

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE CIENCIAS DE LA INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA

Unidad Académica de Valle de las Palmas



Obtención de biodiésel a partir de transesterificación de aceite de higuera (*Ricinus communis*) utilizando catalizadores tipo hidrotalcita

Tesis profesional que para obtener el título de:

INGENIERO EN ENERGÍAS RENOVABLES

Presenta:

Esbeidy Monserrath Rodríguez Acosta

Directora de tesis:

Dra. María Cristina Castañón Bautista

Co-directora de tesis:

Dra. Brenda Cecilia Alcántar Vázquez

Tijuana, B. C., a 15 de Agosto del 2023

AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES

A la Universidad Autónoma de Baja California por la formación académica, el apoyo y el compromiso.

Al Instituto de Ingeniería de la Universidad Nacional Autónoma de México por brindarme la oportunidad de realizar este trabajo de tesis.

Al Instituto de Geología de la UNAM por apoyarme con algunos resultados importantes para la complementación de este trabajo.

A la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas del Instituto Politécnico Nacional por permitirme utilizar sus instalaciones y apoyarme de manera entusiasta en todo lo que requerí.

Al centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías del IPN por su accesibilidad para realizar pruebas de caracterización.

A la Dra. María Cristina Castañón Bautista por su paciencia, sus consejos, su dedicación y por guiarme a lo largo de este proyecto.

A la Dra. Brenda Cecilia Alcántar Vázquez por su tiempo y compromiso y por orientarme en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental del Instituto de Ingeniería-UNAM.

A la Dra. Laura Verónica Castro Sotelo del Instituto Politécnico Nacional por su apoyo, amabilidad y dedicación, por compartir su conocimiento en hidrotalcitas y por su contribución en la parte experimental de esta tesis.

ÍNDICE

ÍNDICE DE TABLAS.....	6
ÍNDICE DE FIGURAS.....	8
RESUMEN.....	10
INTRODUCCIÓN	11
CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO	13
1.1. Biomasa	13
1.1.1. Biocombustibles	13
1.2. Biodiésel	15
1.2.1. Definición y propiedades	15
1.2.2. Importancia en el sector energético	17
1.2.3. Beneficios ambientales	18
1.2.4. Métodos de obtención del biodiésel	18
1.3. Transesterificación por catálisis	21
1.3.1. Catalizadores utilizados en la transesterificación	23
1.3.2. Mecanismos de reacción heterogénea	27
1.3.3. Catalizadores básicos	28
1.4. Catalizadores tipo mineral	28
1.4.1. Hidrotalcitas	29
1.4.2. Zeolitas	31
1.4.3. Óxidos de metales alcalinotérreos	31
1.5. Aceites utilizados para la obtención de biodiésel	32
1.6. Higuera (<i>Ricinus communis</i>)	34
1.6.1. Características de la planta	35
1.6.2. Aceite de higuera (<i>Ricinus communis</i>)	37
1.6.3. Propiedades químicas del aceite de higuera	37

1.6.4.	Propiedades físicas del aceite de higuerilla.....	38
1.6.5.	Importancia	38
1.7.	Planteamiento del problema.....	39
1.7.1.	Objetivo general	39
1.7.2.	Objetivos específicos	39
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA.....		40
2.1.	Materia prima.....	40
2.2.	Síntesis de las hidrotalcitas.....	40
2.2.1.	Reacción A: Hidrotalcita Ca-Al.....	41
2.2.2.	Reacción B: Hidrotalcita Ca-Al-Mg al 20%.....	42
2.2.3.	Reacción C: Ca-Al-Mg al 10%	42
2.2.4.	Hidrotalcita A.....	43
2.2.5.	Hidrotalcita B	47
2.2.6.	Hidrotalcita C.....	49
2.2.7.	Secado y calcinado	51
2.3.	Caracterización de los catalizadores tipo hidrotalcita.....	53
2.3.1.	Difracción de Rayos X	53
2.3.2.	Fisisorción de N ₂	54
2.4.	Transesterificación para la obtención de biodiésel	55
2.5.	Técnicas de análisis de los productos de la reacción de transesterificación	
	61	
2.5.1.	Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR).....	61
2.5.2.	Resonancia Magnética Nuclear (RMN)	61
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....		63
3.1.	Caracterización de las hidrotalcitas	63
3.1.1.	Difracción de Rayos X	63

3.1.2. Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR).....	67
3.1.3. Fisisorción de N ₂	68
3.2. Obtención del biodiésel.....	72
3.2.1. Espectroscopia de infrarrojo (FTIR).....	72
3.2.2. Resonancia Magnética Nuclear (RMN).....	74
CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES.....	79
FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN.....	82
BIBLIOGRAFÍA.....	83
ANEXOS.....	90

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Tipos de biocombustibles	14
Tabla 2 Ventajas y desventajas de los catalizadores homogéneos y heterogéneos	22
Tabla 3 Catalizadores alcalinos empleados para la obtención de biodiésel.....	23
Tabla 4 Catalizadores ácidos empleados para la obtención de biodiésel.....	25
Tabla 5 Ventajas y desventajas de diferentes tipos de catalizadores aplicados en la transesterificación	26
Tabla 6 Materias primas propuestas para la generación de biodiésel avanzado.....	32
Tabla 7 Taxonomía de <i>Ricinus communis</i>	34
Tabla 8 Propiedades fisicoquímicas del aceite de higuera	38
Tabla 9 Características del aceite de higuera de RICINOMEX	40
Tabla 10 Peso molecular de los compuestos que se utilizarán para la síntesis de las hidrotalcitas	40
Tabla 11 Peso teórico y peso real de los reactivos utilizados para la hidrotalcita A	43
Tabla 12 Temperatura de la hidrotalcita A tomada después de calentarla durante un minuto en microondas 10 veces.....	46
Tabla 13 pH de la hidrotalcita A tomado durante 5 lavados.....	47
Tabla 14 Peso teórico y peso real de los reactivos utilizados para la hidrotalcita B	47
Tabla 15 Temperatura de la hidrotalcita B tomada después de calentarla durante 1 min. en microondas 10 veces.....	48
Tabla 16 pH de la hidrotalcita B tomado durante 5 lavados.....	48
Tabla 17 Peso teórico y peso real de los reactivos utilizados para la hidrotalcita C	49
Tabla 18 Temperatura de la hidrotalcita C tomada después de calentarla durante 1 min. en microondas 10 veces.....	49
Tabla 19 pH de la hidrotalcita C tomado durante 4 lavados.....	50
Tabla 20 Pesos (g) de las hidrotalcitas antes y después de calcinarlas	52
Tabla 21 Niveles de porcentaje de catalizador utilizados en la transesterificación	56
Tabla 22 Condiciones bajo las que se realizaron los 12 experimentos de biodiésel.....	56
Tabla 23 Cantidad de aceite, catalizador y metanol utilizados en cada experimento.....	58
Tabla 24 Fases identificadas con DRX en las muestras de hidrotalcita	65
Tabla 25 Área superficial de las hidrotalcitas por el método BET, volumen y diámetro de poro	72

Tabla 26 Porcentajes de conversión obtenidos en los experimentos analizados con RMN ^1H
.....78

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Reacción de transesterificación	19
Figura 2. Representación esquemática del proceso general para la obtención de biodiésel...20	20
Figura 3. Planta de higuera (Ricinus communis)	35
Figura 4. Frutos inmaduros de la planta de higuera	36
Figura 5. Semillas de higuera	36
Figura 6. Buretas goteando	44
Figura 7. Mezcla de ambas disoluciones que formarán la hidrotalcita.....45	45
Figura 8. Tratamiento de la hidrotalcita en microondas a una potencia de 80 W	45
Figura 9. Cuarzo en el que se calcinará la hidrotalcita	51
Figura 10. Horno para tubo Prendo, modelo HT2-1100 programado a 900°C	52
Figura 11. Hidrotalcita seca y calcinada.....52	52
Figura 12. Equipo de fisisorción Belsorp-mini de BEL Japan a 77 K.....55	55
Figura 13. Esquema que muestra el proceso llevado a cabo para la obtención de biodiésel de aceite de higuera empleando CTH.....57	57
Figura 14. Doble reacción montada a reflujo a 150°C	58
Figura 15. Muestras de biodiésel aún con catalizador	59
Figura 16. Centrifugadora Fisher Scientific	60
Figura 17. Biodiésel limpio	60
Figura 18. DRX de hidrotalcitas sin calcinar.....64	64
Figura 19. DRX de hidrotalcitas calcinadas	65
Figura 20. Espectro de infrarrojo de las hidrotalcitas sin calcinar.....67	67
Figura 21. Espectro de infrarrojo de las hidrotalcitas calcinadas	68
Figura 22. Isotermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al sin calcinar	69
Figura 23. Isotermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 20% sin calcinar	69
Figura 24. Isotermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 10% sin calcinar	70
Figura 25. Isotermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al calcinada	70
Figura 26. Isotermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 20% calcinada71	71
Figura 27. Isotermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 10% calcinada71	71
Figura 28. Espectro de infrarrojo de aceite de higuera (Ricino) y de diésel convencional.73	73

Figura 29. Espectro de infrarrojo de los experimentos de biodiésel 4, 8, 9 y 11	74
Figura 30. Espectro de RMN ¹ H del aceite de higuera.....	75
Figura 31. Espectro de RMN ¹ H del biodiésel obtenido del experimento 4 (4h, 6% cat. B) .	76
Figura 32. Espectro de RMN ¹ H del biodiésel obtenido del experimento 8 (8h, 6% cat. A) .	76
Figura 33. Espectro de RMN ¹ H del biodiésel obtenido del experimento 9 (8h, 4% cat. B) .	77
Figura 34. Espectro de RMN ¹ H del biodiésel obtenido del experimento 11 (8h, 4% cat. C)	77

RESUMEN

El biodiésel es un combustible líquido renovable derivado de aceites vegetales, grasas animales, aceites derivados de algas y aceites de otros microorganismos que poseen propiedades similares a las del petróleo. Este biocombustible permite el aprovechamiento energético de la biomasa y la forma común de sintetizarlo es mediante la transesterificación, en la cual un triglicérido reacciona con un alcohol en presencia de un catalizador.

Entre las múltiples ventajas del biodiésel se encuentran que no contribuye al aumento de los gases de efecto invernadero, dado que el balance global de las emisiones de CO₂ a la atmósfera es neutro, tienen una mayor eficiencia de uso y mejores balances de ciclo de vida, en su combustión no se producen óxidos de azufre, tiene una lubricidad más alta, se degrada hasta 5 veces más rápido que el diésel y no contamina fuentes de agua.

Por estas razones, en el presente trabajo experimental de tesis, se realizaron reacciones de transesterificación para obtener biodiésel a partir de aceite de higuera empleando hidrotalcitas como catalizadores heterogéneos alcalinos, bajo una temperatura constante de reflujo de 150°C.

Para ello, se sintetizaron tres compuestos tipo hidrotalcita (CTH) con el método de coprecipitación a un pH constante de 12 y con tratamiento de microondas. Los CTH se calcinaron a 900°C durante 4 horas para obtener los óxidos mixtos que les otorgan las características propias de un catalizador. Posteriormente, se caracterizaron mediante técnicas de DRX, FTIR y fisiorción de N₂ en sus estados puros y calcinados con el objetivo de analizar e interpretar sus propiedades físicas y químicas.

Los catalizadores tipo hidrotalcita obtenidos fueron evaluados en la reacción de transesterificación del aceite de higuera. Se emplearon las técnicas de FTIR y RMN ¹H para cuantificar la conversión a biodiésel y seleccionar las condiciones de tiempo y porcentaje de CTH bajo las cuales se obtuvieron los mejores resultados.

De acuerdo a los resultados, el experimento 4 en donde se empleó el catalizador B (Ca-Al-Mg al 20%) realizado bajo condiciones de tiempo de 4 horas y porcentaje de catalizador de 6%, fue el que presentó mejor eficiencia permitiendo una conversión a biodiésel de 99.28%.

INTRODUCCIÓN

Hoy en día, la energía se ha convertido en una necesidad básica para el ser humano y ante un mayor incremento poblacional, más energía requerirá para abastecer a todos y tener un confortable estilo de vida. Es preocupante la dependencia que aún se tiene hacia los combustibles fósiles, pues día a día incrementan las actividades cotidianas que pueden contaminar al medio ambiente, siendo el sector transporte uno de los principales contaminantes. Esta situación ha motivado a varios países del mundo a realizar investigaciones sobre alternativas al combustible convencional, especialmente a aquellas derivadas de la biomasa, como es el caso de transesterificación de aceites vegetales para la producción de biodiésel.

El rápido desarrollo económico y una población mundial cada vez mayor ha elevado la demanda mundial de energía. Por lo tanto, esta situación conduce a un aumento de los combustibles fósiles y de los problemas de salud global, además, el constante uso de este recurso ha ampliado los problemas del calentamiento global (Jayakumar, y otros, 2021).

Para satisfacer la demanda de energía, existe un interés creciente en las fuentes de energía renovables y limpias, como los biocombustibles. La tendencia actual se enfoca en garantizar que el diésel sea reemplazado adecuadamente por motores de combustión interna, ya que los ésteres metílicos de ácidos grasos (biodiésel) son muy parecidos a los combustibles fósiles. En este sentido, investigadores de todo el mundo coinciden al señalar los beneficios del biodiésel, mejor lubricación, biodegradabilidad, carbono neutral, bajo nivel de contaminantes y es respetuoso con el medio ambiente. Además, debido al mayor punto de inflamación y al mayor contenido de oxígeno, el biodiésel también tiene las características de un combustible de combustión eficiente (Jayakumar, y otros, 2021).

La producción de biodiésel a partir de aceites vegetales requiere procesos químicos para aumentar la calidad del combustible. La transesterificación es un método universal y establecido para la producción de este biocombustible a través de aceites vegetales y grasas. En las reacciones de transesterificación se suelen utilizar catalizadores alcalinos y ácidos homogéneos. Sin embargo, estos catalizadores tienen desventajas importantes, donde el costo de producción aumenta debido al consumo del catalizador y a una serie de etapas de purificación. La catálisis heterogénea resuelve muchos de estos problemas asociados con los catalizadores homogéneos. Hay un esfuerzo de investigación creciente en muchos laboratorios

de todo el mundo para encontrar catalizadores heterogéneos eficientes, estables y rentables (Endalew, Kiros, & Zanzi, 2011).

El reto para cualquier país o región es la implementación de procesos de producción basados en materias primas con disponibilidad local, ya que esto es un factor a considerar en la producción de biodiésel. La semilla de higuera se considera como una materia prima apropiada para la elaboración de este biocombustible por su alto contenido de aceite y las características del mismo, entre las que se destaca su alta solubilidad en alcohol a temperatura ambiente (Sandoval Salas, y otros, 2013).

CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO

1.1. Biomasa

El término biomasa (también conocida como bioenergía) se refiere a toda la materia orgánica que proviene de árboles, plantas y desechos de animales que pueden ser convertidos en energía; o las provenientes de la agricultura, del aserradero, residuos urbanos, desechos industriales, plantaciones energéticas, etc. Esta es la fuente de energía renovable más antigua conocida por el ser humano, pues ha sido usada desde que nuestros ancestros descubrieron el secreto del fuego (FOCER, 2002).

La formación de biomasa se da a partir de la energía solar, mediante el proceso denominado fotosíntesis. La energía almacenada en el proceso fotosintético puede ser posteriormente transformada en energía térmica, eléctrica o como carburantes de origen vegetal (Inventario Nacional de Energías Limpias, 2018).

Desde el punto de vista del aprovechamiento energético, la biomasa se caracteriza por tener un bajo contenido de carbono, un elevado contenido de oxígeno y compuestos volátiles. Desde el punto de vista ambiental, el aprovechamiento energético de la biomasa no contribuye al aumento de los gases de efecto invernadero, dado que el balance global de las emisiones de CO₂ a la atmósfera es neutro. Al contrario, en los combustibles fósiles, el carbono que se libera a la atmósfera es el que está fijo a la Tierra desde hace millones de años (Inventario Nacional de Energías Limpias, 2018).

1.1.1. Biocombustibles

Los biocombustibles son aquellos biocarburantes como alcoholes, éteres, ésteres y otros productos químicos que provienen de compuestos orgánicos de base celulósica (biomasa) extraída de plantas silvestres o de cultivo, que sustituyen en mayor o en menor parte el uso de la gasolina en el transporte o destinados a producir electricidad (Salinas Callejas & Gasca Quezada, 2009).

Los combustibles biológicos son obtenidos de manera renovable a partir de restos orgánicos. Entre los principales biocombustibles de primera generación se encuentran el bioetanol, el biodiésel y el biogás. La producción de etanol deriva de las biomásas de los cultivos energéticos o *feedstocks* de maíz, sorgo, yuca y caña de azúcar, entre otros; el biodiésel

se produce a partir de las oleaginosas de la soya, aceite de palma, colza, jatropha curca, etc., y el biogás se obtiene a partir de residuos orgánicos mediante procesos de digestión anaerobia (Morelos Gómez, 2016).

Los biocombustibles pueden ser líquidos, sólidos o gaseosos (Tabla 1), y su finalidad última es liberar la energía contenida en sus componentes químicos mediante una reacción de combustión (Álvarez Maciel, 2009).

Tabla 1 Tipos de biocombustibles

Tipo	Descripción	Insumos	Productos
Biocombustibles sólidos	Pueden quemarse directamente o previa gasificación o pirólisis, para producir calor y electricidad.	Leña, residuos agrícolas, residuos forestales, paja, aserrín.	Pellets, briquetas, carbón vegetal y astillas.
Biocombustibles líquidos	Obtenidos de cultivos energéticos como caña de azúcar y oleaginosas o aceite vegetal usado.	Aceites vegetales y ésteres derivados de ellos, oleaginosas, grasas animales y microalgas.	Bioetanol, biodiésel, biohidrocarburos y alcoholes.
Biocombustibles gaseosos	Obtenidos de los residuos municipales y estiércol.	Bacterias y fuentes de carbono.	Biogás, biometano, hidrógeno y gas de gasógeno.

Tomado de *La bioenergía en México* por Masera Cerutti, y otros, 2011, Red Mexicana de Bioenergía; *Biocombustibles sólidos: una solución al calentamiento global* por Ríos Badrán, Santos Cruz, & Gutiérrez Antonio, 2017, Ciencia; y *Transesterificación de aceite de canola sobre mineral de dolomita y de materiales con contenido de calcio puros y modificados* por Murguía, D., 2018, IPN.

1.2. Biodiésel

1.2.1. Definición y propiedades

El biodiésel es un combustible renovable derivado de aceites vegetales (comestibles o no comestibles; nuevos o usados) y grasas animales que poseen propiedades similares a las del petróleo. Además, se ha encontrado que con el uso de biodiésel se logran reducir las emisiones de monóxido de carbono, azufre, hidrocarburos aromáticos y partículas sólidas. La manera convencional de sintetizar biodiésel es mediante la transesterificación de aceites vegetales con metanol y catálisis homogénea básica (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

El biodiésel se describe químicamente como una mezcla de ésteres de alquilo (metilo y etilo, principalmente), con cadenas largas de ácidos grasos. Estas cadenas, al estar oxigenadas, le otorgan al motor una combustión mucho más limpia. Este combustible puede utilizarse puro (B100, conocido como “gasoil verde”), o en mezclas de diferentes concentraciones con el diésel de petróleo. La mezcla más utilizada en nuestros días es al 20%, es decir, 20 partes de biodiesel y 80 partes de petrodiesel. Cuando es utilizado como aditivo, sus concentraciones normalmente no superan el 5% (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

El biodiésel de primera generación representa el 85% de la producción global de biocombustibles líquidos. Para su producción se emplean recursos agrícolas con alto contenido en ácidos grasos, es decir, los aceites obtenidos de partes de uso alimenticio de las plantas (soya, palma, girasol, piñón, etc.) como granos y semillas. Estos insumos y otros como las grasas animales y aceites de desecho provenientes de la cocción de alimentos, se someten a procesos de transformación convencionales como la transesterificación (Riva Hernández & Rodolfo Villalobos, 2013).

El biodiésel de segunda generación (también llamado biodiésel avanzado) se produce a partir de biomasa que no tienen usos alimentarios: pastos y arbustos perennes, especies oleaginosas no comestibles y residuos agrícolas y/o forestales de biomasa lignocelulósica (Riva Hernández & Rodolfo Villalobos, 2013). Su principal ventaja es que no hay desvío de alimentos (como en los de primera generación) para producir biocombustible, sin embargo, la disminución de emisiones de GEI es casi nula (Salamanca Izaguirre, Villanueva Vega, Vivar Ocampo, Armendáriz, & Sánchez Díaz, 2021).

Los biocombustibles de tercera generación hacen su aparición recientemente y surgen de la búsqueda de nuevas materias primas que proporcionen un mejor rendimiento y presenten un mayor potencial energético. Fundamentalmente, esta generación se refiere casi exclusivamente al empleo de microalgas como materia prima. Se incluyen en una categoría aparte debido a la gran cantidad de aceite que generan en relación con su masa, lo que ofrece un excelente rendimiento. Otra de sus principales ventajas es que no se necesita terreno para su cultivo, ya que su producción se puede realizar en reactores tubulares en laboratorios. Sin embargo, también llevan asociados alguna desventaja como unas condiciones muy controladas de temperatura, necesidad de empleo de fertilizantes y unos mayores costos de producción (Castillo Fernández , 2018).

Las propiedades del biodiésel son muy similares a las del gasoil de origen fósil, en cuanto a densidad, número de cetanos, eficiencia y rendimiento de los motores gasoleros (diésel), destacándose que el biodiésel presenta un punto de inflamación superior. Por todo ello, el biodiésel puede mezclarse con el gasoil en cualquier proporción que se desee: B5 – B10 – B30 – B50, etc., e inclusive sustituirlo totalmente: B-100. La viscosidad de los ésteres es aproximadamente dos veces superior a la del gasoil, frente a diez veces o más de la del aceite crudo; además el índice de cetanos de los ésteres es superior, siendo adecuado para su uso como biocombustible (Biodiesel. Biocarburante líquido de origen biológico, 2008).

Otra característica importante del biodiésel es su lubricidad la cual en comparación a la del diésel es más alta. Esto se debe a que los compuestos naturales que le confieren sus propiedades lubricantes no se eliminan o modifican durante los procesos de refinamiento a los que se somete el diésel para la remoción de compuestos aromáticos y sulfurados. El biodiésel, sin embargo, contiene ésteres, que son compuestos oxigenados que ayudan a disminuir la fricción entre los distintos componentes metálicos que rozan dentro del sistema de inyección, creando una película límite entre las superficies de dichos componentes. De esta forma ayuda a prevenir el desgaste del sistema de inyección que depende del combustible para su lubricación (Ávila Orozco, 2015).

