

CAPÍTULO II

METODOLOGÍA

Enfoque

Cuantitativo ya que recopila y analiza datos para probar hipótesis que han sido formuladas previamente, enfatiza el análisis de partes a través de la observación y de la medición numérica y el análisis de datos.

Cualitativo ya que obtiene información que permitirá conocer el problema antes de adelantarse a formular hipótesis, se basa en métodos de recolección de datos sin medición numérica, tales como descripciones y observaciones.

Tipo de investigación

Investigación Documental

El estudio de problemas con el propósito de ampliar y profundizar el conocimiento de su naturaleza, con apoyo principalmente de trabajos previos, información y datos divulgados por medios impresos, audiovisuales o electrónicos. [18,19]

Se puede considerar, que esta investigación es documental, porque se recolecto información de distintos medios para ahondar en el tema de la producción de biodiesel a partir de aceites usados.

Investigación Descriptiva

Tiene como preocupación primordial describir algunas características fundamentales de conjuntos homogéneos de fenómenos, utilizando criterios

sistemáticos que permitan poner en manifiesto su estructura o comportamiento [20]. Los estudios descriptivos miden, evalúan o recolectan datos sobre diversos conceptos (variables), aspectos, dimensiones o componentes de un fenómeno a investigar. [19]

Es descriptiva porque se busca información para el estudio de las diferentes variables relacionadas con la obtención del biodiesel a partir de aceite comestible usado, principalmente sus características físicas, analizando estos, para que cumplan con los estándares internacionales exigidos.

Investigación Explicativa

Se encarga de buscar el porqué de los hechos mediante el establecimiento de relaciones causa-efecto. En este sentido, los estudios explicativos pueden ocuparse tanto de la determinación de las causas, como de los efectos (investigación experimental), mediante la prueba de hipótesis. Sus resultados y conclusiones constituyen el nivel más profundo de conocimientos. [18]

Es explicativa, porque a partir de los resultados de la reacción de transesterificación para la producción de biodiesel a partir de aceites usados, se aspira explicar porque es una buena alternativa.

Diseño de la investigación

Investigación Experimental

Es la investigación en la que se obtiene la información por medio de la observación de los hechos, y que se encuentra dirigida a modificar la realidad con el propósito de estudiarla en circunstancias en las que normalmente no se encuentran, con el fin de describir y analizar lo que ocurriría en determinadas condiciones. [19]

Una investigación experimental es un proceso que consiste en someter a un objeto o grupo de individuos a determinadas condiciones, estímulo, tratamiento, para observar los efectos o reacciones que se producen. [18]

El diseño de esta investigación será experimental, ya que se realizará la reacción de transesterificación entre el aceite vegetal usado y el metanol, en presencia de un

catalizador para favorecer la reacción, los cuales representan las variables independientes, también tenemos la temperatura y el tiempo de reacción, que son variables controladas.

Población y muestra

El aceite utilizado para la transesterificación, es un aceite residual, en su mayoría marca diana, compuesto según la empresa productora Industrias Diana de una mezcla de olefinas refinadas de ajonjolí, maní, maíz, girasol, soya, algodón y palma, proveniente de un proceso de frituras de las cocinas de un restaurant ubicado en el centro de la ciudad de Mérida, el cual fue almacenado en un recipiente plástico, cerrado herméticamente y protegido contra la luz solar.

Técnica de recolección de datos

La observación directa es una técnica que consiste en visualizar o captar mediante la vista, en forma sistemática, cualquier hecho, fenómeno o situación que se produzca en la naturaleza o en la sociedad en función de unos objetivos de investigación preestablecidos, en la cual, el investigador pasa a formar parte de la comunidad o medio donde se desarrolla el estudio.

Durante el desarrollo de esta investigación se utilizara como técnica de recolección de datos la observación directa, ya que se apreciara el comportamiento de las diferentes variables durante el proceso de transesterificación, utilizando diferentes instrumentos de laboratorio para determinar así el efecto de las mismas durante el experimento.

Instrumentos de recolección de datos

En esta investigación se utilizara como instrumento de recolección de datos, tablas para anotar los resultados arrojados durante el experimento, así como también se emplearan tablas en donde basados en los datos experimentales y en los análisis físicoquímicos obtenidos se realizaran comparaciones con los estándares especificados para el biodiesel como para el aceite.

Procedimiento experimental

Materiales y métodos

- *Aceite vegetal usado:*

Tabla N°3. Características del aceite vegetal usado

Tipo de aceite	Soya
Marca del aceite	Diana
Alimento de cocción	Pollo empanizado
Freidora	A gas
Volumen mínimo requerido de aceite en la freidora	36
Tiempo total de uso del aceite	15 días
Tiempo de uso diario o por jornada de trabajo	10 horas

- *Hidróxido de potasio:* en pastillas, grado de pureza 98,5%, PROLABO, GROUPE RHONE-POULENC.
- *Metanol (CH₃OH):* pureza grado técnico, científica andina C.A. Venezuela.
- *Alcohol isopropílico (2-proponol):* 99% de pureza, Sigma-Aldreich (fluka & Riedel de Haen).

