la velocidad de calentamiento, agitación, aplicación de la fuente, detección y registro del punto de inflamación.

4.7.2.2 Poner en marcha el equipo siguiendo las instrucciones del fabricante. El procedimiento continuará con lo establecido en 4.7.1.3 a 4.7.1.5 e).

4.8 Procedimiento B: Líquidos con película superficial, sólidos en suspensión o no homogéneos

4.8.1 Equipo manual

- **4.8.1.1** Llenar la copa hasta la marca. La copa y la muestra deben estar al menos **18 °C (32 °F) por debajo** del punto de inflamación esperado. Retirar el exceso de muestra si es necesario, colocar la tapa y ensamblar el conjunto. Introducir el termómetro en su soporte.
- **4.8.1.2** Encender la llama de ensayo y ajustarla entre **3,2–4,8 mm**, o regular el encendedor eléctrico según el fabricante (ver Notas 24–28).
- **4.8.1.3** Ajustar el agitador a **250 rpm ± 10 rpm**, en dirección descendente.
- **4.8.1.4** Calentar la muestra a razón de **1–1,6 °C/min (2–3 °F/min)**.
- **4.8.1.5** Proceder según el numeral 4.7, con excepción de las velocidades de agitación y calentamiento.

4.8.2 Equipo automático

- a. El sistema debe reproducir el procedimiento de 4.7.2, incluyendo control de calentamiento, agitación, aplicación de la fuente, detección y registro del punto de inflamación.
- b. Operar el equipo según el fabricante y continuar con lo descrito en 4.8.1.3 a 4.8.1.5.

4.9 Cálculo

4.9.1 Registrar la presión barométrica al momento del ensayo. Si difiere de **101,3 kPa**, corregir el punto de inflamación de acuerdo con la fórmula indicada.

Punto de inflamación corregido = $C + 0,25 (101,3 - k)$

Punto de inflamación corregido = $F + 0,06 (760 - P)$

Punto de inflamación corregido = $C + 0,033 (760 - P)$

En donde:

C = punto de inflamación observado, °C

F = punto de inflamación observado, °F

P = presión barométrica de ensayo, mm Hg, y

K = presión barométrica ambiental, en kPa

Ver nota 29.

NOTA 24. Durante la limpieza o el montaje del equipo, es fundamental actuar con precaución para garantizar una determinación más precisa del punto de inflamación o de la temperatura. Para tareas de mantenimiento y prevención, deben seguirse las indicaciones del fabricante.

NOTA 25. Advertencia: No se debe permitir que la presión del gas sobrepase los 3 kPa (0,4 psi).

NOTA 26. Precaución: Se debe tener especial cuidado al usar una llama de gas en el análisis. Si esta se apaga, los vapores en la copa de ensayo no se encenderán, y la entrada del gas de la llama de ensayo al espacio de vapor puede afectar los resultados.

NOTA 27. Advertencia: Durante la primera aplicación de la fuente de encendido, el operador debe tomar medidas de seguridad adecuadas, ya que las muestras con compuestos de bajo punto de inflamación pueden mostrar un comportamiento distinto al esperado.

NOTA 28. Es imprescindible que el operador mantenga medidas de seguridad durante toda la prueba, puesto que temperaturas superiores a 370 °C (698 °F) representan un riesgo elevado.

NOTA 29. La presión barométrica empleada en este cálculo corresponde a la presión ambiental del laboratorio en el momento del ensayo. Cabe señalar que muchos barómetros aneroides, como los utilizados en estaciones meteorológicas o aeropuertos, se encuentran ajustados para registrar valores corregidos al nivel del mar, lo que puede generar lecturas inadecuadas para este tipo de análisis.

4.9.2 Una vez realizada la corrección por presión barométrica, la temperatura debe redondearse al valor más próximo a 0,5 °C y registrarse.

4.10 Informe

4.10.1 Se debe reportar el punto de inflamación corregido conforme al método ASTM D 93, utilizando

los procedimientos de determinación de Puntos de Inflamación en copa cerrada Pensky-Martens para la muestra en estudio.

Método para la determinación de sedimentos

1. Generalidades

Este procedimiento establece la técnica para medir el contenido de agua y sedimento en petróleo crudo, diésel y combustibles. En síntesis, consiste en mezclar en partes iguales la muestra y un disolvente dentro de un tubo de centrífuga de 100 mL, agitar hasta lograr homogeneidad, calentar a una temperatura determinada por 10 minutos y centrifugar a una velocidad de 4 000 a 5 000 rpm. Finalmente, se registra el volumen de agua y sedimento insoluble separado en el fondo del tubo.

2. Instrumentos de laboratorio, reactivos y materiales

- **Centrífuga**, que cumpla con las siguientes condiciones:
 - a) Capaz de hacer girar uno o varios pares de tubos llenos a 4 000 – 5 000 rpm.
 - b) La cabeza giratoria, anillos y soportes, incluido el amortiguador, deben tener la resistencia suficiente para soportar la máxima fuerza centrífuga aplicable.
 - c) Debe poseer una carcasa metálica robusta que evite riesgos en caso de rotura.
- **Tubos de centrífuga**, de 100 mL, con forma cónica, cuyas dimensiones se muestran en la figura 1 y que cumplan con lo siguiente:
 - a) Fabricados en vidrio templado de alta resistencia.
 - b) Base de forma cónica.
 - c) Graduaciones numeradas claras y legibles.
 - d) Boca estrecha para permitir el cierre con tapón de corcho.
 - e) Tolerancias de error en la escala de acuerdo con lo indicado en la Tabla 1.
 - f) La calibración debe realizarse con agua destilada libre de aire, previamente hervida y enfriada a 20 °C, tomando las lecturas en la parte inferior del menisco.