El biodiésel es, además, inmiscible con el agua y presenta coloraciones que van desde el marrón hasta un amarillo dorado según la materia prima empleada en su elaboración. Posee una densidad inferior a la del agua (0.88 g/cm^3 aproximadamente) y un punto de flama (flash

point) considerablemente más alto que la del diésel, haciéndolo menos inflamable y por ende menos peligroso (Ávila Orozco, 2015).

1.2.2. Importancia en el sector energético

En la mayor parte de las ciudades de América Latina y el Caribe, el transporte vial es el principal responsable de la contaminación del aire. Los principales contaminantes locales son el monóxido de carbono (CO), el material particulado (MP), el dióxido de azufre (SO₂), los óxidos de nitrógeno (NO_x) y los compuestos orgánicos volátiles (COV), categoría esta que incluye los hidrocarburos (HC), aldehídos y compuestos aromáticos como el benceno (Coviello, Gómez, Razo, & Rodríguez, 2008).

El biodiésel reduce substancialmente la emisión de la mayoría de gases y partículas contaminantes de la atmósfera. Al ser un combustible oxigenado, tiene una combustión más completa que el diésel, mejorando por eso la composición de las emisiones (Llanes Cedeño, Rocha-Hoyos, Salazar Alvear, & Medrano Barboza, 2017).

Los biocombustibles son la única fuente de energía alternativa que se puede utilizar en los vehículos actuales con motor de combustión interna y en la infraestructura de suministro asociada. Eso significa que tiene un gran valor estratégico para el sector transporte (Fritsche, Köppen, Adolf, & Liebig, 2012).

Los automóviles de pasajeros representan la mayor parte del consumo mundial de combustibles en la actualidad, por lo tanto, las biomezclas tienen un impacto significativo. A mediano plazo, los biocombustibles sostenibles podrían ser destino para modos de transporte donde no existen alternativas técnicas, especialmente para el transporte de mercancías por carretera y para la aviación. La importancia a largo plazo no se encuentra en el transporte individual, sino en el aéreo y marítimo, y en cierta medida también en los camiones (Fritsche, Köppen, Adolf, & Liebig, 2012).

Con el uso de biodiésel se contribuye de manera significativa al abastecimiento energético sostenible, lo que permite reducir la dependencia del petróleo, incrementando la seguridad y diversidad en los suministros, así como el desarrollo socioeconómico de áreas rurales (Marcano, Machillanda, Sojo, Quijada, & DI Scipio, 2014).

1.2.3. Beneficios ambientales

El biodiésel tiene la ventaja de ser mucho más biodegradable que el diésel fósil, por lo que se ha propuesto como combustible para barcos. Otra ventaja es su escasa volatilidad e inflamabilidad. Adicionalmente, los motores diésel son más eficientes que los motores a gasolina debido a su alto grado de compresión y mayor temperatura de combustión, que permite una mayor eficiencia de transformación de la energía térmica en el trabajo. El biodiésel tiene una mayor eficiencia de uso final y mejores balances de ciclo de vida total, debidos al menor consumo de combustible por unidad de potencia lograda o de trabajo realizado por el motor. Respecto al diésel de petróleo, en las emisiones de la combustión de biodiésel no se producen óxidos de azufre, y se reduce hasta 90% de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs), que son cancerígenos (Sandoval, Biocombustibles avanzados en México, 2010).

El biodiésel se degrada de 4 a 5 veces más rápido que el diésel fósil y puede ser usado como solvente para limpiar derrames de gasóleo, ya que no contamina fuentes de agua superficial ni acuíferos subterráneos (IICA, 2007).

Las ventajas del biodiésel de primera generación es su facilidad de procesamiento, sus bajas emisiones y un balance positivo en dichas emisiones, pero tiene como desventaja el desvío de recursos alimenticios hacia la producción de energéticos (Riva Hernández & Rodulfo Villalobos, 2013).

1.2.4. Métodos de obtención del biodiésel

La manera más común de obtener biodiésel es mediante una reacción de transesterificación, en la cual un triglicérido reacciona con un alcohol (metanol, etanol, propanol o butanol) en presencia de un catalizador (Figura 1). Debido a la naturaleza reversible de esta reacción, es recomendable emplear alcohol en exceso y con esto favorecer el equilibrio hacia la formación de biodiésel (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

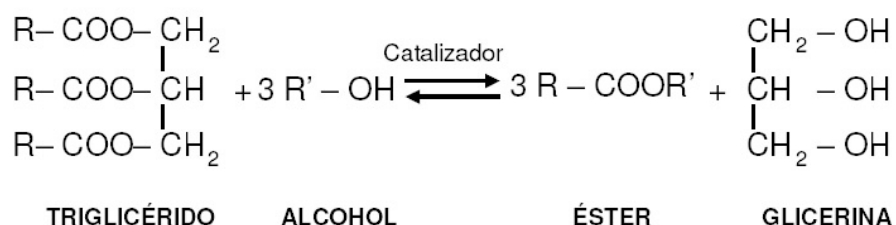


Figura 1. Reacción de transesterificación

Tomado de *Estudio de la obtención de biodiesel a partir de productos secundarios de la reacción de transesterificación de aceites residuales de cocina*, por Marcano, L. et al., 2014, UCV.

Cuando se lleva a cabo una reacción de transesterificación, inicialmente se observa la formación de dos fases: fase de alcohol y fase de aceite vegetal, los cuales se van mezclando en el transcurso de la reacción. Al terminar, como producto de la reacción se forman dos nuevas fases: la fase superior, constituida básicamente por ésteres (biodiésel), y la inferior, formada principalmente por glicerol. La glicerina como subproducto, puede ser purificada y utilizada en la industria farmacéutica y cosmética, donde la demanda es elevada, lo que hace que se considere como un subproducto altamente valorado. Sin embargo, la purificación de la glicerina cruda puede ser un proceso complejo y costoso debido a la presencia de agua, jabones, metanol, ácidos grasos e impurezas sólidas (García Bustamante & Masera Cerutti, 2016).

La mezcla restante, que es el biodiésel, se destila para quitar el excedente de alcohol para reciclado. Posteriormente, los ésteres son sometidos a procesos de purificación que consiste en el lavado con agua, e inclusive secado al vacío y filtrado. Como resultado del proceso, se obtiene biodiésel (Figura 2). (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

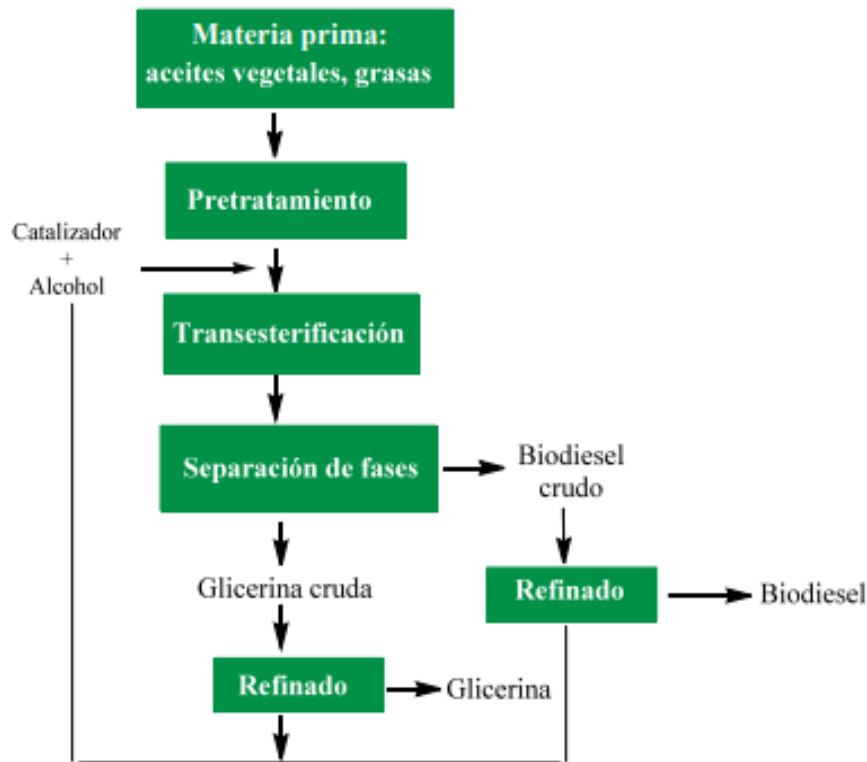


Figura 2. Representación esquemática del proceso general para la obtención de biodiésel Tomado de *Biodiesel, un combustible renovable* por Medina, I., Chávez, N. & Jáuregui, J., 2012, Investigación y ciencia.

Entre los alcoholes más utilizados en el proceso de producción de biodiésel, se encuentran el metanol y el etanol. Su elección depende de factores económicos y aspectos técnicos dentro del proceso. El metanol presenta ventajas sobre el etanol, ya que requiere menor cantidad, posee mayor eficiencia de conversión de aceites, requiere menores temperaturas de reacción, se recupera más fácilmente y se facilita la separación de fases. Sin embargo, el etanol puede ser producido a partir de fuentes renovables y, al contrario del metanol, no posee grandes problemas de toxicidad. Todos los alcoholes de bajo peso molecular son higroscópicos y capaces de absorber agua del aire, por lo que un parámetro importante a considerar para la elección del alcohol, es el contenido de humedad y su forma de reaccionar ante ella, ya que cuando se tiene presencia de agua, se tienen bajos rendimientos en la reacción (García Bustamante & Masera Cerutti, 2016).

Para que se lleve a cabo la reacción de transesterificación de manera óptima y rápida, se utiliza normalmente un catalizador. Estos pueden ser básicos, ácidos o enzimáticos. Una vez

que se lleva a cabo la transesterificación, los productos obtenidos de la reacción se encuentran mezclados o contaminados con otros compuestos. Estos pueden ser triglicéridos que no reaccionaron, alcohol, catalizador, mono y diglicéridos, jabones y glicerol. Por esta razón, es necesario realizar las etapas necesarias para su purificación (García Bustamante & Masera Cerutti, 2016).

Las principales variables que afectan el rendimiento y pureza en términos de producción de biodiésel son: pureza de los reactivos empleados, tiempo de mezclado, temperatura de reacción, concentración y tipo de catalizador empleado y relación en masa de la cantidad de metanol y aceite empleados (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

1.3. Transesterificación por catálisis

La reacción de transesterificación puede ocurrir con mecanismos catalíticos y no catalíticos. Este último ocurre en condiciones supercríticas. Estos métodos requieren una mayor temperatura y presión, lo que aumenta la energía requerida para el proceso. Por esta razón, los métodos catalíticos de producción de biodiésel a baja temperatura y presión son los más utilizados (Endalew, Kiros, & Zanzi, 2011).

El catalizador es una sustancia que, según lo que propone el principio de Sabatier, forma un compuesto intermediario con al menos un reactivo, este intermediario tiene que ser lo suficientemente estable para formarse en cantidades significativas y tener la capacidad de transformarse con facilidad en otro más estable, para regresar a su forma original y así dar pie a la formación del producto final. En otras palabras, el catalizador posibilita la obtención de un producto mediante un proceso alternativo disminuyendo la energía de activación de la reacción normal. Otro efecto del catalizador es que no importa que otro mecanismo se esté llevando a cabo, las entalpías, ni las energías de Gibbs de los reactivos y productos involucrados en la reacción son afectadas, por lo tanto, al disminuir la barrera de activación se llega al equilibrio de forma más rápida, pero sin alterar la constante de equilibrio termodinámico (Cardoso, 2019).

Las reacciones catalíticas pueden clasificarse en dos grupos, dependiendo de la fase en donde se encuentre el catalizador y los sustratos, es decir, si se tiene al catalizador en la misma fase que los sustratos se trata de catálisis homogénea, pero si el catalizador se encuentra en otra

fase con respecto a los sustratos, entonces estamos hablando de catálisis heterogénea (Galicia López, 2008).

Ambos tipos de catálisis presentan ventajas y desventajas (Tabla 2).

Tabla 2 Ventajas y desventajas de los catalizadores homogéneos y heterogéneos

Catalizador	Ventajas	Desventajas
Homogéneo	<ol style="list-style-type: none"> 1. Presenta una alta actividad y selectividad, la transferencia de energía es más eficiente entre los sustratos y el catalizador. 2. Condiciones de operación modestas (adecuada relación aceite/metanol, temperatura y tiempo de reacción e impurezas del aceite). 3. Ausencia de efectos de envenenamiento tan frecuente en el caso de la catálisis heterogénea. 4. Produce un mayor rendimiento de biodiésel. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Dificultad para separar el producto del catalizador, con esto se puede llegar a tener contaminado al producto con el catalizador. 2. La velocidad de reacción es más lenta y su costo es más alto. 3. Emplean aceites de uso alimenticio. 4. No es posible la reutilización del catalizador. 5. Son sensibles a la presencia de agua y son corrosivos.
Heterogéneo	<ol style="list-style-type: none"> 1. Fácil separación del producto del catalizador hecho que permite la posible adaptación del sistema hacia un proceso continuo. 2. Ambientalmente benigno, no corrosivo. 3. La vida del catalizador es más larga. 4. Es reciclable y tiene menos problemas de eliminación. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Problemas de transferencia de energía. 2. Menor actividad y menor selectividad hacia productos. 3. Los requerimientos energéticos son mayores que sus homólogos en fase homogénea.

Tomado de *Evaluación del sistema catalítico [Pd[NH(CH₂CH₂OH)₂]₂Cl₂] en reacciones de acoplamiento tipo Suzuki-Miyaura en medio acuoso* de Galicia, L., 2008 y *Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils* por Endalew, A., Kiros, Y. & Zanzi, R., 2011.

1.3.1. Catalizadores utilizados en la transesterificación

Existe una gran variedad de catalizadores que pueden emplearse en la transesterificación (Tablas 3 y 4). La selección del catalizador para la producción de biodiésel, depende de la cantidad de ácidos grasos libres (AGL) presentes en el aceite. La reacción catalizada por una base presenta una mejor conversión en un corto tiempo para aceites con menores cantidades de AGL, mientras que para aceites con una mayor cantidad de AGL la esterificación catalizada por ácido, seguida de transesterificación, es más adecuada (Murguía Ortiz, 2018).

Tabla 3 Catalizadores alcalinos empleados para la obtención de biodiésel

Catalizador	Materia prima	Condiciones experimentales	Conversión a biodiésel	Referencias
K ₂ O/CaO-ZnO	Soja	15:1, 6% p/p, 60°C, 4h	80%	(Istadi, Prasetyo, & Nugroho, 2014)
Manganeso-ZnO	Mahua	7:1, 8% p/p, 50°C, 0.5h	97%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
KOH/ZSM-5-Fe ₃ O ₄	Canola	12.3:1, 9.303% p/p, 65°C, 3.26h	93.56%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
NaOH	Semilla de mango	6:1, 1% p/p, 60°C	92.67%	(Ganesan, y otros, 2021)
NaOH	Jojoba	1:23, 1% p/p, 60°C, 4h	84.5%	(Shah, y otros, 2014)

Ag-ZnO	Simarouba	9:1, 1.5% p/p, 64°C, 2h	84.5%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
KOH	Mostaza negra	8:1, 0.9% p/p, 60°C, 1h	97%	(Aslan & Eryilmaz, 2020)
CaO	Soya	11:1, 3.68% p/p, 60°C, 2h	97.61%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
TiO ₂	Olivo	30:1, 200mg, 120°C, 4h	91.2%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
MgO	Ricino	12:1, 6% p/p, 75°C, 1h	96.5%	(Ganesan, y otros, 2021)
KOH	Ricino	6:1, 0.7% p/p, 40°C, 20min	92.2%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
MgO	Aceite de cocina	24:1, 2% p/p, 65°C, 1h	93.3%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
CaO	Jatropha curcas	1:9, 1.5% p/p, 70°C, 2.5h	93%	(Mardhiah, y otros, 2016)
Li/CaO	Pongamia pinnata	1:12, 5% p/p, 65°C, 1-2h	99%	(Murguía Ortiz, 2018)
CaMgO CaZnO	Jatropha curcas	1:15, 4% p/p, 64.85°C, 6h	80%	(Mardhiah, y otros, 2016)
CaO - NiO	Jatropha curcas	1:15, 5% p/p, 65°C, 6h	86.3%	(Mardhiah, y otros, 2016)
LaMgO	Algodón	54:1, 5% p/p, 65°C, 0.33h	96%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)

Tabla 4 Catalizadores ácidos empleados para la obtención de biodiésel

Catalizador	Materia prima	Condiciones experimentales	Conversión a biodiésel	Referencias
SO ₄ ²⁻ -ZnO	Soya	6:1, 4% p/p, 65°C, 4h	80.19%	(Istadi, y otros, 2015)
TiO ₂ -ZnO	Palma	6:1, 4% p/p, 60°C, 4h	92%	(Gurusamy, y otros, 2019)
Mg/Al	Jatropha curcas	4:1, 1% p/p, 30°C, 1.5h	95.2%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
Zn-Mg-Al	Neem	10:1, 7.5g, 65°C, 4h	90.5%	(Maleki, Ashraf Talesh, & Mansouri, 2022)
SO ₄ ²⁻ /ZrO	Cerberra adollan	1:8, 6% p/p, 180°C, 3h	84%	(Mardhiah, y otros, 2016)
H ₂ SO ₄	Neem	1:6, 1.5% p/p, 60°C, 1.5h	77%	(Josh, Gogate, & Kumar, 2017)
Sulfato PAHs	Calophyllum inophyllum	1:15, 5% p/p, 180°C, 4h	99%	(Mardhiah, y otros, 2016)

En las tablas anteriores se puede apreciar que los catalizadores alcalinos son los más utilizados para la transesterificación por tener un mayor porcentaje de conversión que los ácidos.

Los catalizadores utilizados en la transesterificación se pueden clasificar como ácido/base homogéneos, ácido/base heterogéneos y enzimáticos (Tabla 5). Generalmente, las reacciones catalíticas homogéneas son rápidas y requieren menos concentración de catalizador en comparación con las reacciones catalíticas heterogéneas. Los catalizadores homogéneos son difíciles de separar de la mezcla de reacción y reutilizar, además, genera más compuestos de

desecho y también consume más agua para remover el producto del catalizador (Manojkumar, Muthukumaran, Sharmila, & Aishwarya, 2020).

Los catalizadores heterogéneos poseen más ventajas ya que se pueden recuperar después de la reacción, esto se debe a que el sistema de reacción y los catalizadores heterogéneos son bifásicos y requieren menos pasos de lavado para recuperar el catalizador (Manojkumar, Muthukumaran, Sharmila, & Aishwarya, 2020).

Tabla 5 Ventajas y desventajas de diferentes tipos de catalizadores aplicados en la transesterificación

Procesos	Ventajas	Desventajas
Catálisis ácida homogénea	<ol style="list-style-type: none"> 1. Alta actividad catalítica bajo condiciones suaves 2. No forma jabón y puede ser usada con materias primas que contengan grandes cantidades de ácidos grasos libres. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. La reacción es lenta en comparación con la catálisis básica homogénea. 2. Problemas por corrosión 3. Separación y reúso no son usuales.
Catálisis básica homogénea	<ol style="list-style-type: none"> 1. Alta actividad, ideal para grasas y aceites de bajo contenido de ácido. 2. De bajo costo, ampliamente disponible y no corrosivo. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Posible formación de jabón y no es adecuado para materias primas con alto contenido de ácidos grasos. 2. No es reutilizable y requiere largos procedimientos de lavado.
Catálisis ácida heterogénea	<ol style="list-style-type: none"> 1. Fácil separación y reúso de catalizador 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Puede presentar lixiviación de los sitios activos. 2. Altos costos de síntesis de catalizador
Catálisis básica heterogénea	<ol style="list-style-type: none"> 1. Facilidad de purificación del producto. 2. Minimiza la generación de 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Puede presentar lixiviación de los sitios activos. 2. Altos costos de síntesis del

	efluentes.	catalizador.
	3.El catalizador puede ser reusado.	
Catálisis enzimática	1.Fácil separación.	1.Altos costos de operación.
	2.Produce biodiésel y glicerol de alta pureza.	2.Sensible al metanol, quien puede desactivar la enzima.
	3.Condiciones suaves de reacción.	

Tomado de *Transesterificación de aceite de canola sobre mineral de dolomita y de materiales con contenido de calcio puros y modificados* por Murguía, D., 2018, IPN y *Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils* por Endalew, A., Kiros, Y. & Zanzi, R., 2011.

1.3.2. Mecanismos de reacción heterogénea

Una opción que se ha explorado en últimas fechas es el empleo de catalizadores heterogéneos, tanto básicos como ácidos. Las principales ventajas de estos catalizadores son: simplificación del proceso de purificación del biodiésel, reutilización del catalizador y la posibilidad de llevar a cabo simultáneamente las reacciones de transesterificación y esterificación. También existen reportes que remarcan la eficiencia de la catálisis heterogénea en comparación con la homogénea, ya que se observó que para la producción de 8,000 toneladas de biodiésel fue necesario emplear 88 toneladas de hidróxido de sodio, mientras que sólo se requirieron 5.7 toneladas de óxido de magnesio soportado para producir 100,000 toneladas de biodiésel (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

La catálisis heterogénea se da en sistemas en los que el catalizador y reactivos se encuentran en dos o más fases diferentes. Por lo general los sistemas líquido-sólido o gas-sólido son a los que se les presta mayor interés, pues la superficie que otorga un material sólido permite depositar e inmovilizar la fase activa cuyo papel es sustancial (Cardoso, 2019).

La catálisis heterogénea es la base de la industria química, ya que su implementación en diversos procesos industriales tiene mucho impacto en la actividad económica de las empresas, sin esta, muchos procesos químicos no serían rentables, siendo necesarias grandes inversiones para producir un porcentaje pequeño de producto valioso. Un catalizador no solo es valioso por acelerar una reacción, lo es porque muchos catalizadores pueden acelerar una

reacción de manera selectiva, obteniendo en mayor proporción el producto deseado. (Cardoso, 2019).

La principal desventaja en el uso de catálisis heterogénea es la limitada difusión de los reactantes a la superficie del catalizador. No obstante, este problema se ha resuelto en últimas fechas mediante el empleo de nano-catalizadores sólidos, o bien, usando un co-solvente que facilite la transferencia de reactivos a la superficie de este. Los catalizadores heterogéneos más comúnmente empleados son: hidróxidos metálicos (calcio y bario), óxidos metálicos, zeolitas e hidrotalcitas. (Chávez Vela, Medina Ramírez, & Jáuregui Rincón, 2012).