Equipos:

- *Refractómetro:* LEICA ABBE MARK II PLUS.
- *Viscosímetro Ostwald:* viscosímetro cannon fenske. Precisión kinematic viscosity bath model. Gast.
- *Aireador de acuario*

ETAPA I Pre-tratamiento del aceite vegetal usado.

Se debe realizar un proceso de purificación al aceite vegetal usado, con el objetivo de eliminar partículas sólidas presentes en el aceite y agua que es liberada de los alimentos en el momento de cocción, para que así, el aceite usado tenga propiedades similares a los aceites nuevos.

- ***Filtración del aceite***

El aceite se debe calentar hasta 35-40 °C para disminuir su viscosidad y facilitar el filtrado, se utilizó un sistema de filtración al vacío, y diferentes tipos de tamiz y papel filtro.

- ***Calentamiento del aceite***

Después de la filtración, se procede a calentar el aceite hasta una temperatura aproximadamente de 120 °C por un tiempo de 20 minutos.

ETAPA II Análisis de propiedades fisicoquímicas del aceite vegetal usado.

Después del calentamiento se deja enfriar y a continuación, se determina ciertas propiedades del aceite, con la finalidad de compararlos con valores estandarizados para aceites vegetales nuevos.

- ***Índice Acidez***

Se prepara una solución referencia de hidróxido de potasio (KOH) y agua destilada, se vierte en la bureta. Por otra parte, se agregan en un Erlenmeyer alcohol isopropílico, gotas de fenolftaleína y 1 mL de aceite, se ejecuta una valoración hasta que la muestra se torne un color rosa tenue. Se anota la cantidad de mL gastados de solución titulante.

$$IA = \frac{V \cdot N \cdot 56.1}{G} [2]$$

- ***Densidad***

Se utiliza un picnómetro de 10 mL, se pesa en una balanza vacío, a continuación se llena de agua se pesa, y finalmente se hace lo mismo para el aceite, se anota cada una de las pesadas.

Formula: $\rho_{relativa\ aceite} = \frac{m_{aceite}}{m_{agua}}$

- ***Índice de refracción***

Se ajusta la temperatura del refractómetro, a la temperatura adecuada a la muestra de aceite, se coloca una pequeña cantidad de la muestra en el prisma inferior y se cierran y aprietan los prismas, se deja reposar por 2 minutos para que la muestra alcance la temperatura del refractómetro. Se ajusta el instrumento y la luz hasta tener la lectura más nítida posible.

- ***Viscosidad***

Se utiliza el viscosímetro de Ostwald, se llena el viscosímetro con la muestra problema, se introduce en un baño termostático y esperar para que el líquido alcance la temperatura de medida, se succiona líquido por encima de la marca superior del viscosímetro y se mide el tiempo del paso del mismo entre la marca A y B.

$$\mu = K \cdot t$$

Donde μ es la viscosidad, medida en centistokes (cSt), K es la constante del aparato que depende del número de capilar empleado, t es el tiempo en segundos.

- ***Punto de fluidez***

Se realiza un calentamiento preliminar al aceite, después la muestra se enfría, y se examina cada 3 °C, para observar las características de fluidez, la temperatura mínima a cual se le observa movimiento al fluido es el punto de fluidez.

ETAPA III Proceso de transesterificación en la obtención de biodiesel

El biodiesel se obtiene a través de una reacción de transesterificación de los triglicéridos (aceite), consiste en añadir al aceite, el alcohol y el catalizador para que se forme el biodiesel y la glicerina como subproducto.

- ***Reacción de transesterificación***

Primero se mezcla el metanol (CH_3OH) y el hidróxido de potasio (KOH) para generar el metóxido de potasio, se tiene que tomar precauciones al mezclar estos dos reactivos, pues el metóxido es tóxico.

Por otra parte, el aceite se calienta entre $55\text{-}60^\circ\text{C}$ y se le agrega el metóxido preparado anteriormente. El tiempo de reacción es de aproximadamente una hora, se debe mantener la temperatura entre $55\text{-}60^\circ\text{C}$, con una agitación suave y continua para que así se tenga la mayor conversión en la reacción.

- ***Separación del Biodiesel***

Luego de la reacción, la mezcla de los productos obtenidos es vertida en embudos de separación, dejándose decantar por 24 horas. Transcurrido este tiempo se deben observar claramente dos fases, en la parte inferior se encontrará la glicerina de un color más oscuro que el de la parte superior por ser menos denso que la glicerina sería biodiesel impuro.