TABLA 2.3. Tolerancias de error en los tubos de centrífuga.

Rango (cm ³)			Subdivisiones (cm ³)	Tolerancias (cm ³)
0		0,1	0,05	0,02
0,1	a	0,3	0,05	0,03
0,3	a	0,5	0,05	0,05
0,5	a	1,0	0,10	0,05
1,0	a	2,0	0,10	0,10
2,0	a	3,0	0,20	0,10
3,0	a	5,0	0,50	0,20
5,0	a	10,0	1,00	0,50
10,0	a	25,0	5,00	1,00
25,0	a	100,0	25,00	1,00

Baño. Debe cumplir con las siguientes especificaciones (ver nota 1):

- Puede consistir en un bloque metálico sólido o en un baño líquido.
- Su profundidad debe ser suficiente para permitir la inmersión de los tubos de centrífuga en posición vertical hasta la marca de 100 mL.
- Debe contar con un sistema adecuado para mantener la temperatura estable en 49 ± 1 °C o en 60 ± 1 °C, según sea requerido.

NOTA 1. Si la centrífuga dispone de un sistema de calentamiento integrado, no será necesario emplear un baño adicional.

Reactivos

- Tolueno.** Debe estar saturado con agua a temperatura ambiente, pero sin presentar agua en suspensión. Para lograrlo, se adicionan 2 mL de agua por cada 1 000 mL de disolvente, se agita y homogeniza la mezcla y posteriormente se decanta el exceso de agua después de un periodo de reposo.
- Demulsificante.** En el análisis de petróleo crudo y combustibles pesados, debe añadirse un agente demulsificante que facilite la separación del agua presente en la muestra e impida su adherencia a las paredes del tubo de centrífuga. Son recomendados los de tipo fenólico, con bases nitrogenadas, ácidos nafténicos u otros equivalentes.

Procedimiento experimental

- Agitar intensamente la muestra antes de transferirla a los tubos de centrífuga.
- Medir con precisión 50 mL de muestra y agregar 50 mL de solvente saturado de agua en cada uno de los dos tubos de centrífuga. Las lecturas deben hacerse sobre la base del menisco (ver nota 2).

- Colocar un tapón a presión en cada tubo y agitar enérgicamente hasta obtener una mezcla homogénea.
- En el caso de petróleo crudo y aceites combustibles, añadir tres gotas de demulsificante a cada tubo.
- Introducir los tubos hasta la marca de 100 mL en el baño calefactor y mantenerlos 10 minutos a 49 ± 1 °C (ver notas 1 y 3).
- Invertir los tubos para asegurar la mezcla completa entre muestra y solvente. Si es necesario, agitarlos con precaución, considerando que a 60 °C la presión de vapor se duplica respecto a 38 °C.
- Colocar los tubos en posiciones opuestas dentro de la centrífuga para equilibrar la carga y hacerlos girar durante 5 minutos a 4 000 rpm.
- Leer y registrar el volumen total de agua y sedimento depositado en el fondo del tubo con una precisión de 0,05 mL para volúmenes entre 0,1 y 1,0 mL, y de 0,1 mL para valores superiores a 1 mL. Para valores menores a 0,1 mL, la estimación debe hacerse con aproximación de 0,025 mL.
- Sin agitar, volver a centrifugar los tubos durante 5 minutos adicionales, repitiendo la operación hasta obtener dos lecturas consecutivas idénticas de agua y sedimento (ver nota 4).

NOTA 2. En caso de que el crudo forme depósitos en la punta del tubo difíciles de eliminar incluso con agitación vigorosa, se recomienda agregar primero el solvente y luego la muestra.

NOTA 3. Cuando la muestra contenga parafinas, debe precalentarse a 60 °C antes de cada centrifugación, asegurando que la mezcla no baje de 46 °C.

NOTA 4. Generalmente, dos centrifugaciones son suficientes.

Cálculos

El porcentaje de agua y sedimento se obtiene sumando los volúmenes medidos en ambos tubos de centrífuga.

Cuando el resultado sea menor a 0,05 %, deberá reportarse como 0 o como 0,05 %, según el valor más próximo.

Errores del método

- **Precisión.** Para determinar la validez de los resultados (con un 95 % de confianza) se aplican los siguientes criterios:
 - **Repetibilidad:** Los resultados obtenidos por un mismo operador en duplicado son aceptables si la diferencia entre ellos no excede los valores especificados.
 - **Reproducibilidad:** Los resultados reportados por dos laboratorios distintos son válidos si la discrepancia no supera los límites establecidos.

Informe de resultados

El reporte debe incluir:

- a) El solvente empleado, en caso de que no se haya utilizado tolueno.
- b) El tipo y cantidad de demulsificante agregado.
- c) La temperatura del baño durante el ensayo.

Asimismo, debe especificarse el método utilizado, los resultados obtenidos y cualquier condición opcional o no prevista en la norma que pudiera haber influido en la prueba. El informe debe contener la información necesaria para la identificación completa de la muestra.