1.3.3. Catalizadores básicos

Los catalizadores básicos tanto homogéneos como heterogéneos son los que más extensamente se han empleado en los procesos de transesterificación. No obstante, los catalizadores sólidos-básicos últimamente son los que presentan mayor viabilidad para la producción limpia y sustentable de biodiésel, debido a que exhiben altas actividades catalíticas y tienen las ventajas de ser anticorrosivos, no tienen efectos negativos sobre el medioambiente y presentan menos problemas de eliminación. Además, son más fácilmente separados de los productos líquidos y se pueden modificar para dar mayor actividad, selectividad y vida útil al catalizador (Murguía Ortiz, 2018).

Se han desarrollado un gran número de catalizadores heterogéneos básicos, por ejemplo, los óxidos de metales alcalinos y alcalino-térreos, hidrotalcitas, zeolitas, feldespatos, resina de intercambio de aniones, entre otros (Murguía Ortiz, 2018).

Uno de los catalizadores más utilizado es el CaO (proveniente de la cascara de huevo), ya que tiene muchas ventajas, como el bajo precio, su vida útil prolongada, su alta actividad y requiere solo condiciones de reacción moderadas. Entre sus desventajas se encontró que el catalizador es de baja área superficial y presenta lixiviación (Istadi, Prasetyo, & Nugroho, 2014).

1.4. Catalizadores tipo mineral

Los minerales en estado natural y/o modificados, así como materiales de desperdicio tipo conchas de mar, cáscara de huevo, entre otros, se han explorado para evaluar su actividad catalítica en la transesterificación de aceites vegetales (Murguía Ortiz, 2018).

Las hidrotalcitas son hidrocarbonatos de magnesio y aluminio pertenecientes a las arcillas aniónicas. El uso de estas como catalizadores heterogéneos se debe a que sus óxidos de calcinación exhiben propiedades básicas. Los óxidos mixtos de calcinación de la hidrotalcita presentan una alta área de superficie y un efecto sinérgico entre los elementos, lo que hace que estas se empleen como catalizadores. Además, la porosidad de las hidrotalcitas puede modificarse para mejorar la accesibilidad del triglicérido a los sitios básicos (Murguía Ortiz, 2018).

1.4.1. Hidrotalcitas

El mineral hidrotalcita es una arcilla aniónica natural constituida principalmente por magnesio y aluminio. Fue descubierta en 1842 en Suecia, y se presenta en la naturaleza en placas foliadas y retorcidas o masas fibrosas (Pablo Benedictto, 2019).

La estructura de la hidrotalcita deriva de la brucita. En la brucita, $Mg(OH)_2$, los átomos de Mg divalentes están octaédricamente coordinados por grupo OH. Estos octaedros se unen para formar láminas continuas. Estas láminas se acomodan unas sobre otras y se mantienen unidas por enlaces hidrógeno (Pablo Benedictto, 2019).

Las estructuras de tipo hidrotalcita son preferidas como materiales catalíticos para la reacción de transesterificación en el proceso de producción de biodiésel debido a su versatilidad en la composición química. Por calcinación controlada, los compuestos tipo hidrotalcita se convierten en las formas de óxido de metal alcalino deseadas muy usadas como catalizadores para la reacción de transesterificación (Emel Çakırca & Nilgün Akin, 2021).

Al ser tratadas térmicamente a temperaturas inferiores a $200^{\circ}C$, las hidrotalcitas pierden el agua superficial de hidratación interlaminar, sin modificar su estructura. A temperaturas superiores sufren un proceso de deshidroxilación de las láminas. Al ser sometidas a temperaturas superiores a $450^{\circ}C$, su estructura se modifica completamente, formándose óxidos mixtos de Mg y Al. A partir de estos óxidos mixtos de Mg y Al puede recomponerse la estructura de la hidrotalcita mediante rehidratación o la adsorción de distintos aniones. A esta propiedad se la conoce como efecto memoria (Pablo Benedictto, 2019).

Los catalizadores heterogéneos a menudo se preparan por métodos químicos tales como co-precipitación y sol-gel. El primer método es el más habitual para los catalizadores tipo

hidrotalcita (CTH) que, con ligeras variantes, consiste en la precipitación a un pH controlado del hidróxido mixto a partir de sales disueltas de los cationes metálicos, en presencia del anión que se quiera incorporar en el espacio interlaminar (Paz García, 2016).

El gel que se obtiene después de la co-precipitación, se somete a un tratamiento térmico, para que se pueda formar la estructura cristalina de los CTH, dicho gel se tiene que someter a uno de los siguientes tratamientos (Paz García, 2016):

- Calentamiento de autoclave (alrededor de 24-48 horas a presión constante)
- Tratamiento de microondas
- Tratamiento de ultrasonido

Los tratamientos de microondas y ultrasonido cuentan con la ventaja de poder controlar las propiedades texturales como superficie específica, porosidad, cristalinidad, distancia interlaminar, etc. que son una función del tiempo, potencia y frecuencia de irradiación y en menor medida del tipo de componentes interlaminares. Al terminar el tratamiento se procede a lavar en repetidas veces el gel, para finalizar secando los CTH (Paz García, 2016).

Los compuestos tipo hidrotalcita o arcillas, son en la actualidad materiales de gran importancia, debido a que tienen grandes aplicaciones tanto en la industria farmacéutica como en la industria química donde son utilizados como soportes catalíticos y catalizadores, entre otras más (Gonzalez Guerra, 2020).

Los CTH son usados como: antiácidos para el intercambio de iones y como absorbentes, como sitios activos de los catalizadores y soportes catalíticos debido a su alta área superficial, además de sus propiedades básicas superficiales, su estabilidad estructural, en la oxidación de mercaptanos, en reacciones de condensación aldólica, reacciones de isomerización, reacciones de hidrogenación y deshidrogenación, alquilación y reformación de nanas (Gonzalez Guerra, 2020).

En la actualidad, este tipo de compuestos se usan como precursores y soportes catalíticos, en la petroquímica y principalmente en las unidades de craqueo catalítico fluidizado, para la hidrodesulfuración de las gasolinas provenientes de estas unidades, lo que representa un eficiente catalizador para la eliminación del azufre de las gasolinas, en la

preparación de los catalizadores utilizados en la hidrodesulfuración de las gasolinas, se han utilizado como soportes, los compuestos tipo hidrotalcitas de Mg-Al, Cu-Al y Zn-Al (Gonzalez Guerra, 2020).

1.4.2. Zeolitas

Las zeolitas tienen una estructura de aluminosilicatos. Se han estudiado varios tipos de zeolitas básicas para desarrollar reacciones catalizadas por bases involucradas en la producción de diferentes químicos (Wenlei, Xiaoming, & Li, 2007).

Las zeolitas se caracterizan por poseer una distribución de tamaño de poro uniforme, alta cristalinidad y superficie específica, propiedades que las hacen aptas para su utilización en procesos de intercambio catiónico, adsorción y catálisis (Pablo Benedictto, 2019).

Las zeolitas como catalizadores son muy útiles porque ofrecen un área superficial interna considerable, además son cristalinas y por tanto pueden prepararse con un alto grado de reproducibilidad. Sin embargo, su actividad catalítica en las reacciones de transesterificación es relativamente baja. Esto se debe principalmente a la limitación de la difusión de los reactivos voluminosos (triglicéridos) en la estructura microporosa de la zeolita (Castellar Ortega, Angulo Mercado, & Cardozo Arrieta, 2014).

1.4.3. Óxidos de metales alcalinotérreos

El óxido de magnesio (MgO) es un sólido de gran importancia técnica, usado ampliamente como material refractario. Su interés catalítico radica en el carácter básico de su superficie, lo que lo convierte en un catalizador y soporte catalítico eficaz. El MgO presenta una alta basicidad en virtud de la presencia en la superficie de iones O^{2-} por lo que fácilmente puede capturar protones. Sin embargo, exhibe una débil basicidad de Lewis debido a los iones Mg^{2+} . El MgO se obtiene principalmente por tratamiento térmico de carbonato o de hidróxido de magnesio y más recientemente, por el método sol-gel a partir de alcóxidos (Castellar Ortega, Angulo Mercado, & Cardozo Arrieta, 2014).

El óxido de calcio (CaO) es el catalizador sólido básico más ampliamente estudiado, ya que presenta varias ventajas, entre las que se encuentran una larga vida útil, alta actividad catalítica y sólo requiere de condiciones moderadas de reacción. Por otro lado, el CaO ha atraído mucho la atención por sus diversas fuentes naturales a partir de desechos, como las

cáscaras de huevo o conchas de moluscos; estos depósitos representan una fuente de carbonato de calcio (CaCO₃) que, al ser calcinados, producen óxido de calcio. Se ha utilizado calcita como fuente natural para producir CaO. Esta fuente es económica, muestra elevada basicidad y es amigable con el medio ambiente (Castellar Ortega, Angulo Mercado, & Cardozo Arrieta, 2014).

1.5. Aceites utilizados para la obtención de biodiésel

El biodiésel derivado de aceites vegetales de cultivos oleaginosos comestibles ha recibido severas críticas debido al incremento de precio que estos aceites han venido sufriendo en los últimos años (atribuido a la desviación de los aceites a la fabricación de biodiesel). Para el biodiésel de primera generación, el costo del aceite vegetal representa del 75% al 88% del costo de producción. Igualmente, se ha argumentado que aumentan las emisiones de GEI con la fabricación del biodiésel de aceites vegetales, ya que en algunos países los cultivos de oleaginosas han desplazado a los bosques (Sandoval, Biocombustibles avanzados en México, 2011). Para evitar estos problemas, se han propuesto materias primas para generar biodiésel avanzado a partir de aceites de cultivos no alimenticios, de desecho, de microorganismos, entre otros (Tabla 6).

Tabla 6 Materias primas propuestas para la generación de biodiésel avanzado

Materia prima	Descripción
Aceites de cultivos no alimenticios	Cultivados en tierras degradadas (como <i>Jatropha</i> , <i>Higuerilla</i> , <i>Camelina</i> , <i>Salicornia</i> , etc.) o regadas con agua marina (en el caso de la <i>Salicornia</i>). Aunque estos cultivos se han planteado como posibles alternativas a los cultivos oleaginosos tradicionales, hasta la fecha no se han obtenido los rendimientos de aceite esperados cuando las plantas crecen en tierras degradadas o con poca agua y existe todavía una preocupación por la gran extensión de tierra, agua y otros insumos que se requerirían para satisfacer las demandas previstas de biodiesel.
Aceites y grasas de	El costo de estas materias primas (provenientes de trampas de

desecho

grasas en restaurantes, de los sobrantes de frituras, etc.) va de un costo negativo (ya que quienes las generan deben pagar por disponer del residuo) hasta aproximadamente la mitad del costo de los aceites vegetales. Debido a lo degradada que se encuentra esta materia prima (exceso de acidez, humedad, etc.), la tecnología de producción del biodiésel de primera generación resulta inadecuada y los rendimientos disminuyen. Para evitar pérdidas y maximizar rendimientos cuando se usan aceites y grasas degradados, se han desarrollado o están en estudio otras tecnologías.

**Grasas de lodos de
tratamiento de aguas
residuales**

Además de la ventaja de utilizar un residuo altamente contaminante, un estudio reciente a nivel laboratorio mostró que de esta fuente de grasas se obtiene el biodiésel con el costo más competitivo hasta la fecha y muy cerca del costo objetivo para ser económicamente rentable.

**Aceites derivados de
algas**

Tienen las ventajas adicionales de consumir CO₂ como fuente de carbono y de poder usarse para limpiar aguas residuales. Sin embargo, hay muchos retos por superar antes de que el biodiésel generado a partir de algas resulte viable. La falta de conocimiento sobre la genética de las algas es uno de ellos, así como la resistencia de su pared celular, que complica la extracción del aceite. Igualmente, para su uso como combustible, es un problema la composición del aceite de algas, rico en ácidos grasos poli-insaturados que se pueden oxidar muy fácilmente (lo que comúnmente se conoce como “enranciamiento” del aceite).

**Aceites derivados de
otros
microorganismos**

Algunos microorganismos oleaginosos como bacterias y levaduras tienen buenos niveles de producción de aceite y pueden ser alimentados con residuos. Existe un amplio conocimiento sobre la genética y fisiología de la mayoría de ellos, por lo que se espera lograr a corto plazo un biodiésel competitivo en costos, mediante

manipulaciones genéticas y operativas.

Tomado de *Biocombustibles avanzados en México* por Sandoval, G., 2010, Red Mexicana de Bioenergía

1.6. Higuierilla (*Ricinus communis*)

La higuierilla (*Ricinus communis*) también conocida como ricino es un arbusto de la familia de las euforbiáceas (Tabla 7) que cumple las altas expectativas de la industria de los biocombustibles, ya que sus semillas presentan una alta concentración de aceites, del orden de hasta el 55%, una alta densidad, conservan su viscosidad a diferentes temperaturas, su congelamiento ocurre después de -10°C y tiene la capacidad de desarrollarse en ambientes áridos y semiáridos de zonas marginales. Además, esta especie no atenta contra la base alimentaria de los pueblos, como es el caso de otros cultivos oleaginosos como el maíz (Solera Steller, Moreira González, & Hernández López, 2014).

Tabla 7 Taxonomía de *Ricinus communis*

Dominio	Eucariota
Reino	Plantae
Filo	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Familia	Euphorbiaceae
Género	<i>Ricinus</i>
Especie	<i>Ricinus communis</i>

Tomado de *Ricinus communis L.*, por Fundación Charles Darwin

La higuierilla es una planta herbácea, anual o perenne dependiendo de las condiciones ambientales donde sea su hábitat, es una planta erecta que presenta diferentes características agronómicas y morfológicas de acuerdo a su procedencia (Figura 3), (Mazzani & Rodríguez, 2009).



Figura 3. Planta de higuierilla (*Ricinus communis*)

Es una planta exótica invasiva importante en México; en muchas regiones acompaña las carreteras y es dominante en terrenos abandonados. A la vez es una planta cultivada en algunas regiones por el aceite de sus semillas (Mondragón Pichardo, 2009).

1.6.1. Características de la planta

Fruto. El fruto es una cápsula trilocular que contiene una semilla por lóbulo de 1.50 a 2.50 cm de diámetro, generalmente verdes y rojos, tornándose café en la maduración o pérdida de humedad. Exteriormente está recubierto por espinas o púas no punzantes, cortas y gruesas que pueden ser indehiscentes o dehiscentes en relación con la variedad, temperatura y humedad del aire (Figura 4); la longitud de la cápsula varía de 0.50 a 1.54 cm (Vélez Meza, 2021).



Figura 4. Frutos inmaduros de la planta de higuera

Semilla. La semilla es oval, presenta colores blanco, gris, negro, rojo y castaño, de tamaño variable entre 0.50 a 1.50 cm de longitud; el tegumento es coriáceo, liso, rematado por una excrecencia llamada carúncula (Figura 5); es tóxica por la presencia de ricina y el contenido de aceite es de aproximadamente 45 %. Poseen pesos desde 7 hasta 123.90 g por cada 100 semillas, existiendo relación directamente proporcional entre el peso de semilla y tamaño de esta (Vélez Meza, 2021).



Figura 5. Semillas de higuera

Requerimientos agroecológicos. La higuera tiene un requerimiento anual de 700 a 1,200 mm de precipitación, altitud desde 0 a > 2,500 msnm, temperatura de 15 a > 35 °C. En cuanto al clima esta especie se caracteriza por su alta capacidad de adaptación principalmente en zonas tropicales húmedas, tropicales secas y templadas (Vélez Meza, 2021).

Cultivo. Dentro del manejo del cultivo, la preparación del suelo mediante arado, pase de rastra y surcado, brinda las características para que la semilla germine, favorece el crecimiento radicular y óptimo desarrollo de la planta. La siembra consiste en realizar el trazado y estaquillado a una distancia de 2 m entre plantas y 3 m entre hileras, la semilla se deberá colocar entre 2.50 a 5.00 cm de profundidad (Vélez Meza, 2021).

1.6.2. Aceite de higuera (*Ricinus communis*)

El aceite de higuera o ricino es de color amarillo, es inoloro y no volátil que, a diferencia de otros aceites vegetales, se caracteriza por su indigestibilidad, solubilidad en metanol y ésteres metílicos. El principal componente del aceite de ricino es el ácido ricinoléico, que constituye entre el 86% y el 92% de ácidos grasos que se encuentran en este (Torrentes Espinoza, Miranda, Vega Baudrit, & Mata Segreda, 2017).

La versatilidad del aceite de ricino es evidente cuando se observa la amplia gama de aplicaciones en la industria. Además de la capacidad de sintetizar biodiésel, este aceite se utiliza en la fabricación de cosméticos y artículos de cuidado personal (Torrentes Espinoza, Miranda, Vega Baudrit, & Mata Segreda, 2017).

1.6.3. Propiedades químicas del aceite de higuera

Las estructura y características químicas quedan determinadas por los ácidos grasos que lo constituyen, es decir, los ácidos grasos constituyen el 87% del peso total, constituyen la base para elaborar productos de conversión o modificar materiales sintéticos que están ampliamente difundidos. El punto de solidificación de los ácidos grasos presentes en el aceite de ricino es más bajo (~3°C) que el de otros aceites con grado de insaturación equivalente (Atamari Peña & Anco Apaza, 2015).

1.6.4. Propiedades físicas del aceite de higuera

Las principales propiedades físicas del aceite de higuera (Tabla 8) son que es incoloro, amarillo pálido, transparente, viscoso, inflamable, de olor débil, sabor suave. Este aceite es sustancialmente polar y se distingue de otros aceites con una buena solubilidad con el etanol en todas proporciones debido a su alto índice de acetilo o de hidroxilo, baja miscibilidad con hidrocarburos alifáticos, también tiene excelentes propiedades conservantes, no se vuelve rancio a menos que se caliente excesivamente. La viscosidad y densidad extraordinariamente alta del aceite de higuera se atribuye a la presencia de este grupo hidroxilo (Atamari Peña & Anco Apaza, 2015).

Tabla 8 Propiedades fisicoquímicas del aceite de higuera

Peso molecular (g/mol)	Punto de fusión (°C)	Punto de ebullición (°C)	Punto de inflamación (°C)	Densidad g/cm³ (25°C)	Temperatura de ignición (°C)
895.39	-12	313	229	0.955-0.968	449

Tomado de *Optención del poliéster de ricino a partir del aceite de ricino y ácido ricinoleico, determinando su rendimiento óptimo para su aplicación en el champú de aloe vera* por Atamari, G. & Anco, M., 2015, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa.

1.6.5. Importancia

La higuera (*Ricinus communis*) es una alternativa de elevado interés ambiental, económico y social en la elaboración de biocombustibles y otros subproductos; es una planta xerófila y heliófila, por su capacidad de adaptación en ambientes áridos y amante del sol, es rentable y generadora de empleo en el sector agrícola. Entre otras de sus ventajas destaca su capacidad para sobrevivir en sitios altamente contaminados por ser una planta tolerante a los metales, así como su capacidad de acumulación de estos; por lo que presenta beneficios para la fitorremediación (Vélez Meza, 2021).

1.7. Planteamiento del problema

Es un hecho que los combustibles fósiles se agotarán algún día, por ello, es indispensable buscar otras alternativas que no solo cubran las necesidades energéticas eléctricas, si no también, el abastecimiento de carburantes para el sector transporte.

La producción de biodiésel a partir de aceites vegetales ha sido un tema de interés para investigadores de muchos países, pues es un recurso biomásico prometedor que cumple con las propiedades de los combustibles convencionales, pero con menos problemas de contaminación ambiental y con características que los hacen más viables.

En este trabajo experimental de tesis se plantea generar biodiésel utilizando como materia prima el aceite de semillas de higuera para que reaccione con metanol en presencia de catalizadores tipo hidrotalcita y evaluar su eficiencia como biocombustible.

1.7.1. Objetivo general

Obtener biodiésel a partir de la transesterificación heterogénea básica del aceite de higuera (*Ricinus communis*) utilizando tres distintos catalizadores tipo hidrotalcita.

1.7.2. Objetivos específicos

- Sintetizar los catalizadores tipo hidrotalcita Ca-Al, Ca-Al-Mg al 20% y al 10% de Mg, mediante el método de co-precipitación y tratamiento con microondas.
- Caracterizar los catalizadores obtenidos mediante las técnicas de difracción de rayos X (DRX), espectroscopia de infrarrojo (FTIR) y fisisorción de N₂.
- Obtener biodiésel a partir de aceite de higuera utilizando los catalizadores tipo hidrotalcita obtenidos.
- Calcular la conversión de triglicéridos a metil ésteres a través de las técnicas de FTIR y Resonancia Magnética Nuclear (RMN).
- Seleccionar el catalizador y las condiciones experimentales que permitan la mayor eficiencia en la obtención de biodiésel.

CAPÍTULO II. METODOLOGÍA

2.1. Materia prima

El aceite de higuera empleado en la reacción de transesterificación para la obtención de biodiésel fue donado por la empresa RICINOMEX S. de R.L. de C.V. ubicada en el estado de Oaxaca.

La cantidad de producto proporcionado fue 1 L y cumple con los parámetros establecidos (Tabla 9).

Tabla 9 Características del aceite de higuera de RICINOMEX

Apariencia	Índice de hidroxilo	Número de ácido	AGL	Humedad	Densidad a 25°C	Solubilidad en alcohol
Líquido claro	162 mg KOH/gm	6 mg KOH/g	1%	0.1%	0.960 g/cm ³	Completa sin turbidez

2.2. Síntesis de las hidrotalcitas

Se sintetizaron tres series de hidrotalcitas Ca-Al por el método de coprecipitación con tratamiento de microondas, donde se incorporó el catión Mg en un 10 y 20%. Para realizar los cálculos se determinaron los pesos moleculares de los compuestos que se utilizarán, como se muestra en la Tabla 10.