ETAPA IV Purificación del biodiesel

Se efectúan lavados al metiléster, con el propósito de retirar restos de metanol, residuos jabonosos y catalizador, y a su vez neutralizarlo ya que el KOH deja el producto obtenido muy alcalino, el agua en el lavado retiene el jabón presente en el biodiesel, esta parte del procedimiento es muy importante, ya que si no se realiza el lavado, el jabón producirá obstrucciones en el filtro del motor diesel donde se usará.

- ***Lavado del biodiesel***

Se hacen lavados con cierta cantidad de agua destilada la cual se mezcla suavemente en el embudo de separación con el producto, se deja decantar a reposar por 15 minutos; se producen dos fases, la superior contiene el biodiesel y la inferior posee jabón blanco el cual es extraído. Se repite el procedimiento hasta que el agua de lavado presente un pH neutro lo cual indica la no presencia de hidróxido de potasio.

- ***Deshidratación del biodiesel***

Después del lavado, el biodiesel aparecerá turbio porque tiene moléculas de agua en suspensión. El agua reduce el rendimiento del combustible, es por ello que debe ser extraída.

Consiste en hacer borbotear aire en el biodiesel con una bomba de aireado de pecera, por 24 horas o más, para que las moléculas de agua en suspensión se unan a las burbujas de aire y sean llevadas a la superficie.

- ***Secado del biodiesel***

Una vez terminado la deshidratación, aun en el biodiesel queda contenida agua, por esta razón el producto se debe someter a un calentamiento por un tiempo de 10-15 minutos y mantenerse a una temperatura de 70-80°C, para que se evapore el agua excedente en el biodiesel.

ETAPA V Caracterización del biodiesel obtenido.

- ***Densidad***

Se maneja la misma técnica descrita anteriormente para el aceite.

- ***Índice de refracción***

Se maneja la misma técnica descrita anteriormente para el aceite.

- ***Punto de humo, ignición y combustión***

Se basa en el calentamiento, en contacto con el aire, del biodiesel, bajo condiciones específicas, que permitan observar los puntos finales.

Primero se debe llenar la copa de Cleveland con el producto, se introduce un termómetro en el centro de la copa y se le conecta la fuente de calor de la copa, se calienta hasta 24 °C, se regula el calor y se anota la temperatura a la que se desprende gases en cantidad suficiente (punto de humo).

Para el caso del punto de ignición y combustión, se efectúa el procedimiento anterior, se calienta hasta 55°C, con un mechero de capa fina, se aplica una llama, pasándola en línea recta y se anota la temperatura cuando aparece una llamarada en el biodiesel (punto de ignición), se continua con el calentamiento, pasando la llama hasta que se observe combustión (punto de combustión).

- ***Viscosidad***

Se aplica la misma técnica descrita anteriormente para el aceite.

- ***Punto de fluidez***

Se aplica la misma técnica descrita anteriormente para el aceite.

ETAPA VI Cinética en la reacción de transesterificación

Cuando se realiza la reacción de transesterificación, se deben tomar pequeñas muestras a diferentes tiempos.

Para estudiar la cinética química de la reacción de transesterificación, se requiere conocer la variación de cada uno de los elementos que hacen parte de esta en el tiempo. Para esto, el procedimiento que a seguir fue el de tomar muestras a diferentes intervalos de tiempo durante el transcurso de la reacción (60 min). Como los productos y productos intermedios (monodigliceridos y digliceridos) obtenidos en la reacción tienen diferencias en sus características físicas y química, por lo cual se estableció que el método más adecuado es la cromatografía líquida de alta resolución HPLC.

Como se había mencionado anteriormente, la reacción de interés en este estudio es transesterificación del aceite, por lo cual los analitos durante la reacción varían desde los triglicéridos al comienzo de la reacción, pasando por su subsiguiente transformación a di glicéridos, monoglicéridos y productos finales metilesteres y glicerina.

Se seleccionan los solventes que van a componer la fase móvil:

Acetonitrilo, 2-propanol, n-hexano, metanol.

Se procedió a inyectar las muestras en el cromatógrafo de líquidos. En principio se inyectan los estándares y se corren bajo uno de los métodos establecidos anteriormente, de acuerdo al componente a analizar. Una vez hecho esto, se almacenan los resultados de concentración en el integrador y se inyectan las muestras de los ensayos de la reacción de transesterificación.

Para la identificación de los compuestos de las muestras en los cromatogramas, se comparan los tiempos de retención de cada uno de los estándares con los de las muestras, de esta manera si el tiempo de retención de un compuesto se encuentra en un margen de un 10% con respecto al de un estándar, se puede establecer que el elemento eluido corresponde al estándar. Para cuantificar su concentración, el integrador compara las alturas de los picos y las áreas bajo estos de las muestras, con los de los estándares que tienen una concentración conocida y establece la concentración de los componentes de las muestras.