Reacción química:

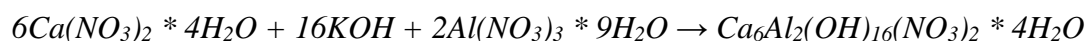


Tabla 10 Peso molecular de los compuestos que se utilizarán para la síntesis de las hidrotalcitas

Elemento	Peso molecular	Sal/Compuesto	Peso molecular
Ca	40.078g/mol	Ca(NO ₃) ₂	236.14g/mol
Al	26.9815g/mol	Al(NO ₃) ₃	375.13g/mol

<i>Mg</i>	24.305g/mol	<i>Mg(NO₃)₂</i>	256.4065g/mol
		<i>KOH</i>	56.10g/mol

Cálculo para la obtención de los moles de CTH:

Se tienen 15 g de catalizador tipo hidrotalcita

$$\frac{15g}{762.428g/mol} = 0.01967 \text{ mol de CTH} \quad (\text{Ec. 1})$$

2.2.1. Reacción A: Hidrotalcita Ca-Al

- Nitrato de calcio, *Ca(NO₃)₂*

$$0.01967 \text{ mol de CTH} \times \frac{6 \text{ mol } Ca(NO_3)_2 * 4H_2O}{1 \text{ mol de CTH}} = 0.11802 \text{ mol} \quad (\text{Ec. 2})$$

$$0.11802 \text{ mol } Ca(NO_3)_2 * 4H_2O \times 236.14g/mol = 27.8692g \quad (\text{Ec. 3})$$

- Nitrato de aluminio, *Al(NO₃)₃*

$$0.01967 \text{ mol de CTH} \times \frac{2 \text{ mol } Al(NO_3)_3 * 9H_2O}{1 \text{ mol de CTH}} = 0.03934 \text{ mol} \quad (\text{Ec. 4})$$

$$0.03934 \text{ mol } Al(NO_3)_3 * 9H_2O \times 375.13g/mol = 14.7576g \quad (\text{Ec. 5})$$

- Hidróxido de potasio, *KOH*

$$0.01967 \text{ mol de CTH} \times \frac{16 \text{ mol } KOH}{1 \text{ mol de CTH}} = 0.3147 \text{ mol } KOH \quad (\text{Ec. 6})$$

$$0.3147 \text{ mol } KOH \times 56.10g/mol = 17.6557g \quad (\text{Ec. 7})$$

Se aumenta 30%

$$17.6557g \text{ KOH} \times 1.3 = 22.95g \quad (\text{Ec. 8})$$

- Volumen (L) de solución de KOH 1 M

$$M = \frac{g}{PM * V(L)}$$

$$V = \frac{g}{PM * M} \Rightarrow \frac{22.96g}{(56.10g/mol)(1M)} = 0.4092L \quad (\text{Ec. 9})$$

2.2.2. Reacción B: Hidrotalcita Ca-Al-Mg al 20%

- Gramos de *Ca*

$$0.01967 \text{ mol de } CTH \times \frac{6 \text{ mol } Ca(NO_3)_2 * 4H_2O}{1 \text{ mol de } CTH} = 0.11802 \text{ mol} \quad (\text{Ec. 10})$$

$$0.11802 \text{ mol } Ca(NO_3)_2 * 4H_2O \times 40.078 \text{ g/mol} = 4.7300g \quad (\text{Ec. 11})$$

- Nitrato de magnesio, $Mg(NO_3)_2$

Se utilizará el 20% de los gramos de Ca calculados para obtener los gramos de $Mg(NO_3)_2$.

$$4.7300g \text{ } Ca(NO_3)_2 \times 0.2 = 0.9460g \quad (\text{Ec. 12})$$

$$\frac{0.9460 \text{ g}}{24.3g/mol} = 0.0389 \text{ mol} \quad (\text{Ec. 13})$$

$$0.0389 \text{ mol} \times 256.4065 \frac{g}{mol} \text{ de } Mg = 9.9829g \quad (\text{Ec. 14})$$

- Nitrato de calcio $Ca(NO_3)_2$

$$27.8692 \text{ g de nitrato de } Ca - 9.9829 \text{ g} = 17.8863 \text{ g de nitrato de } Ca \quad (\text{Ec. 15})$$

2.2.3. Reacción C: Ca-Al-Mg al 10%

- Nitrato de magnesio, $Mg(NO_3)_2$

Se utilizará el 10% de los gramos de Ca calculados anteriormente para obtener los gramos de $Mg(NO_3)_2$.

$$4.7300g \text{ Ca(NO}_3)_2 \times 0.1 = 0.4730g \quad (\text{Ec. 16})$$

$$\frac{0.4730g}{24.3g/mol} = 0.0194 \text{ mol} \quad (\text{Ec. 17})$$

$$0.0194mol \times 256.4065 \frac{g}{mol} \text{ de Mg} = 4.9742g \quad (\text{Ec. 18})$$

- Nitrato de calcio $\text{Ca(NO}_3)_2$

$$27.8692 \text{ g de nitrato de Ca} - 4.9742 = 22.895 \text{ g de nitrato de Ca} \quad (\text{Ec. 19})$$

2.2.4. Hidrotalcita A

Antes de preparar la hidrotalcita, se comienza montando el equipo, el cual incluye el soporte, dos pinzas mariposas que sostendrán las buretas, termoagitador magnético, vaso precipitado de 1 L, potenciómetro que servirá para medir el pH y mantenerlo en 12 y la barra de agitación magnética.

Para esta hidrotalcita se utilizará KOH, $\text{Ca(NO}_3)_2$ y $\text{Al(NO}_3)_3$. Primero, pesan los reactivos en la balanza analítica, la cantidad a utilizar será el peso teórico (g) que se calculó previamente (Tabla 11).

Tabla 11 Peso teórico y peso real de los reactivos utilizados para la hidrotalcita A

Reactivo	Peso teórico (g)	Peso real (g)
KOH	22.95 g	22.9781 g
$\text{Ca(NO}_3)_2$	27.8692 g	27.8823 g
$\text{Al(NO}_3)_3$	14.7576 g	14.7538 g

Una vez obtenidas las cantidades, se utilizan los vasos precipitados de 600 mL para disolver con ayuda del agitador el KOH en 409.2 mL de agua destilada y las dos sales disueltas juntas en 300 mL de agua destilada. Ya que los reactivos estén disueltos, con ayuda de los vasos precipitados de 100 mL se colocan las disoluciones, cada una en una bureta (es importante identificar la que contendrá la disolución ácida y la disolución básica).

Antes de abrir las buretas para que las disoluciones se precipiten en el vaso de 1 L y se mezclen, se vierte un poco de agua destilada y se enciende el termoagitador magnético para que la barra magnética comience a girar. Posteriormente, se abren un poco las buretas para que caigan gotas de ambas disoluciones en el vaso precipitado (Figura 6), siempre midiendo el pH y manteniéndolo en 12.



Figura 6. Buretas goteando

Así se continúa hasta que se termine la disolución de las sales (Figura 7). Después, se apaga el termoagitador magnético, se saca la barra magnética y con un termómetro se mide la temperatura de la solución obtenida.

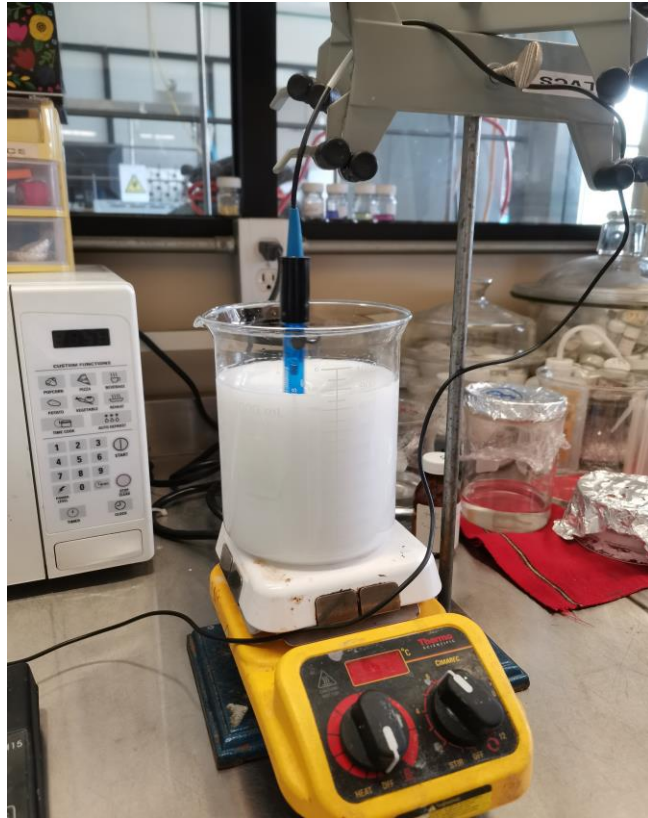


Figura 7. Mezcla de ambas disoluciones que formarán la hidrotalcita

Por último, se le da tratamiento en microondas a la solución durante un minuto a una potencia de 80 W (Figura 8) y se mide su temperatura al terminar el minuto. Este paso se repite 10 veces (Tabla 12).

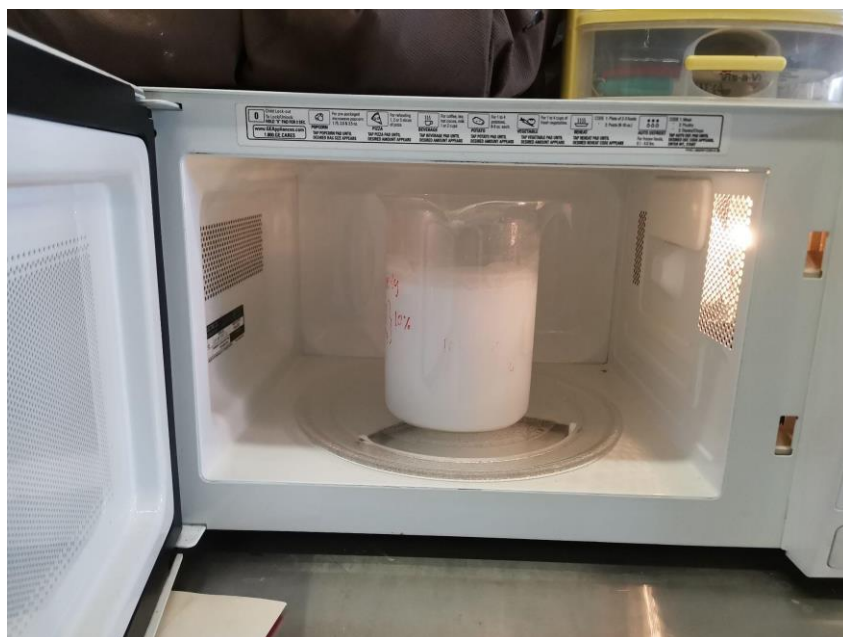


Figura 8. Tratamiento de la hidrotalcita en microondas a una potencia de 80 W

Tabla 12 Temperatura de la hidrotalcita A tomada después de calentarla durante un minuto en microondas 10 veces.

Fecha de preparación	pH	Tratamiento	Potencia
16/08/22	12	Microondas	80

Tiempo (minutos)	Temperatura (°C)
0	25
1	31
2	36
3	41
4	50
5	54.5
6	60
7	64.5
8	69
9	74
10	78

La hidrotalcita se deja reposar durante uno o dos días, transcurrido este tiempo, ya se puede comenzar a realizar el primer lavado para que su pH disminuya. Para ello, se toma la lectura del pH con ayuda del potenciómetro; luego, se desecha el agua con mucho cuidado de no tirar la hidrotalcita para que, después, se le pueda agregar agua destilada caliente a 80°C y se pone en el termoagitador magnético durante 10 minutos, al finalizar este tiempo, se guarda la hidrotalcita y se deja reposar nuevamente durante 1 o 2 días y se le vuelve realizar lavado. Se repite este procedimiento hasta alcanzar cuatro o cinco lavados (Tabla 13).

Tabla 13 pH de la hidrotalcita A tomado durante 5 lavados

No. de lavado	pH
0	12.05
1	11.58
2	11.63
3	11.47
4	11.49
5	11.87

2.2.5. Hidrotalcita B

En esta hidrotalcita se utilizará KOH, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ y $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ al 20%

El procedimiento para realizar esta síntesis es el mismo que el de la hidrotalcita A, solo que en este caso se utiliza el nitrato de magnesio al 20% (Tabla 14).

Tabla 14 Peso teórico y peso real de los reactivos utilizados para la hidrotalcita B

Reactivo	Peso teórico (g)	Peso real (g)
KOH	22.95 g	22.9688 g
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	17.8863 g	17.8842 g
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	14.76 g	14.7667 g
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	9.9829 g	9.9834 g

Al igual que la hidrotalcita A, se calentó en microondas en 10 tiempos de un minuto cada uno y se tomaron las temperaturas al finalizar (Tabla 15).

Tabla 15 Temperatura de la hidrotalcita B tomada después de calentarla durante 1 min. en microondas 10 veces.

Fecha de preparación	pH	Tratamiento	Potencia
17/08/22	12	Microondas	80

Tiempo (minutos)	Temperatura (°C)
0	25
1	34
2	40
3	47
4	53
5	59
6	64
7	70
8	74
9	79
10	83

También, se le realizó 5 lavados y se tomó la lectura del pH durante cada uno (Tabla 16).

Tabla 16 pH de la hidrotalcita B tomado durante 5 lavados

No. de lavado	pH
0	11.81

1	11.79
2	11.61
3	11.57
4	11.51
5	11.15

2.2.6. Hidrotalcita C

Para esta hidrotalcita se utilizará KOH, Ca(NO₃)₂, Al(NO₃)₃ y Mg(NO₃)₂ al 10%.

El procedimiento para realizar esta síntesis es el mismo que el de las hidrotalcitas anteriores, utilizando nuevamente el nitrato de magnesio, pero esta vez al 10% (Tabla 17).

Tabla 17 Peso teórico y peso real de los reactivos utilizados para la hidrotalcita C

Reactivo	Peso teórico (g)	Peso real (g)
KOH	22.95 g	22.95 g
Ca(NO ₃) ₂	22.895 g	22.8729 g
Al(NO ₃) ₃	14.76 g	14.7619 g
Mg(NO ₃) ₂	4.9742 g	4.9852 g

Se continua con la toma de temperatura después de calentar por 1 minuto en microondas 10 veces (Tabla 18).

Tabla 18 Temperatura de la hidrotalcita C tomada después de calentarla durante 1 min. en microondas 10 veces.

Fecha de preparación	pH	Tratamiento	Potencia
18/08/22	12	Microondas	80

Tiempo (minutos)	Temperatura (°C)
0	25.5
1	33
2	39
3	46
4	51
5	57
6	62
7	67
8	71
9	75
10	78

A esta hidrotalcita se le realizó 4 lavados con agua destilada calentada a 80°C y se registró el pH de cada uno (Tabla 19).

Tabla 19 pH de la hidrotalcita C tomado durante 4 lavados

No. de lavado	pH
0	10.83
1	11.10
2	11.58
3	11.47
4	11.71

2.2.7. Secado y calcinado

El secado de las hidrotalcitas consiste en desechar el agua que contienen con mucho cuidado de no derramarlas; después, se llevan al horno de secado y se dejan allí durante 48 horas a una temperatura de 120°C. Cuando este tiempo haya pasado, se dejan enfriar y se sacan del horno para poder comenzar a molerlas en un mortero de ágata hasta que quede un polvo fino; se toma la lectura del peso en polvo que se obtuvo de las tres hidrotalcitas y a continuación se colocan en pequeñas celdas de cuarzos para calcinarlas (Figura 9).



Figura 9. Cuarzo en el que se calcinará la hidrotalcita

En el calcinado, las hidrotalcitas se dejan durante 4 horas a 900°C en el horno para tubo Prendo, modelo HT2-1100 (Figura 10). Una vez fuera (Figura 11), se vuelve a tomar su peso y se registra la cantidad de pérdidas que se tuvo (Tabla 20). Se etiquetan y se guardan las hidrotalcitas, pues ya están listas para ser utilizadas como catalizadores en la reacción de transesterificación para la generación de biodiésel con aceite de higuera.

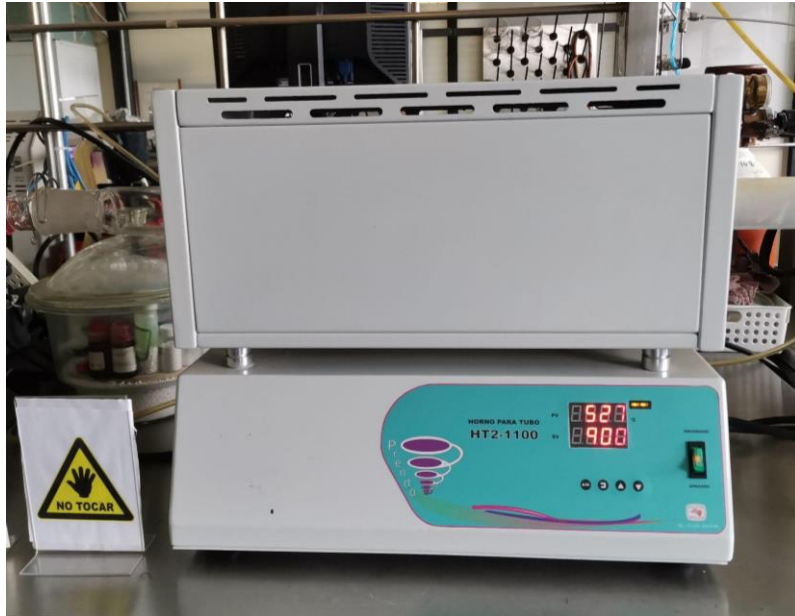


Figura 10. Horno para tubo Prendo, modelo HT2-1100 programado a 900°C

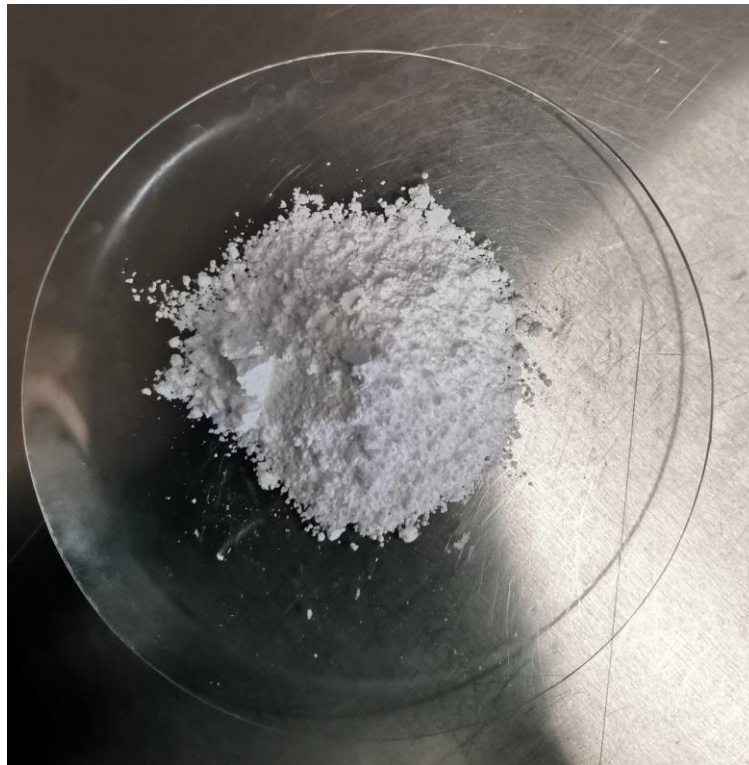


Figura 11. Hidrotalcita seca y calcinada

Tabla 20 Pesos (g) de las hidrotalcitas antes y después de calcinarlas

Tipo de hidrotalcita	Peso de hidrotalcita sin	Peso de hidrotalcita
----------------------	--------------------------	----------------------

	calcinar	calcinada
A	5.5840 g	2.287 g
B	11.1804 g	6.1659 g
C	10.4021 g	7.5616 g

2.3. Caracterización de los catalizadores tipo hidrotalcita

Los CTH y los óxidos mixtos obtenidos de su calcinación se caracterizaron fisicoquímicamente mediante DRX y fisisorción de N₂. Las técnicas se describen a continuación.

2.3.1. Difracción de Rayos X

Los rayos X tienen longitudes de onda comparables al tamaño atómico y, por lo tanto, las intensidades de la técnica de difracción de rayos X (DRX) o los patrones de difracción se utilizan para obtener información sobre las estructuras atómicas. La DRX se utiliza para examinar y caracterizar la posición de los átomos, su disposición en cada celda unitaria y el espacio entre los planos atómicos. DRX es una técnica de prueba no destructiva, que se puede emplear para examinar una amplia variedad de materiales, incluidos minerales, polímeros, plásticos, metales, semiconductores, cerámicas y células solares. Esta técnica también se usa ampliamente en la generación de energía, aeroespacial, microelectrónica y otras industrias (Ali, Chiang, & Santos, 2022).

Para la identificación de las fases cristalinas presentes en los catalizadores se realizaron análisis de difracción de rayos X empleando un difractómetro EMPYREAN equipado con filtro de Ni, tubo de cobre de foco fino y detector PIXcel3D.

Las muestras se trituraron y posteriormente se homogeneizaron mediante un mortero de ágata y se tamizaron a malla 200 (<45micras). Se midieron utilizando un portamuestras de aluminio (fracciones no orientadas). La medición se realizó en el intervalo angular 2θ de 4° a 80° en escaneo por pasos con un “step scan” de 0.003° (2 theta) y un tiempo de integración de 40s por paso.

La cuantificación se realizó utilizando el método de Rietveld implementado en el software HIGHScore v4.5 y las bases de datos del ICDD (International Center for Diffraction DATA) y ICSD (Inorganic Crystal Structure Database).

2.3.2. Fisisorción de N₂

El objetivo general de esta técnica es medir la cantidad de gas que se adsorbe en la superficie en función de la presión de este. Al final se obtienen una serie de datos emparejados, la cantidad adsorbida frente a la presión, de la que se extraen los parámetros físicos. Estos parámetros casi siempre incluyen un número que se cree es el área superficial y una cantidad relacionada de alguna manera con la intensidad de las fuerzas manteniendo el adsorbato en el adsorbente. Otros parámetros identificados son la porosidad en términos de tamaño y volumen de poro (Measuring the physisorption isotherm, 2020).

El área superficial de un catalizador se obtiene por medio de medidas de adsorción física (fisisorción) mediante el método BET, desarrollado por Brunauer, Emmet y Teller, basado en medidas sucesivas de volúmenes de un gas no polar, generalmente nitrógeno o gases nobles, adsorbidos sobre la superficie interna de los poros del sólido a la vez que se mide la presión de las moléculas que se adsorben, hasta lograr la saturación de la superficie (Martínez Carreón , 2012).

Las isothermas de adsorción son la relación entre la cantidad adsorbida por unidad de masa de sólido y la presión de equilibrio (o presión relativa), a una temperatura conocida. La isoterma de adsorción experimental generalmente se presenta en forma de grafica (Rouquerol, Rouquerol, Sing, Llewellyn, & Maurin, 2014).

Las isothermas de adsorción experimentales tienen varias formas características. Estas formas son importantes ya que proporcionan información preliminar útil sobre la estructura de los poros del adsorbente, incluso antes de que se hayan llevado a cabo cálculos precisos. La mayoría de las isothermas de vapor se pueden dividir en nueve grupos en una clasificación amplia de la IUPAC. A veces se encuentran otras formas y generalmente se pueden explicar como una combinación de dos (o más) de las nueve formas propuestas y se dice que tal isoterma es compuesta (Rouquerol, Rouquerol, Sing, Llewellyn, & Maurin, 2014).

Para mostrar el comportamiento, el área superficial, el volumen y diámetro poro de las muestras de hidrotalcitas se realizaron isotermas de adsorción-desorción de N₂ en un equipo Belsorp-mini de BEL Japan a 77 K (Figura 12) utilizando una técnica multipunto. Previamente las muestras se desgasificaron durante toda la noche a una temperatura de 80°C en flujo de N₂ para limpiar su superficie.



Figura 12. Equipo de fisiorción Belsorp-mini de BEL Japan a 77 K

2.4. Transesterificación para la obtención de biodiésel

Para realizar la reacción de transesterificación para la obtención de biodiésel con aceite de higuerilla utilizando los tres catalizadores tipo hidrotalcita (Tabla 21), se llevaron a cabo 12 experimentos, cada uno bajo condiciones distintas de tiempo y porcentajes de catalizador (Tabla 22), pero manteniendo en todos la misma cantidad de aceite (10 g) y 5.39 mL metanol (cantidad calculada con respecto al peso molecular del aceite empleado).

$$\text{Densidad del metanol} = 0.791 \text{ g/mL}$$

$$\frac{4.266 \text{ g}}{0.791 \text{ g/mL}} = 5.39 \text{ mL} \quad (\text{Ec. 20})$$

Tabla 21 Niveles de porcentaje de catalizador utilizados en la transesterificación

Variables		Niveles	
		Bajo	Alto
Catalizador A	Ca-Al	4%	6%
Catalizador B	Ca-Al-Mg al 20%	4%	6%
Catalizador C	Ca-Al-Mg al 10%	4%	6%

Nota. Los porcentajes de catalizador se obtuvieron con respecto a la cantidad de aceite empleado (10 g).

Tabla 22 Condiciones bajo las que se realizaron los 12 experimentos de biodiésel

Tiempo	Catalizador A		Catalizador B		Catalizador C	
	4% cat.	6% cat.	4% cat.	6% cat.	4% cat.	6% cat.
4 hrs	1	2	3	4	5	6
8 hrs	7	8	9	10	11	12

En el esquema de la Figura 13 se muestra un resumen del proceso que se llevó a cabo para la obtención del biodiésel de aceite de higuera. Cabe señalar que durante la transesterificación no se obtuvo residuos (glicerina), por lo que, después de la reacción se pudo efectuar el paso de filtrado para separar al biodiésel del catalizador.

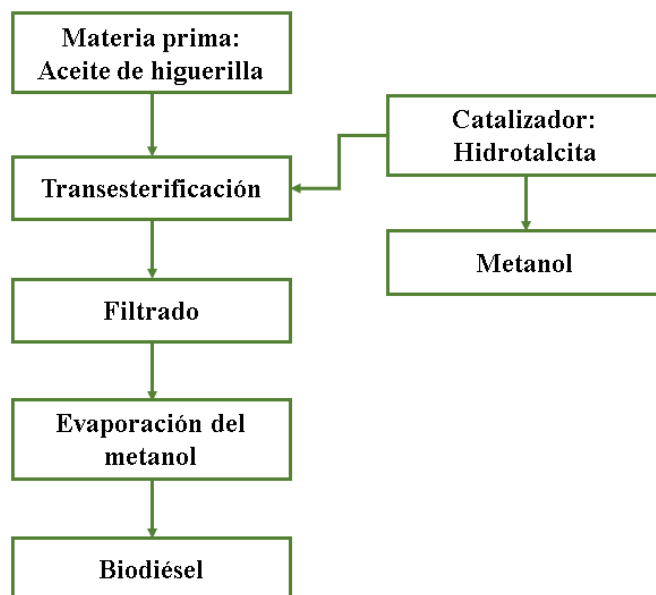


Figura 13. Esquema que muestra el proceso llevado a cabo para la obtención de biodiésel de aceite de higuierilla empleando CTH

Las reacciones de los experimentos del 1 al 6 se montan durante 4 horas a una temperatura de 150°C; mientras que los experimentos del 7 al 12 se montan durante 8 horas a la misma temperatura (150°C) (Figura 14), todos con sus respectivas cantidades de aceite, CTH y metanol (Tabla 23).

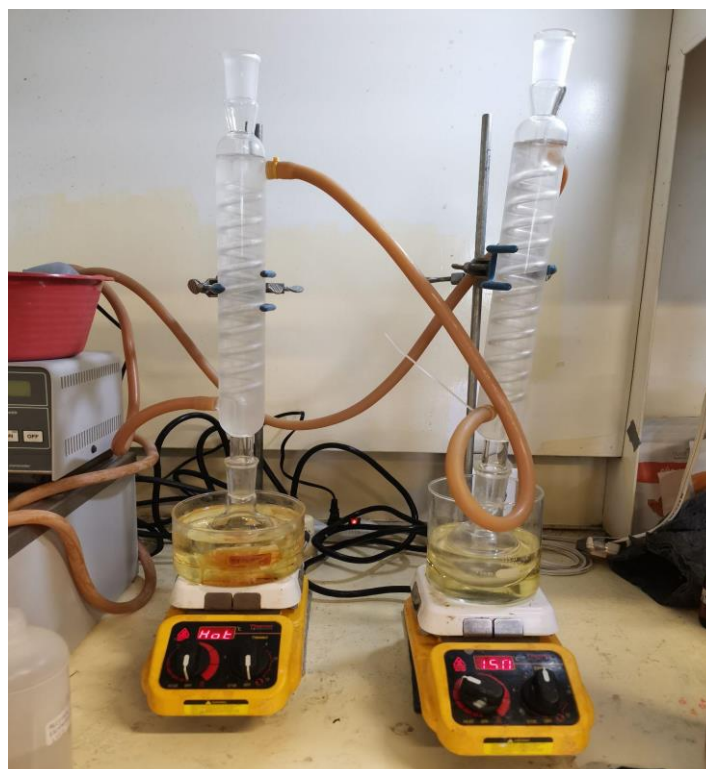


Figura 14. Doble reacción montada a reflujo a 150°C

Tabla 23 Cantidad de aceite, catalizador y metanol utilizados en cada experimento

No. experimento	W aceite de higuera (g)	W catalizador (g)	Volumen de metanol (mL)
1	10.0769 g	0.4256 g	5.39 mL
2	10.0635 g	0.6185 g	5.39 mL
3	10.0657 g	0.4036 g	5.39 mL
4	10.0496 g	0.6005 g	5.40 mL
5	10.0117 g	0.4102 g	5.39 mL
6	10.0058 g	0.6005 g	5.39 mL
7	10.1085 g	0.3954 g	5.39 mL
8	10.0351 g	0.6100 g	5.40 mL

9	10.0384 g	0.4045 g	5.39 mL
10	10.0678 g	0.6017 g	5.40 mL
11	10.0397 g	0.4015 g	5.39 mL
12	10.0933 g	0.6031 g	5.39 mL

Seguidamente, se dejan enfriar las muestras y se filtran a través de algodón, se dejan reposar por aproximadamente 2 días o hasta que se logre distinguir que el catalizador ha quedado abajo (Figura 15).



Figura 15. Muestras de biodiésel aún con catalizador

Después de realizar 2 o 3 filtrados con algodón, las muestras se colocan en una centrifugadora (Figura 16) para asegurar que no quede nada de catalizador en el biodiésel.



Figura 16. Centrifugadora Fisher Scientific

Cuando los experimentos de biodiésel están totalmente limpios, es decir, ya no tengan residuos de catalizador, lo siguiente es evaporar el alcohol. Para ello, se calientan las muestras en un termoagitador a una temperatura de 65°C durante 2 horas. Al finalizar, el biodiésel debe tener una apariencia clara (Figura 17).

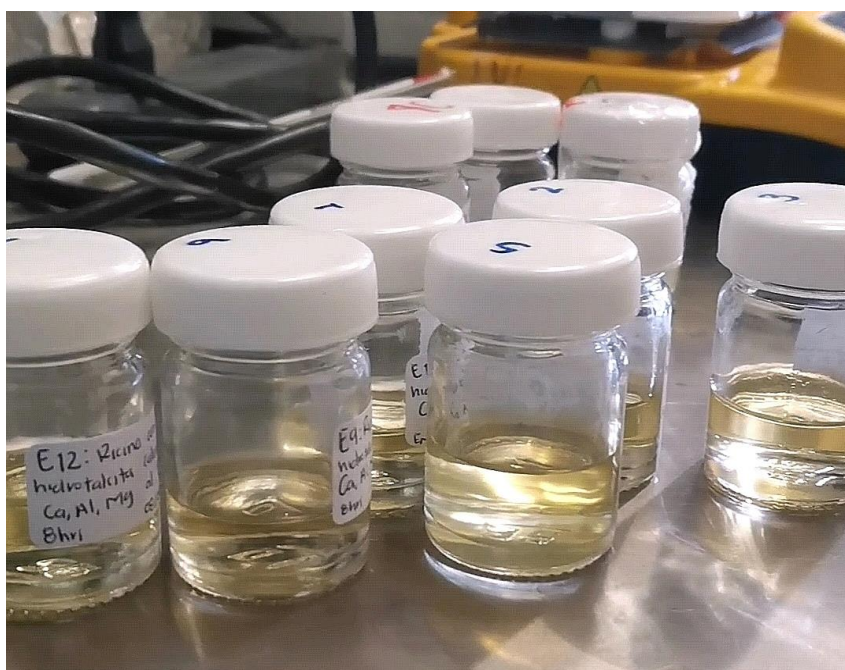


Figura 17. Biodiésel limpio

2.5. Técnicas de análisis de los productos de la reacción de transesterificación

En este apartado se describen las técnicas de análisis utilizadas para determinar algunas de las características de las muestras de biodiésel obtenidas.

2.5.1. Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR)

La Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) es una técnica espectroscópica muy poderosa y útil para medir los cambios y la composición en la atmósfera ya que se pueden medir muchos gases simultáneamente, así como para identificar y cuantificar sustancias que absorban en el rango espectral del infrarrojo. Sin embargo, el requisito para poder observar una molécula por infrarrojo es que debe presentar un momento dipolar diferente de cero, así el N₂, O₂ y Ar son inactivos en el infrarrojo. En la región del infrarrojo medio (MIR) que abarca de 700 a 3500 cm⁻¹, las moléculas como el H₂O, CO₂, O₃, CH₄, SO₂, NO₂, NH₃, HCl, HCHO, C₂H₆, compuestos orgánicos volátiles entre otros pueden ser medidos con esta técnica (Herrera Gutiérrez, 2016).

Se analizaron los catalizadores tipo hidrotalcita, con el espectrómetro FT-IR Perkin Elmer modelo Spectrum 400.

2.5.2. Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

La RMN es una técnica espectroscópica que estudia la interacción entre la materia y la radiación electromagnética basándose en las propiedades magnéticas intrínsecas de los núcleos atómicos (García Álvarez, 2019).

La RMN de alta resolución es una de las herramientas más potentes con la que se cuenta para la determinación de estructuras moleculares en disolución, ya sea de moléculas orgánicas, organometálicas o biológicas (líquidas o sólidas) (Del Villar Morales & López Balbiaux, 2022).

Esta técnica espectroscópica presenta un amplio intervalo de aplicaciones industriales y de investigación, que van desde la identificación de productos desconocidos al seguimiento de los procesos de control de calidad, y en la asignación/confirmación de productos finales. Se puede emplear con fines cuantitativos y permite abordar el estudio de procesos dinámicos. Una

de las principales ventajas es su carácter no destructivo, por lo que la muestra puede recuperarse si se desea (Del Villar Morales & López Balbiaux, 2022).

Para calcular la conversión de triglicéridos a metil ésteres alcanzada bajo las diferentes condiciones de reacción, las muestras seleccionadas se analizaron mediante espectroscopia de RMN utilizando un espectrómetro Bruker de 400 MHz.

CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización de las hidrotalcitas

A continuación, se presentan los resultados de la caracterización de los CTH sintetizados.

3.1.1. Difracción de Rayos X

Para la identificación de las fases cristalinas presentes en los catalizadores sin calcinar (Figura 18) y calcinados (Figura 19), las muestras se analizaron por DRX.

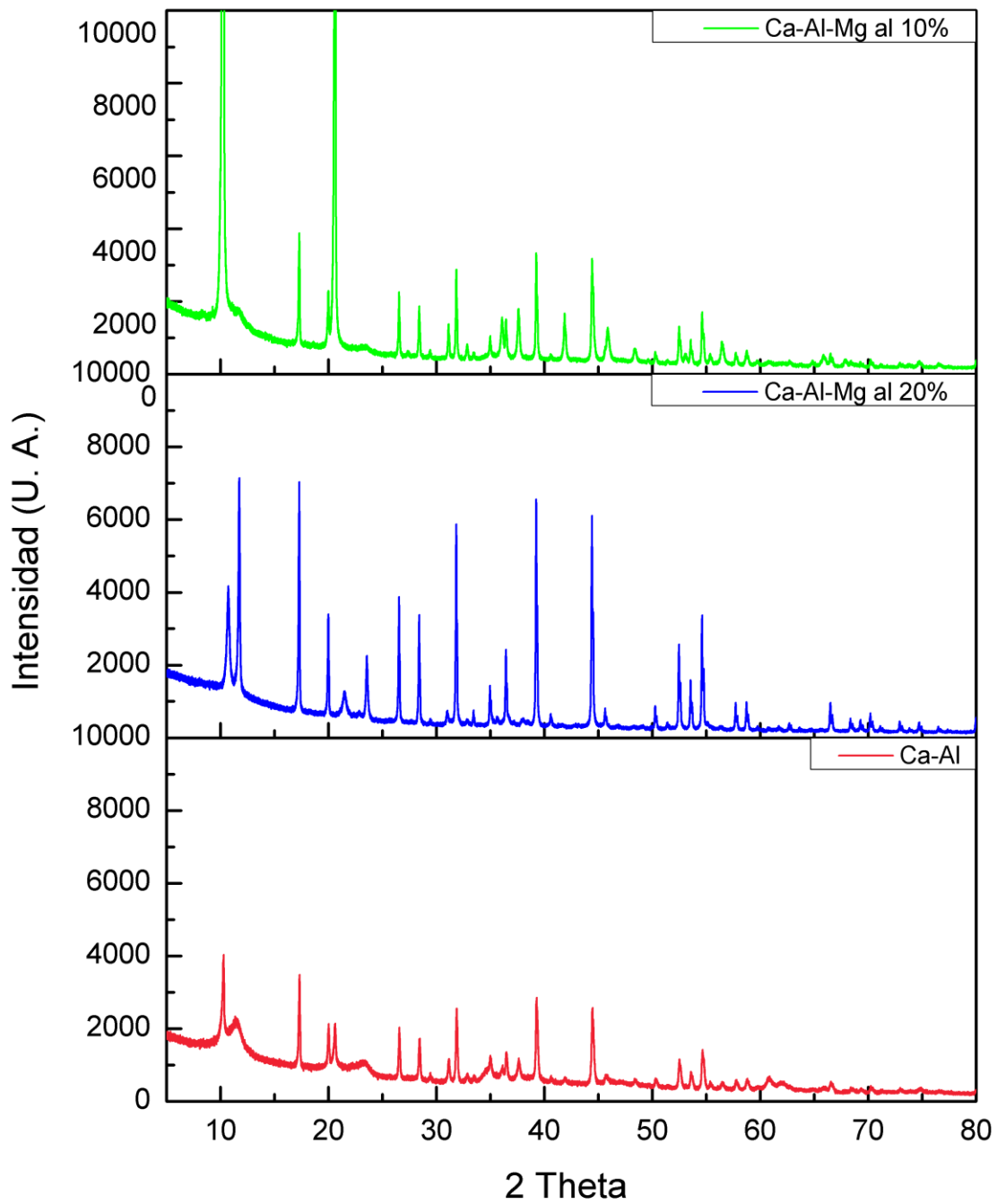


Figura 18. DRX de hidrotalcitas sin calcinar

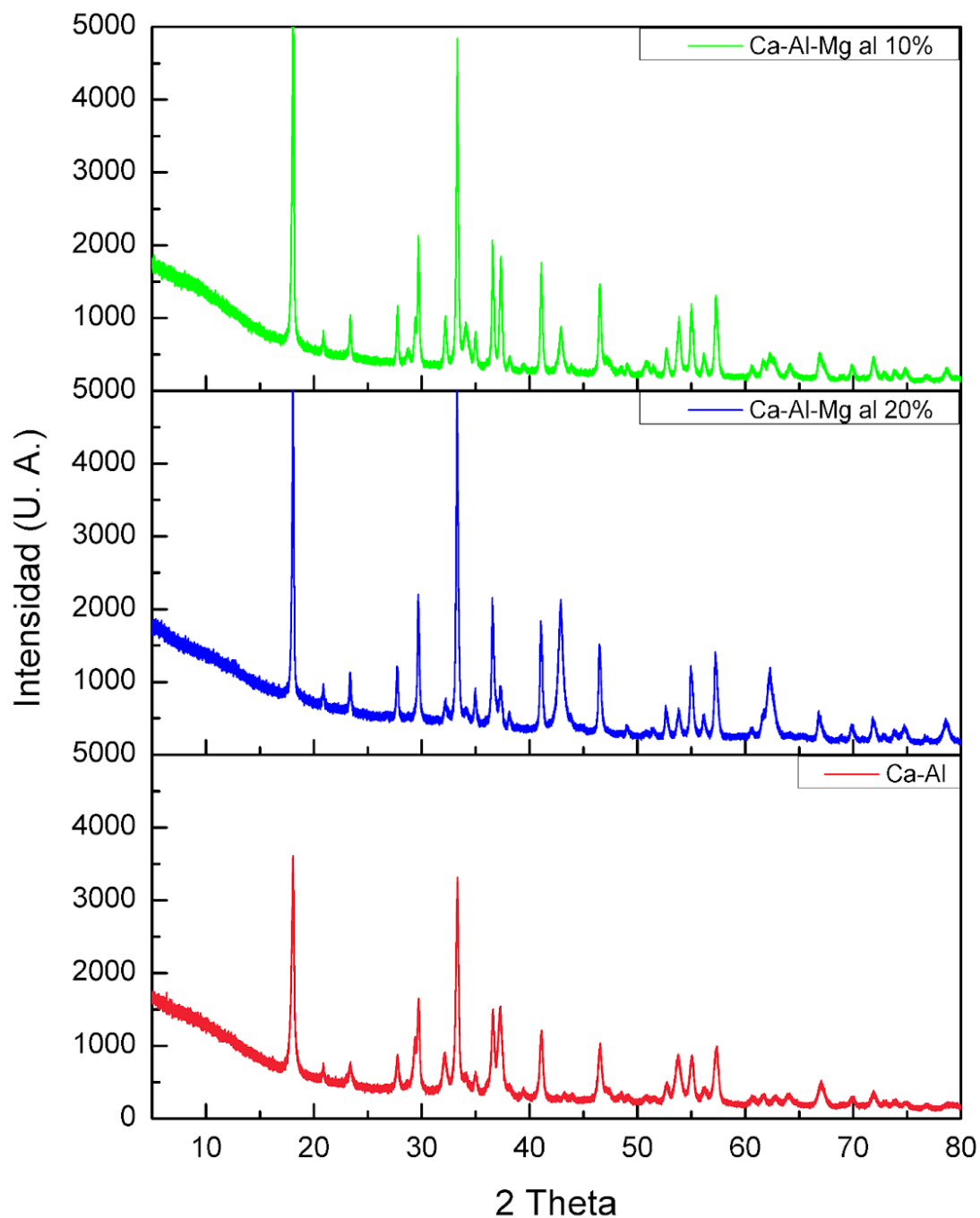


Figura 19. DRX de hidrotalcitas calcinadas

En la Tabla 24 se muestran las fases identificadas en los difractogramas de rayos X de las hidrotalcitas sin calcinar y en las calcinadas.

Tabla 24 Fases identificadas con DRX en las muestras de hidrotalcita

Muestra	Fases identificadas	Semicuantitativa (%)
---------	---------------------	----------------------

Ca-Al sin calcinar	Hidrato de nitrato de hidróxido de cobre (likasita): $\text{Cu}_3(\text{OH})_5(\text{NO}_3)(\text{H}_2\text{O})_2$	13
	Hidrato de cloruro de hidróxido de aluminio: $((\text{Al}_{13}(\text{OH})_{24}(\text{H}_2\text{O})_{24}))\text{Cl}_{15}(\text{H}_2\text{O})_{13}$	63
	Hidrato de hidróxido de cloruro de aluminio y calcio (hidrocalumita): $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})_2$	24
Ca-Al-Mg al 20% sin calcinar	Hidrato de hidróxido de cloruro de aluminio y calcio (hidrocalumita): $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})_2$	80
	Hidrato de óxido de aluminio y calcio: $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{HO})_{12}$	17
	Hidrotalcita: $(\text{Mg}_{0.667}\text{Al}_{0.333})(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_{0.167}(\text{H}_2\text{O})_{0.5}$	3
Ca-Al-Mg al 10% sin calcinar	Hidrato de hidróxido de cloruro de aluminio y calcio (hidrocalumita): $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})_2$	100
Ca-Al calcinada	Mayenita: $\text{Al}_{14}\text{Ca}_{12}\text{O}_{33}$	61
	Krotita: $\text{Ca}(\text{Al}_2\text{O}_4)$	39
Ca-Al-Mg al 20% calcinada	Mayenita: $\text{Al}_{14}\text{Ca}_{12}\text{O}_{33}$	41
	Óxido de hexamagnesio manganeso: $\text{Mg}_6\text{Mn}_1\text{O}_8$	12
	Katoita: $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{O}_4\text{H}_4)_3$	25
	Portlandita: $\text{Ca}(\text{OH})_2$	5
	Krotita: $\text{Ca}(\text{Al}_2\text{O}_4)$	16
Ca-Al-Mg al 10% calcinada	Mayenita: $\text{Al}_{14}\text{Ca}_{12}\text{O}_{33}$	45
	Óxido de hexamagnesio manganeso: $\text{Mg}_6\text{Mn}_1\text{O}_8$	3
	Katoita: $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{O}_4\text{H}_4)_3$	12
	Portlandita: $\text{Ca}(\text{OH})_2$	10
	Krotita: $\text{Ca}(\text{Al}_2\text{O}_4)$	15

3.1.2. Espectroscopia de Infrarrojo (FTIR)

Se analizaron los catalizadores tipo hidrotalcita sin calcinar (Figura 20) y calcinados (Figura 21) mediante espectros de infrarrojo FTIR.

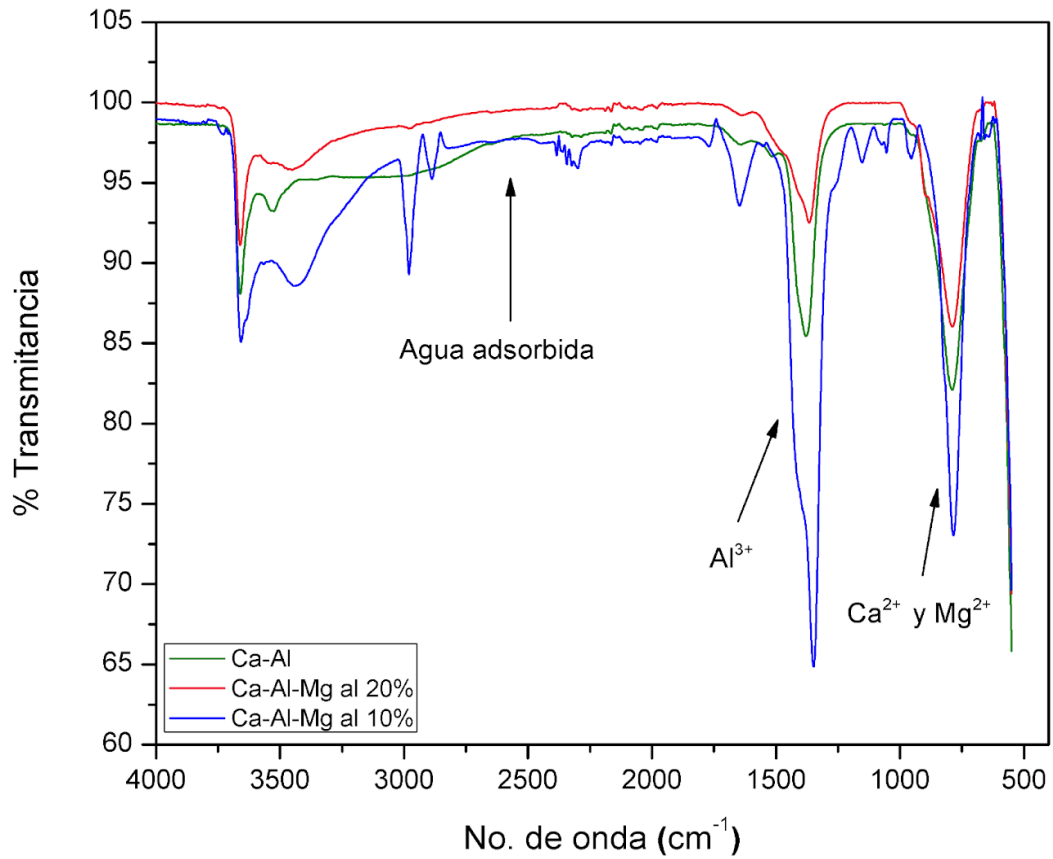


Figura 20. Espectro de infrarrojo de las hidrotalcitas sin calcinar

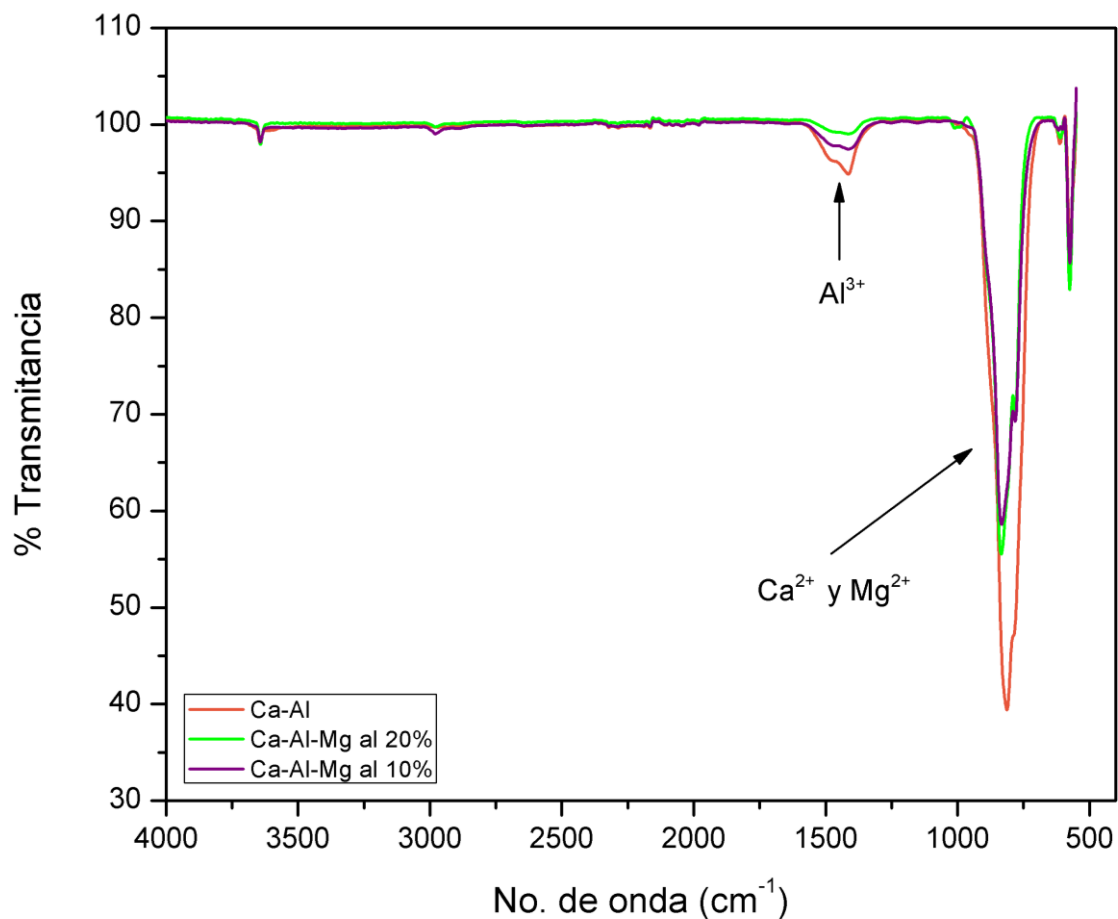


Figura 21. Espectro de infrarrojo de las hidrotalcitas calcinadas

En la gráfica de la Figura 20 se puede apreciar una señal ancha en el intervalo 3400 a 3200 cm^{-1} , la cual indica el agua adsorbida por las hidrotalcitas sin calcinar; esta señal desaparece en la Figura 21, en donde las hidrotalcitas ya están calcinadas.

Las bandas de alargamiento que se encuentran en el intervalo de 900 a 700 cm^{-1} corresponden a los óxidos de Ca y Mg, mientras que la banda que se encuentra entre 1300 y 1500 cm^{-1} corresponde al catión Al.

3.1.3. Fisisorción de N_2

Para determinar el área superficial de las muestras de hidrotalcitas sin calcinar (Figuras 22, 23 y 24) y calcinadas (Figuras 25, 26 y 27) se realizaron isotermas de adsorción-desorción de N_2 .

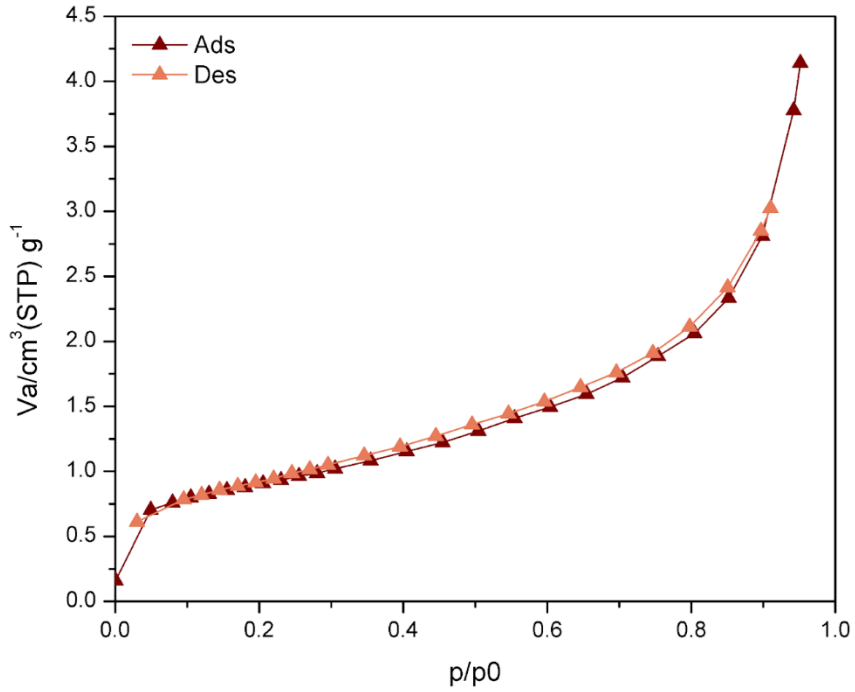


Figura 22. Isothermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al sin calcinar

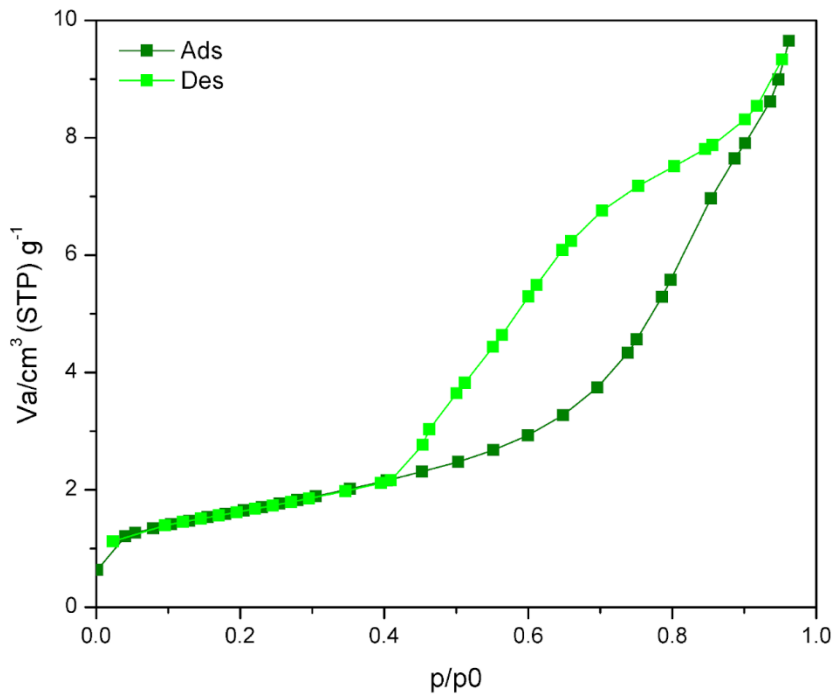


Figura 23. Isothermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 20% sin calcinar

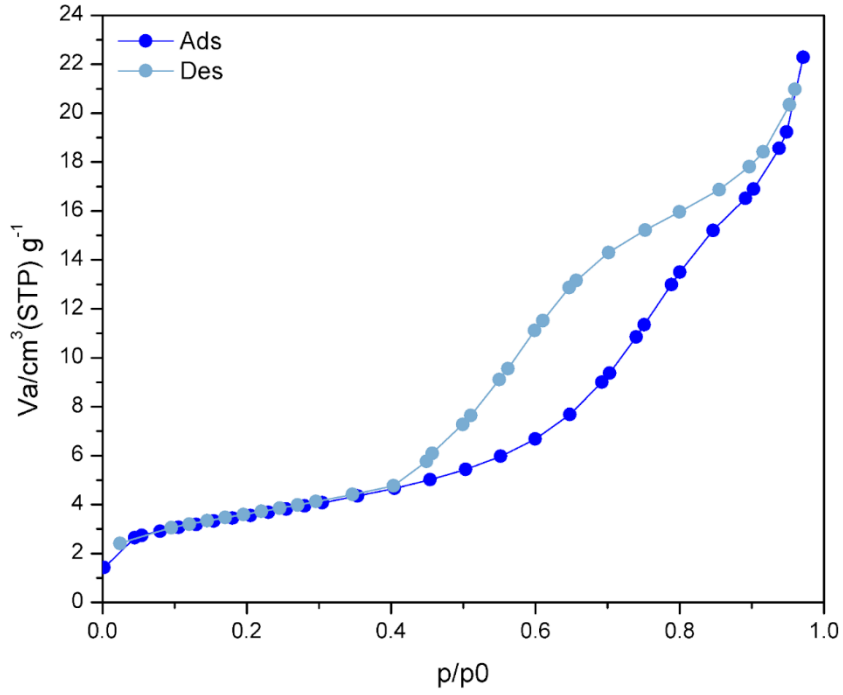


Figura 24. Isothermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 10% sin calcinar

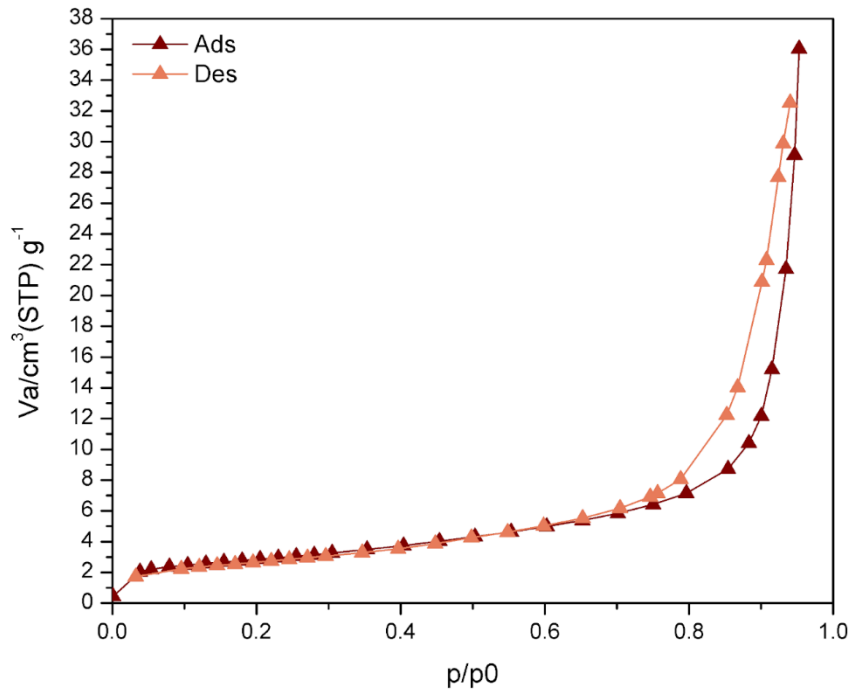


Figura 25. Isothermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al calcinada

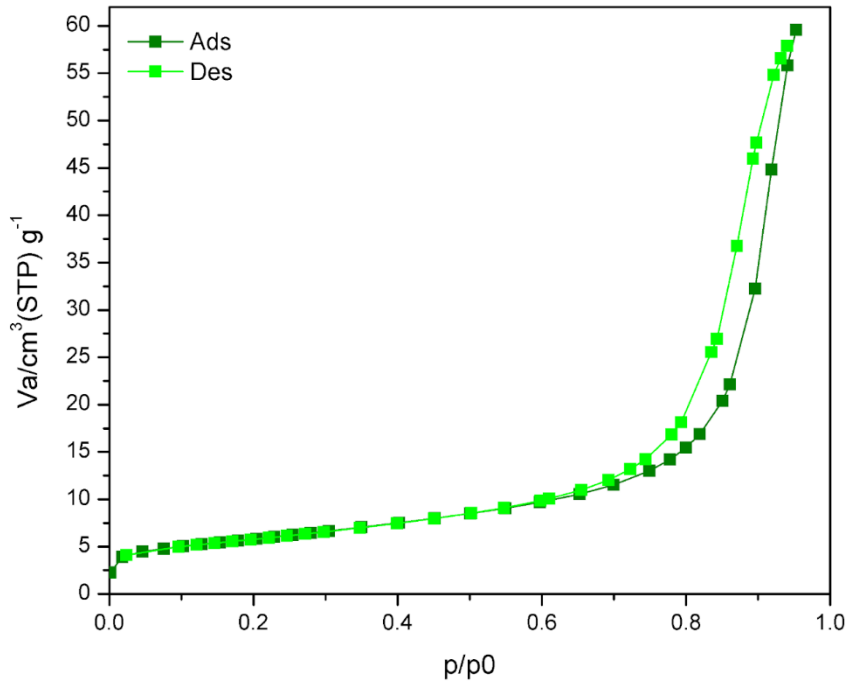


Figura 26. Isothermas de adsorción-desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 20% calcinada

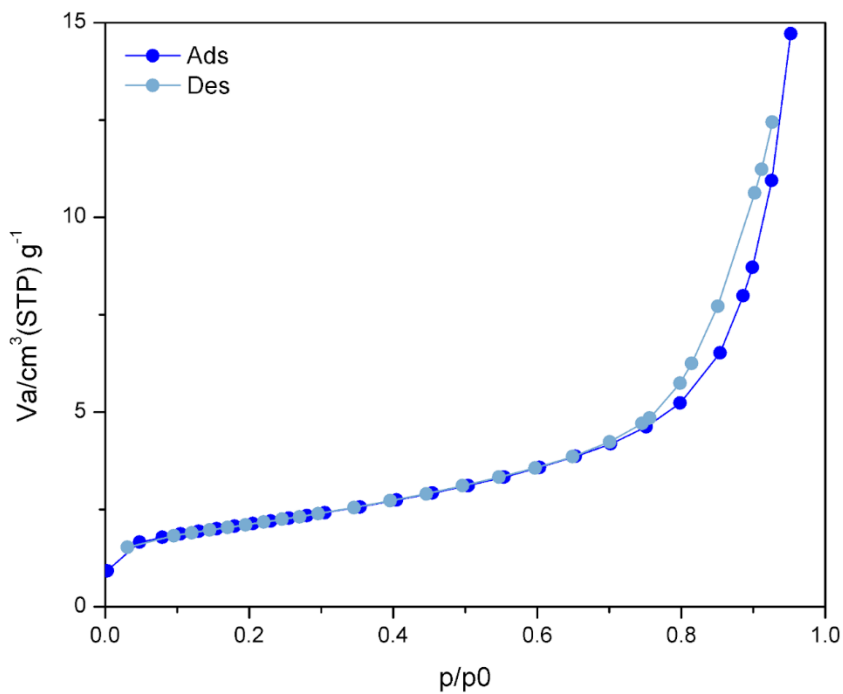


Figura 27. Isothermas de adsorción/desorción de la hidrotalcita Ca-Al-Mg al 10% calcinada

Las isothermas de adsorción de las hidrotalcitas son tipo IV, pues de acuerdo a la clasificación de la IUPAC, se obtienen con adsorbentes mesoporosos; además, presentan bucles de histéresis de tipo H3, la cual se forma por la adsorción (inferior) y desorción (superior).

Asimismo, se determinó el área superficial empleando el modelo de BET, el volumen de poro y el diámetro medio de poro (Tabla 25).

Tabla 25 Área superficial de las hidrotalcitas por el método BET, volumen y diámetro de poro

Muestra	Superficie específica - BET (m²/g)	Volumen de poro (cm³/g)	Diámetro de poro (nm)
Ca-Al sin calcinar	2.9935	0.0064012	8.5535
Ca-Al-Mg al 20% sin calcinar	5.5869	0.01492	10.682
Ca-Al-Mg al 10% sin calcinar	12.061	0.034454	11.426
Ca-Al calcinada	9.6474	0.055719	23.102
Ca-Al-Mg al 20% calcinada	19.779	0.092123	18.631
Ca-Al-Mg al 10% calcinada	6.9948	0.022746	13.007

3.2. Obtención del biodiésel

3.2.1. Espectroscopia de infrarrojo (FTIR)

Al igual que en los CTH, también se realizaron pruebas de espectroscopia de infrarrojo (FTIR) en las 12 muestras de biodiésel obtenidas a partir de aceite de higuera y otra de diésel convencional.

En la gráfica de la Figura 28 se comparan las espectroscopias realizadas al diésel y al aceite de higuera, en donde se puede apreciar la aparición de dos señales en este último, esto quiere decir que en la banda entre (1760-1730)cm⁻¹ se encuentra el grupo funcional del carbonilo (C=O) y en la región que se encuentra entre (1300-1100)cm⁻¹ aparece una señal

correspondiente a C-O y C=C característica de la molécula de los triglicéridos, ambas regiones son propias de los ésteres metílicos.

En ambos espectros se encuentra la señal correspondiente a las cadenas alifáticas (CH₃, CH₂ y CH) en el intervalo de (3000-2800)cm⁻¹.

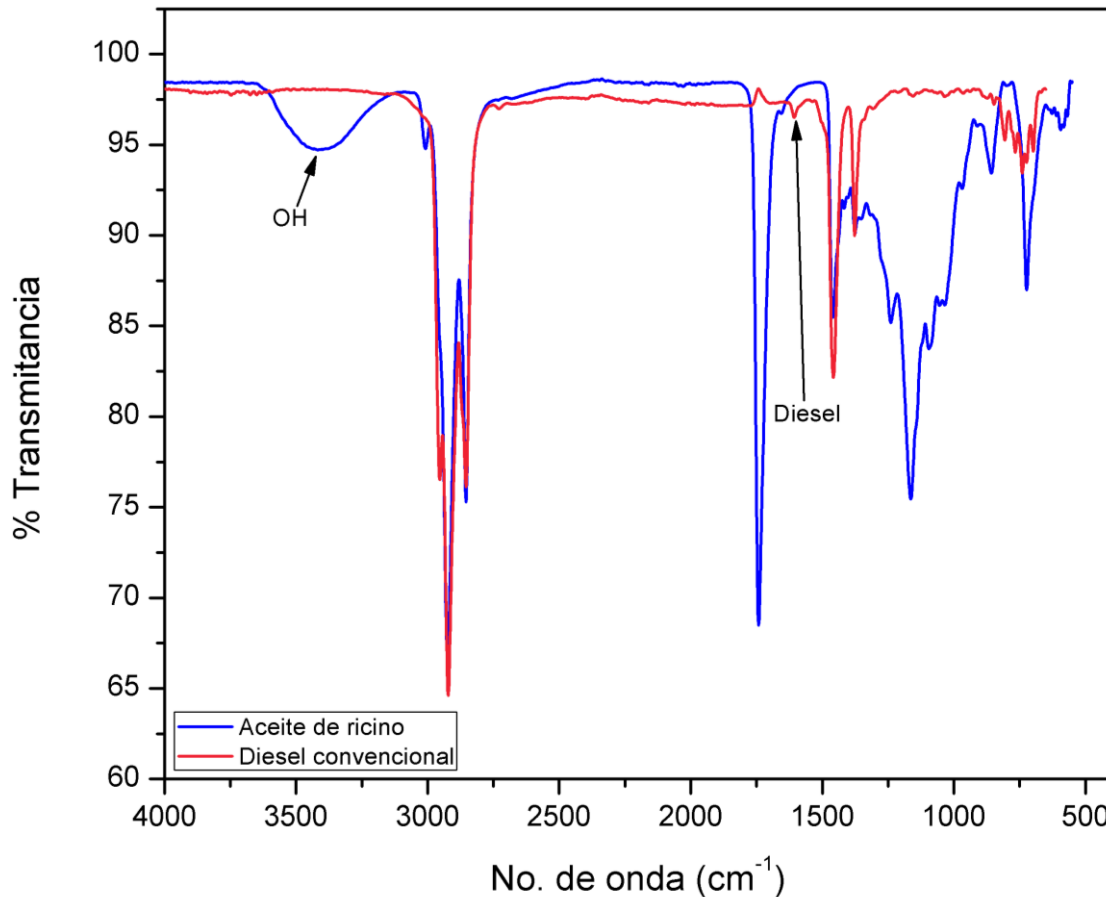


Figura 28. Espectro de infrarrojo de aceite de higuera (Ricino) y de diésel convencional

Con base en las observaciones realizadas en las gráficas de los 12 experimentos (ver Anexo), se pudo apreciar que en los experimentos 4, 8, 9 y 11 se obtuvieron los mejores resultados en la banda que corresponde a la señal de reacción de biodiésel (Figura 29).

Al igual que en los espectros del diésel y del aceite de ricino, en los cuatro experimentos se observa la señal de las cadenas alifáticas en el intervalo de (2900-2800) cm⁻¹, el grupo funcional del carbonilo entre (1900-1800) cm⁻¹, los largos picos correspondientes a la reacción de biodiésel entre (1650-1550) cm⁻¹ y la molécula de los triglicéridos entre (1200-1100) cm⁻¹.

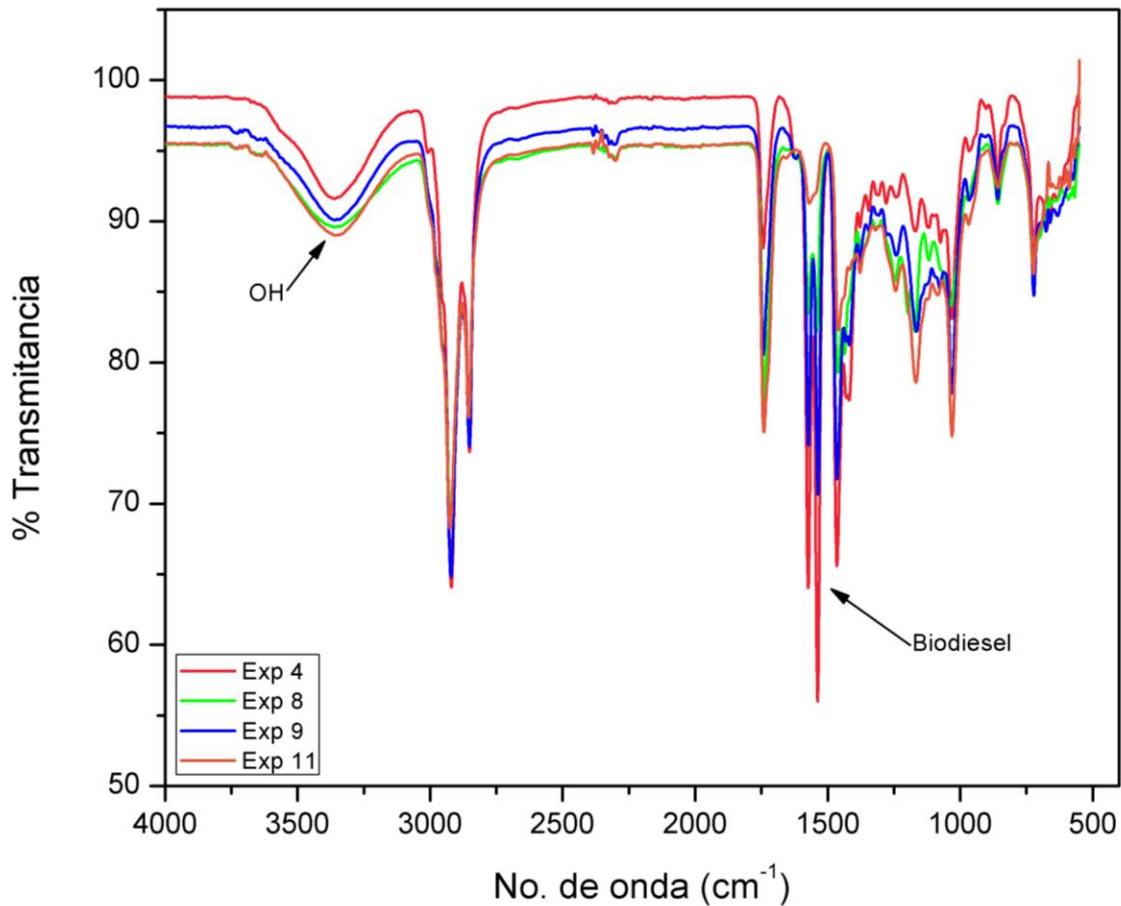


Figura 29. Espectro de infrarrojo de los experimentos de biodiésel 4, 8, 9 y 11

En el espectro se puede apreciar que el experimento 4 es el que muestra mejores resultados en la señal que corresponde a la del biodiésel, asimismo, se observa que el metanol de este disminuyó ligeramente.

3.2.2. Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

Para determinar la conversión de aceite de higuera a biodiésel por transesterificación en los experimentos 4, 8, 9 y 11 se realizaron espectroscopias de RMN ^1H .

En el espectro obtenido para el aceite de higuera (Figura 30) se observa una señal entre 4.1 y 4.3 ppm que corresponde a la presencia de protones de glicéridos. Además, se identifican picos a 0.87 ppm (protones de metilo terminales), 1.29 ppm (protones de metilo a lo largo de la cadena) y 5.40 ppm (protones olefínicos) la conversión del aceite de higuera a biodiésel se confirma con la aparición de una señal en 3.66 ppm correspondiente a la presencia

La conversión a biodiésel fue calculada con la integración de los espectros de RMN ^1H y aplicando la siguiente ecuación:

$$X = 2 A_{\text{ME}} (100) / 3 A_{\text{CH}_2} \quad (\text{Ec. 21})$$

Donde:

X: Conversión de triglicéridos a metil ésteres, %

A_{ME} : Valor de integración de protones de los metil ésteres

A_{CH_2} : Valor de integración de protones del grupo metileno

Los resultados del cálculo para cada uno de los experimentos seleccionados se muestran en la Tabla 26.

Tabla 26 Porcentajes de conversión obtenidos en los experimentos analizados con RMN ^1H

Experimento	Desplazamiento		Conversión
	2.3 ppm (A_{ME})	3.6 ppm (A_{CH_2})	
4	1.111	0.746	99.28%
8	1.528	1.893	53.81%
9	1.274	0.996	85.27%
11	1.528	0.988	97.38%

De acuerdo con los resultados mostrados en la tabla anterior, el experimento 4 realizado a una temperatura de 150°C durante 4 horas y con 6% del catalizador B, fue el que tuvo una conversión a biodiésel total; mientras que, el experimento 8 realizado a la misma temperatura durante 8 horas y con 6% del catalizador A, fue el que tuvo menor eficiencia de conversión. Asimismo, los experimentos 9 y 11 fueron realizados bajo las mismas condiciones (temperatura de 150°C , tiempo de 8 horas y porcentaje de catalizador de 4%), pero empleando los catalizadores B y C, respectivamente.

Este análisis demuestra que los mejores catalizadores para emplear en la reacción de transesterificación son el B y C, pues mostraron los mayores porcentajes de conversión.

CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES

La generación de biodiésel se puede obtener a partir de aceite de higuera por reacciones de transesterificación por catálisis heterogénea básica utilizando catalizadores tipo hidrotalcita, los cuales son ambientalmente amigables, de fácil separación, se pueden reutilizar y la velocidad de reacción es más rápida que en la catálisis homogénea.

En esta investigación, mediante la técnica de co-precipitación a pH constante se sintetizaron catalizadores tipo hidrotalcita de Ca-Al, Ca-Al-Mg al 20% y Ca-Al-Mg al 10% para ser evaluados como catalizadores en la reacción de transesterificación para obtener biodiésel a partir de aceite de higuera.

Los resultados muestran que el biodiésel obtenido a partir del método de transesterificación no presentó separación de fases, es decir, no se generaron subproductos como glicerina debido al tipo de catalizador empleado y solo fue necesario destilar el producto para eliminar el exceso de metanol.

Los catalizadores fueron caracterizados por DRX, FTIR y fisisorción de N₂. La técnica de fisisorción de N₂ confirmó que se obtuvieron materiales mesoporosos con isotermas tipo IV, presentando bucles de histéresis tipo H3. Además, se utilizó el modelo de BET para determinar el área superficial, el volumen y el diámetro de poro en las seis muestras, siendo el catalizador B (Ca-Al-Mg al 20%) el que obtuvo mayor área (19.779 m²/g) y volumen de poro.

En las espectroscopias de infrarrojo se logra apreciar la diferencia que hay entre las muestras puras y las calcinadas, en estas últimas, se observa una disminución del agua adsorbida y en ambos espectros se encuentran los picos correspondientes a los óxidos de Ca y Mg y del catión Al.

Para el análisis de las reacciones de transesterificación en donde se obtuvo biodiésel a partir de aceite de higuera y empleando como catalizadores las hidrotalcitas sintetizadas y mediante las técnicas de FTIR y Resonancia Magnética Nuclear, se confirma la obtención de este biocombustible por medio de las señales observadas correspondientes a los ésteres metílicos en las espectroscopias de infrarrojo y en las integraciones de los espectros de RMN H¹.

Por la técnica de caracterización de FTIR, se obtuvieron los espectros del aceite de higuera, del diésel y de los doce experimentos realizados. Con estos resultados se concluye que, tanto el aceite como los experimentos de biodiésel, cumplen con las características propias de los ésteres metílicos, pues se identificaron las cadenas alifáticas, la aparición del pico del grupo funcional carbonilo, la señal que corresponde a la molécula de los triglicéridos y una banda perteneciente al OH. Adicionalmente, los experimentos mostraron un nuevo pico, el cual coincide con la señal característica del diésel, por lo tanto, en todos hubo conversión a biodiésel. Además, el experimento realizado bajo las condiciones de temperatura de 150°C durante 4 horas y empleando 6% del catalizador B, destaca sobre los demás porque los picos de sus señales son más largos, lo que indica que en este la conversión es total.

Por último, a partir de los resultados en los espectros de infrarrojo se seleccionaron cuatro experimentos para analizarlos mediante RMN H^1 y calcular la conversión a biodiésel. Con base en estos resultados, se determinó que en todos los casos hubo transformación, cabe señalar que los experimentos 4 (utilizando 6% del catalizador B durante 4 horas) y 11 (utilizando 4% del catalizador C durante 8 horas) fueron los que tuvieron una conversión total. Los espectros de esta técnica y sus integraciones fueron de gran utilidad para calcular el porcentaje de biodiésel obtenido, los cuales fueron de 99.28% y 97.38%, respectivamente.

Lo anterior indica que los tres catalizadores tipo hidrotalcita funcionan de manera satisfactoria para la generación de biodiésel, destacando el catalizador B, pues fue el que presentó una mayor área superficial de 19.779 m^2/g y un mayor volumen de poro de 0.092123 cm^3/g , además, en las espectroscopias de infrarrojo mostró el mejor resultado sobre los otros experimentos con una conversión de 99.28% de biodiésel obtenido.

Dada la serie de resultados obtenidos, se demuestra que los tres óxidos mixtos sintetizados funcionan como catalizadores heterogéneos alcalinos que pueden emplearse en la reacción de transesterificación para la obtención de biodiésel. Si embargo, se concluye que el catalizador B (Ca-Al-Mg al 20%) es el que se recomienda utilizar por sus propiedades y eficiencia en la conversión con un 99.28% del aceite de higuera a biodiésel.

Con base en los resultados obtenidos, se puede concluir que los objetivos planteados se cumplieron en este trabajo de tesis.

Se eligió la higuera porque es una planta oleaginosa que no compite con cultivos comestibles, soporta diferentes climas, tiene una alta capacidad de adaptación y no requiere demasiada agua. Las propiedades del aceite de sus semillas, entre las que destacan buena solubilidad con alcoholes, alto índice de hidroxilo, baja miscibilidad, alta densidad y conservación de su viscosidad a distintas temperaturas, lo convierten en una alternativa interesante para la obtención de biodiésel.

Finalmente, se podrían mejorar las condiciones de trabajo experimental y realizar más pruebas para estudiar los factores que benefician o afectan las conversiones totales y parciales. Asimismo, podrían emplearse otras alternativas de aceites provenientes de plantas oleaginosas no comestibles, aceites residuales o grasas animales, y obtener hidrotalcitas a partir de otras materias primas, ya sea de fuentes naturales como cáscara de huevo, brucitas o dolomitas, o CTH sintetizados con otros reactivos para formar los óxidos mixtos.

FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

El aceite de higuera es un buen recurso que posee características fisicoquímicas idóneas para su uso en la transesterificación de biodiésel, ya que, además de sus múltiples ventajas para la generación de este producto, tiene distintas aplicaciones en otras áreas. Estas cualidades y otras más pueden ser investigadas a profundidad para determinar aquellas propiedades que hacen de esta especie tan especial y aprovecharla en diferentes campos.

Por otra parte, las hidrotalcitas son recursos renovables que se pueden encontrar en la naturaleza o sintetizarse para obtener una composición química y estructura adecuadas para su uso como catalizador. Este compuesto tiene una gran importancia porque sus aplicaciones van desde la industria farmacéutica hasta la industria química.

En el futuro, se pueden realizar investigaciones a partir de estas materias primas como las siguientes:

- Realizar extracción experimental del aceite de las semillas de higuera mediante técnicas como prensado en frío para obtener biodiésel a partir de estas.
- Realizar la transesterificación a partir de aceite de higuera empleando etanol como alcohol, pues la solubilidad es mayor que con otros alcoholes.
- Variar las condiciones de temperatura y porcentaje de catalizador en la reacción de transesterificación.
- Sintetizar catalizadores tipo hidrotalcita con el método de sol-gel a partir de otros reactivos como cerio, potasio, sodio, entre otros.
- Utilizar como catalizadores hidrotalcitas que se encuentran de forma natural como dolomitas o brucitas.
- Evaluar los catalizadores tipo hidrotalcita en la reacción de transesterificación a partir de aceite de higuera mediante otras técnicas de caracterización.
- Realizar estudios ambientales, sociales y económicos para determinar la viabilidad que tiene el biodiésel de aceite de higuera.

BIBLIOGRAFÍA

- Ali, A., Chiang, Y. W., & Santos, R. M. (Febrero de 2022). X-ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *minerals*, pp.2-25. Recuperado en Diciembre de 2022, de <https://doi.org/10.3390/>
- Álvarez Maciel, C. (2009). *Biocombustibles: desarrollo histórico-tecnológico, mercados actuales y comercio internacional*. Tesis, UNAM, México. Recuperado en Enero de 2023
- Aslan, V., & Eryilmaz, T. (2020). Polynomial regression method for optimization of biodiesel production from black mustard (*Brassica nigra* L.) seed oil using methanol, ethanol, NaOH, and KOH. *Energy*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.energy.2020.118386>
- Atamari Peña, G. C., & Anco Apaza, M. J. (2015). *Obtención del poliéster de ricino a partir del aceite de ricino y ácido ricinoleico, determinando su rendimiento óptimo para su aplicación en el champu de aloe vera*. Tesis, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, Arequipa. Recuperado en Agosto de 2022
- Ávila Orozco, F. D. (2015). *Biodiesel: Estudios analíticos y desarrollo de métodos de análisis para el control de calidad*. Universidad Nacional del Sur, Buenos Aires . Recuperado en Octubre de 2022
- Biodiesel. Biocarburante líquido de origen biológico. (2008). *palermo.edu*. Recuperado en Octubre de 2022, de https://www.palermo.edu/economicas/pdf_economicas/Presentacion_biocon_Steinberg.pdf
- Cardoso, I. A. (Agosto de 2019). *Universidad Autónoma del Estado de México*. Recuperado en Agosto de 2022, de <http://ri.uaemex.mx/bitstream/handle/20.500.11799/104833/Tesis%20Isabel%20Aguilar%201.pdf;sequence=3>
- Castellar Ortega, G. C., Angulo Mercado, E. R., & Cardozo Arrieta, B. M. (2014). *SciElo*. doi:<https://doi.org/10.15665/rp.v12i2.293>

- Castillo Fernández, K. (2018). *Caracterización teórica de parámetros del biodiésel y estudio de algunas de sus emisiones*. Tesis, Universidad politécnica de Madrid, Madrid. Recuperado en Octubre de 2022, de https://oa.upm.es/53357/1/TFG_KEVIN_CASTILLO_FERNANDEZ.pdf
- Chávez Vela, N. A., Medina Ramírez, I. E., & Jáuregui Rincón, J. (Agosto de 2012). *Investigación y ciencia*. Recuperado en Agosto de 2022, de <https://investigacion.uaa.mx/RevistaIyC/archivo/revista55/Articulo%208.pdf>
- Coviello, M. F., Gómez, J. J., Razo, C., & Rodríguez, A. (2008). Biocombustibles líquidos para transporte en América Latina y el Caribe. *CEPAL*, pp.101-124. Recuperado en Febrero de 2023
- Del Villar Morales, R. I., & López Balbiaux, N. (2022). *Facultad de química UNAM*. Recuperado en Octubre de 2022, de <https://quimica.unam.mx/investigacion/servicios-para-la-investigacion/usaii/resonancia-magnetica-nuclear/>
- Emel Çakırca, E., & Nilgün Akin, A. (2021). Study on heterogeneous catalysts from calcined Ca riched hydrotalcite like compounds for biodiesel production. (ELSEVIER, Ed.) *Sustainable Chemistry and Pharmacy*. Recuperado en Agosto de 2022
- Endalew, A. K., Kiros, Y., & Zanzi, R. (13 de Julio de 2011). Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *ELSEVIER*, pp.3787-3809. doi:10.1016/j.biombioe.2011.06.011
- FOCER. (Septiembre de 2002). Manuales sobre energía renovable: Biomasa. *BUN-CA*, pp.3-56. Recuperado en Enero de 2023
- Fritsche, U. R., Köppen, S., Adolf, J., & Liebig, D. (2012). Biofuels - What role in the future energy mix? pp.4-33. Recuperado en Febrero de 2023
- Galicia López, O. (2008). *Universidad Nacional Autónoma de México*. Recuperado en Agosto de 2022, de http://rdu.iquimica.unam.mx/bitstream/20.500.12214/993/1/Galicia_Lopez_tesisM_2008.pdf

- Ganesan, R., Manigandan, S., Shanmugam, S., Chandramohan, V. P., Sindhu, R., Kim, S. H., . . . Pugazhendhi, A. (2021). A detailed scrutinize on panorama of catalysts in biodiesel synthesis. *ELSEVIER*, 777, pp.2-13. doi:doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145683
- García Álvarez, A. (2019). *Aplicación de técnicas de resonancia magnética nuclear al estudio de miosistemas*. Tesis doctoral, UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID, Madrid. Recuperado en Octubre de 2022, de <https://eprints.ucm.es/id/eprint/55101/1/T41038.pdf>
- García Bustamante, C. A., & Masera Cerutti, O. (2016). Estado del arte de la bioenergía en México. *Red Temática de Bioenergía*, pp.85-90. Recuperado en Octubre de 2022
- Gonzalez Guerra, J. S. (2020). *Síntesis, funcionalización y caracterización de catalizadores tipo hidrotalcita por el método de coprecipitación para ensayos en reacción de transesterificación*. Tesis, Universidad de Córdoba Montería, Córdoba. Recuperado en Agosto de 2020
- Gurusamy, S., Kulanthaisamy, M. R., Hari, D. G., Veleeswaran, A., Thulasinathan, B., Muthuramalingam, J. B., . . . Alagarsamy, A. (2019). Environmental friendly synthesis of TiO₂-ZnO nanocomposite catalyst and silver nanomaterilas for the enhanced the production of biodiesel from Ulva lactuca seaweed and potential antimicrobial properties against the microbial pathogens. *Journal of Photochemistry & Photobiology, B: Biology*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2019.02.011>
- Herrera Gutiérrez, B. A. (2016). *atmosfera*. Recuperado en Octubre de 2022, de http://www.epr.atmosfera.unam.mx/thesis/BSc_Herrera.pdf
- IICA. (2007). Preguntas y respuestas más frecuentes sobre biocombustibles. *Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura*, pp.3-23. Recuperado en Enero de 2023
- Inventario Nacional de Energías Limpias. (07 de Octubre de 2018). *Gobierno de México*. Recuperado en Enero de 2023, de <https://www.gob.mx/semarnat/articulos/que-es-la-energia-de-biomasa?idiom=es>

- Istadi, I., Didi, A., Luqman, B., Dyah, R., & Dinnia, I. (2015). Active acid catalyst of sulphated zinc oxide for transesterification of soybean oil with methanol to biodiesel. *Elsevier*, pp. 385-393. doi:10.1016/j.proenv.2015.01.055
- Istadi, I., Prasetyo, S. A., & Nugroho, T. S. (2014). Characterization of K₂O/CaO-ZnO Catalyst for Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel. *ELSEVIER*, 23, pp.394-399. Recuperado en Diciembre de 2022
- Jayakumar, M., Karmegam, N., Paulraj Gundupalli, M., Bizuneh Gebeyehu, K., Tessema Asfaw, B., Woong Chang, S., . . . Kumar Awasthi, M. (29 de Marzo de 2021). Heterogeneous base catalysts: Synthesis and application for biodiesel production. *ELSEVIER*(331). Recuperado en Octubre de 2022, de <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125054>
- Josh, S. M., Gogate, P. R., & Kumar, S. S. (2017). Intensification of ultrasound assisted esterification of karanja oil for production of biodiesel with optimization using response surface methodology. *Chemical Engineering and Processing*, pp.2-47. Recuperado en Enero de 2023, de <https://doi.org/10.1016/j.cep.2017.12.010>
- Llanes Cedeño, E. A., Rocha-Hoyos, J., Salazar Alvear, P., & Medrano Barboza, J. (2017). Producción e Impacto del Biodiesel: Una Revisión. *INNOVA*, 2(7), pp.59-76. Recuperado en Febrero de 2023
- Maleki, B., Ashraf Talesh, S., & Mansouri, M. (2022). Comparison of catalysts types performance in the generation of sustainable biodiesel via transesterification of various oil sources. *ELSEVIER*, pp.2-16. Recuperado en Noviembre de 2022
- Manojkumar, N., Muthukumaran, C., Sharmila, G., & Aishwarya, A. (29 de Noviembre de 2020). Heterogeneous nanocatalysts for sustainable biodiesel production: A review. *ELSEVIER*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104876>
- Marcano, L., Machillanda, E., Sojo, M., Quijada, K., & DI Scipio, S. (2014). *SciElo*. Recuperado en Agosto de 2022, de https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652014000100009

- Mardhiah, H. H., Ong, H. C., Masjuki, H. H., Lim, S., & Lee, H. V. (2016). A review on latest developments and future prospects of heterogeneous catalyst in biodiesel production from non-edible oils. *ELSEVIER*, 67, pp.1225-1236. Recuperado en Noviembre de 2022
- Martínez Carreón, M. J. (2012). *Propiedades catalíticas del sistema Co(X)/Fe(Y)/HMS para la síntesis de Fischer-Tropsch*. Tesis, CICESE, Ensenada. Recuperado en Octubre de 2022
- Masera Cerutti, O., Coralli, F., García Bustamante, C., Riegelhaupt, E., Arias Chalico, T., Vega Gregg, J., . . . Cecotti, L. (2011). La bioenergía en México. *Red Mexicana de Bioenergía* (4), pp.7-44. Recuperado en Enero de 2023
- Mazzani, E., & Rodríguez, E. (2009). Estudio de la variabilidad presente en germoplasma de tártago (*Ricinus communis* L.) en cuanto a racimos, frutos y semillas. *Revista Científica UDO Agrícola*, 9(4), pp.764-769. Recuperado en Octubre de 2022
- Measuring the physisorption isotherm. (2020). *ELSEVIER*. doi:<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818785-2.00002-7>
- Mondragón Pichardo, J. (20 de Julio de 2009). *conabio*. Recuperado en Agosto de 2022, de <http://www.conabio.gob.mx/malezasdemexico/euphorbiaceae/ricinus-communis/fichas/ficha.htm>
- Morelos Gómez, J. (2016). Análisis de la variación de la eficiencia en la producción de biocombustibles en América Latina. *Universidad ICESI*, pp.120-126. Recuperado en Enero de 2023
- Murguía Ortiz, D. (2018). *Transesterificación de aceite de canola sobre mineral de dolomita y de materiales con contenido de calcio puros y modificados*. Tesis, Instituto Politécnico Nacional, México. Recuperado en Septiembre de 2022
- Pablo Benedicto, G. (2019). *Producción de biodiesel por catalisis heterogénea. Diseño y aplicación de catalizadores, orientados a su aplicación industrial en plantas modulares*. Tesis. Recuperado en Agosto de 2022

- Paz García, E. J. (2016). *Esterificación de glicerol mediante compuestos tipo hidrotalcita como catalizador*. Tesis, IPN, México. Recuperado en Octubre de 2022
- Pedernera, M. (10 de Junio de 2008). *criba.edu*. Recuperado en Agosto de 2022, de <http://www.criba.edu.ar/cinetica/reactores/Capitulo%2010.pdf>
- Ríos Badrán, I. M., Santos Cruz, J., & Gutiérrez Antonio, C. (2017). Biocombustibles sólidos: una solución al calentamiento global. *Ciencia*, 68(4), pp.1-7. Recuperado en Enero de 2023, de <https://www.revistaciencia.amc.edu.mx/online/BiocombustiblesSolidos.pdf>
- Riva Hernández, A., & Rodolfo Villalobos, I. I. (Julio de 2013). *Instituto Politécnico Nacional*. Recuperado en Agosto de 2022, de <https://tesis.ipn.mx/jspui/bitstream/123456789/17177/1/25-1-16579.pdf>
- Rouquerol, F., Rouquerol, J., Sing, K., Llewellyn, P., & Maurin, G. (2014). Adsorption by powders and porous solids. *ELSEVIER*, pp.11-15. Recuperado en Diciembre de 2022
- Salamanca Izaguirre, K. J., Villanueva Vega, E., Vivar Ocampo, R., Armendáriz, O. D., & Sánchez Díaz, M. R. (7 de Diciembre de 2021). Aceites potenciales para la generación de biodiésel. *Ingeniantes*, 2(2), pp.36-45. Recuperado en Octubre de 2022, de <https://citt.itsm.edu.mx/ingeniantes/articulos/ingeniantes8no2vol2/5%20Aceites%20potenciales%20para%20la%20generaci%C3%B3n%20de%20biodi%C3%A9sel.pdf>
- Salinas Callejas, E., & Gasca Quezada, V. (2009). Los biocombustibles. *El Cotidiano* (157), pp.75-82. Recuperado en Enero de 2023, de <https://www.redalyc.org/pdf/325/32512739009.pdf>
- Sandoval Salas, F., Sandoval Salas, C., Solano Rentería, I., Cuevas Suárez, C., Cortés Mariano, N., & Hernández Ochoa, L. R. (2013). Proceso para la obtención de Biodiesel de Higuierilla. *Innovación & Sustentabilidad Tecnológica*(1), pp.33-39. Recuperado en Enero de 2023
- Sandoval, G. (Septiembre de 2010). *Red Mexicana de Bioenergía*. Recuperado en Agosto de 2022, de <https://rembio.org.mx/wp-content/uploads/2020/12/CT2.pdf>
- Sandoval, G. (2011). *Biocombustibles avanzados en México*. México: Red Mexicana de Bioenergía. Recuperado en Agosto de 2022

- Shah, M., Ali, S., Tariq, M., Khalid, N., Ahmad, F., & Khan, M. A. (2014). Catalytic conversion of jojoba oil into biodiesel by organotin catalysts, spectroscopic and chromatographic characterization. *ELSEVIER*, 118, pp.392-397. Recuperado en Diciembre de 2022
- Solera Steller, P., Moreira González, I., & Hernández López, J. (16 de Agosto de 2014). Descriptores botánicos para caracterizar germoplasmas de *Ricinus communis* de diferentes zonas de Costa Rica. *Tecnología en Marcha*, 28(1), pp.37-46.
- Torrentes Espinoza, G., Miranda, B. C., Vega Baudrit, J., & Mata Segreda, J. F. (1 de Septiembre de 2017). Castor oil (*Ricinus communis*) supercritical methanolysis. *ELSEVIER*, pp.426-435. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2017.08.122>
- Vélez Meza, N. V. (2021). *EVALUACIÓN MORFOAGRONÓMICA DE LA DIVERSIDAD DE LA HIGUERILLA (Ricinus communis L.) PRESENTE EN LA ZONA CENTRO SUR DEL ECUADOR*. Tesis, Universidad Técnica del Norte, Ecuador. Recuperado en Agosto de 2022, de <http://repositorio.utn.edu.ec/bitstream/123456789/11113/2/PG%20824%20TRABAJO%20GRADO.pdf>
- Wenlei, X., Xiaoming, H., & Li, H. (2007). Soybean oil methyl esters preparation using NaX zeolites. *Science Direct*. Recuperado en Octubre de 2022

ANEXOS

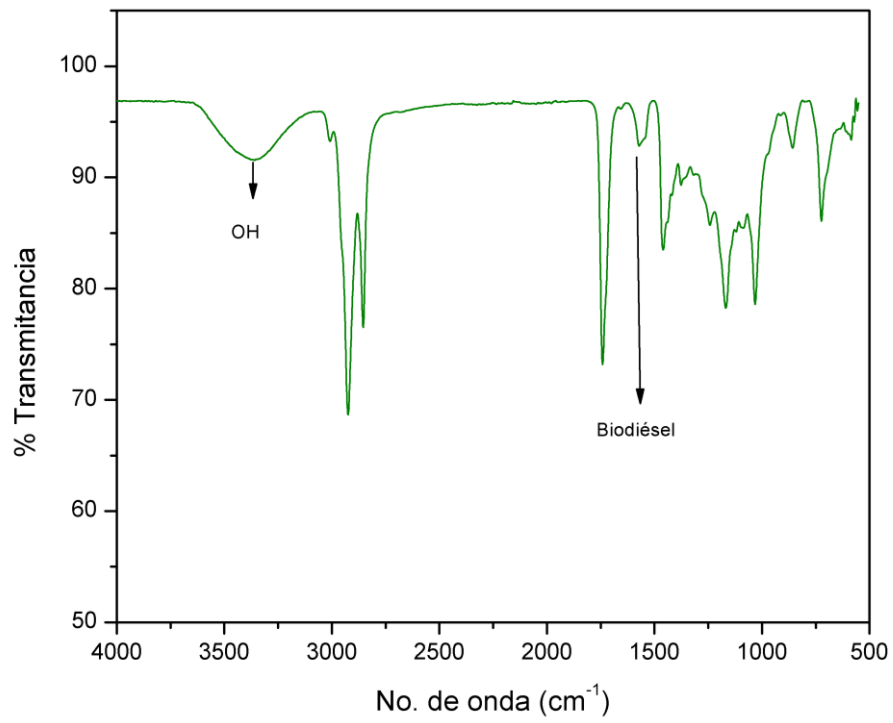


Figura I. Espectro de infrarrojo del experimento 1

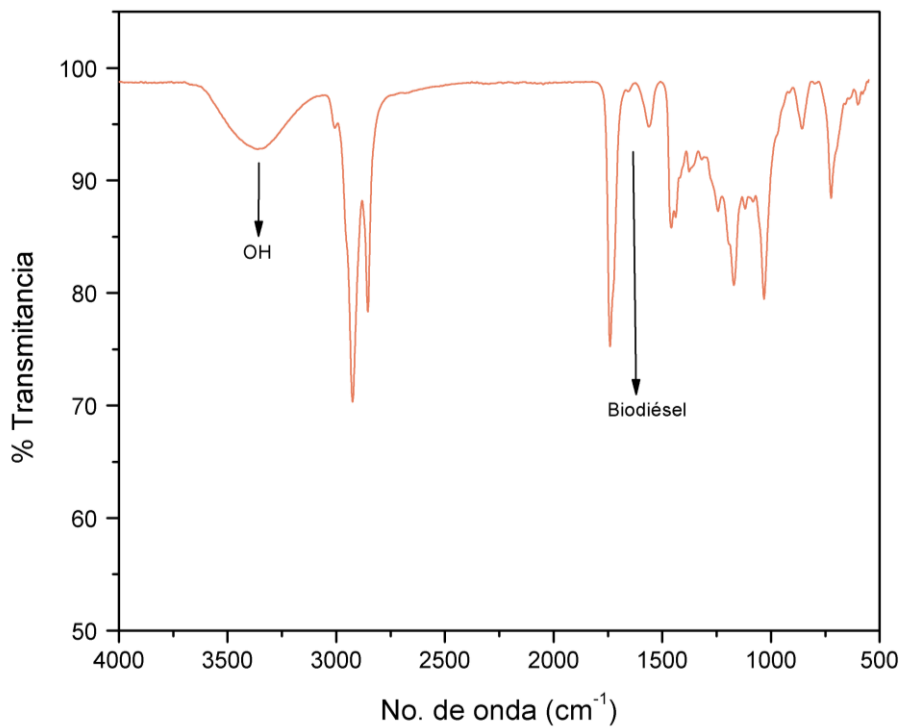


Figura II. Espectro de infrarrojo del experimento 2

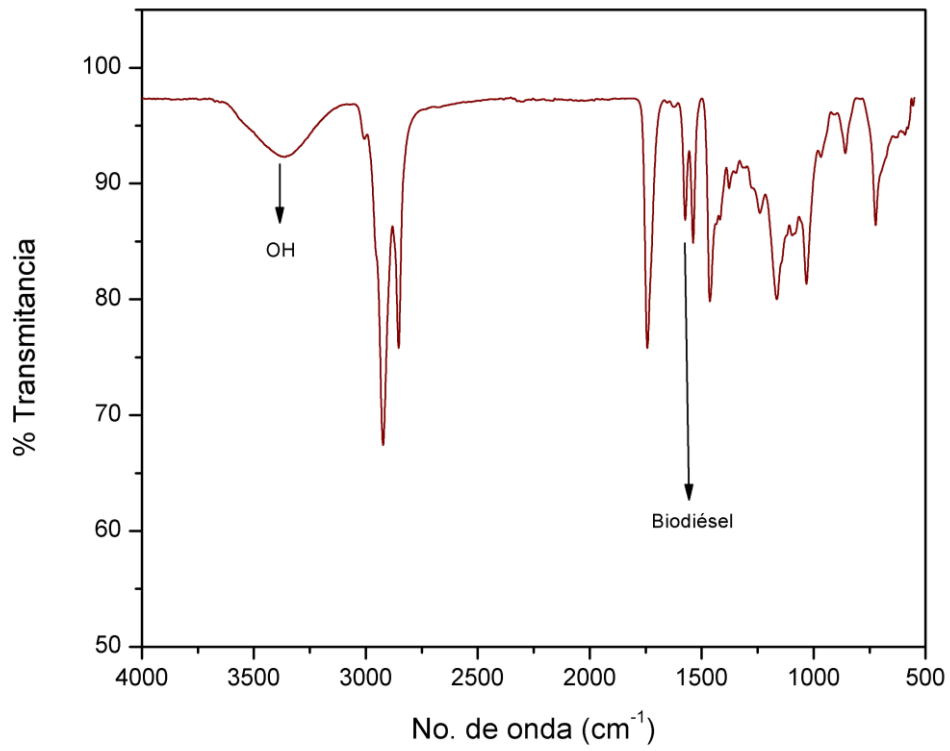


Figura III. Espectro de infrarrojo del experimento 3

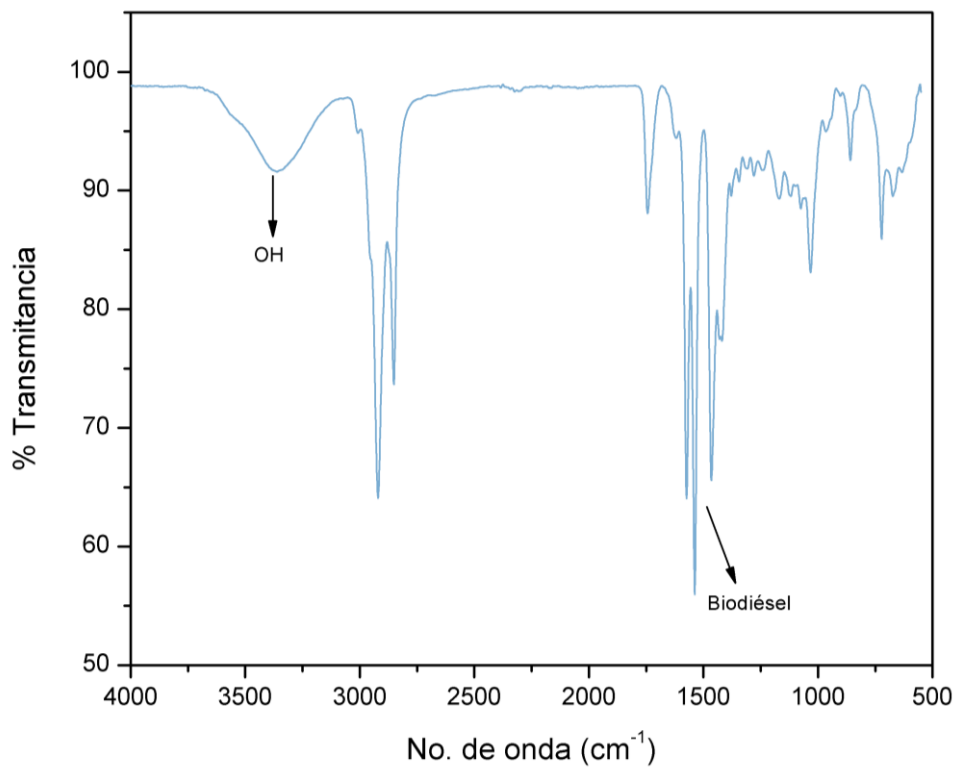


Figura IV. Espectro de infrarrojo del experimento 4

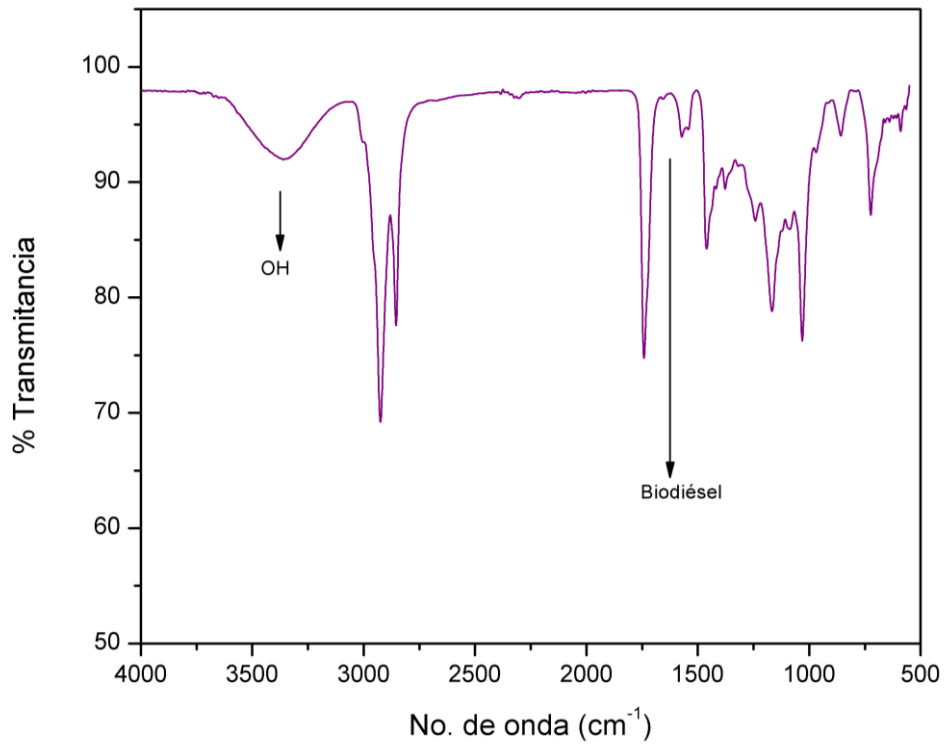


Figura V. Espectro de infrarrojo del experimento 5

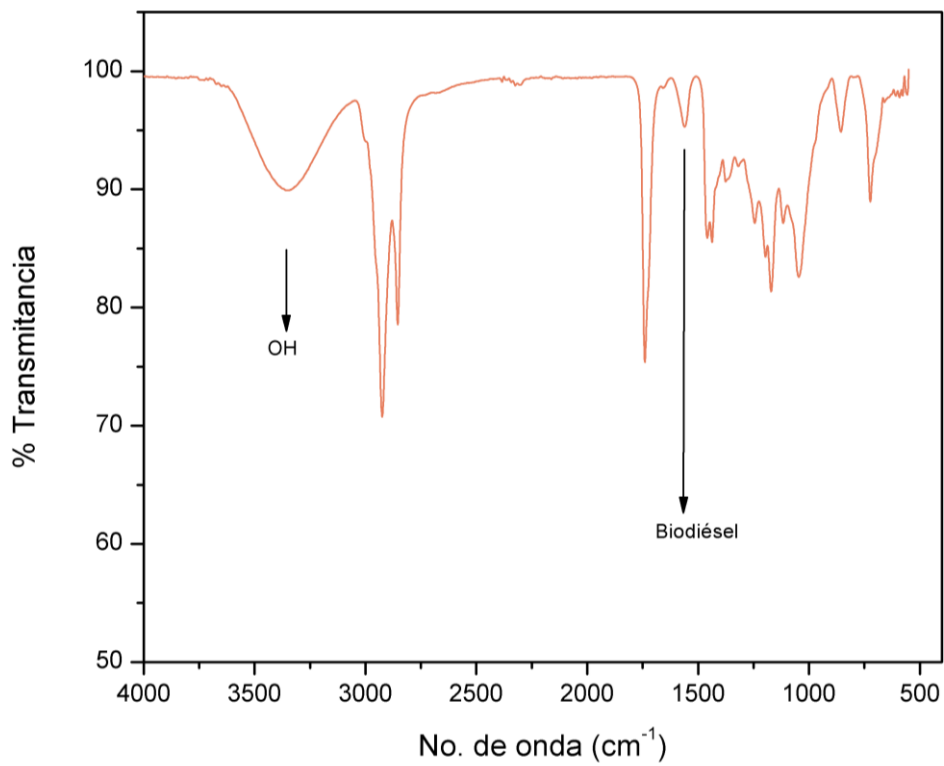


Figura VI. Espectro de infrarrojo del experimento 6

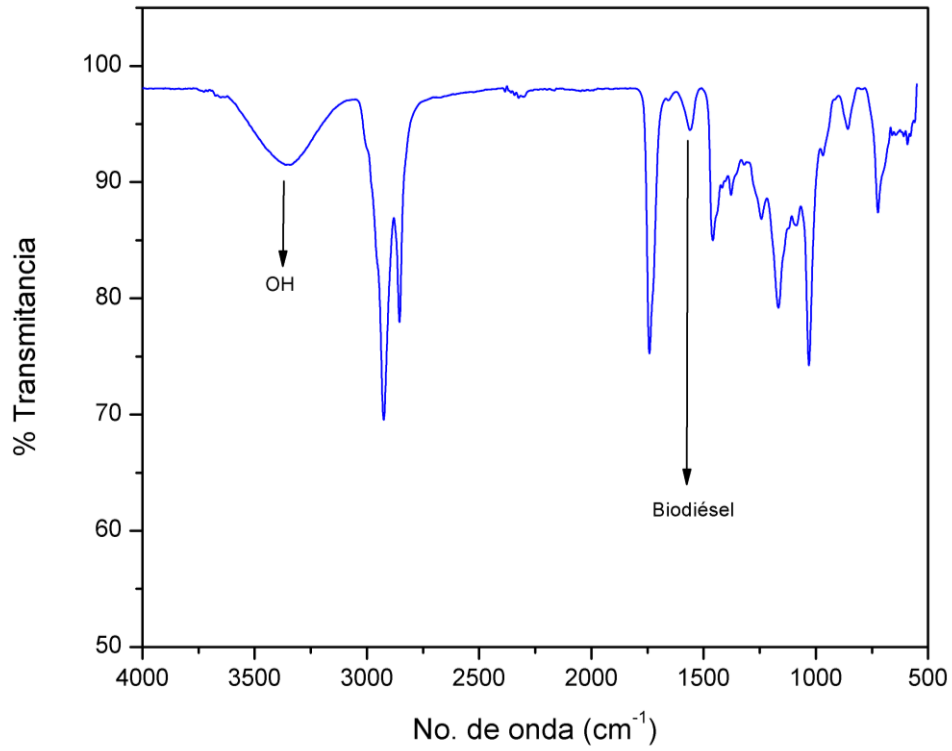


Figura VII. Espectro de infrarrojo del experimento 7

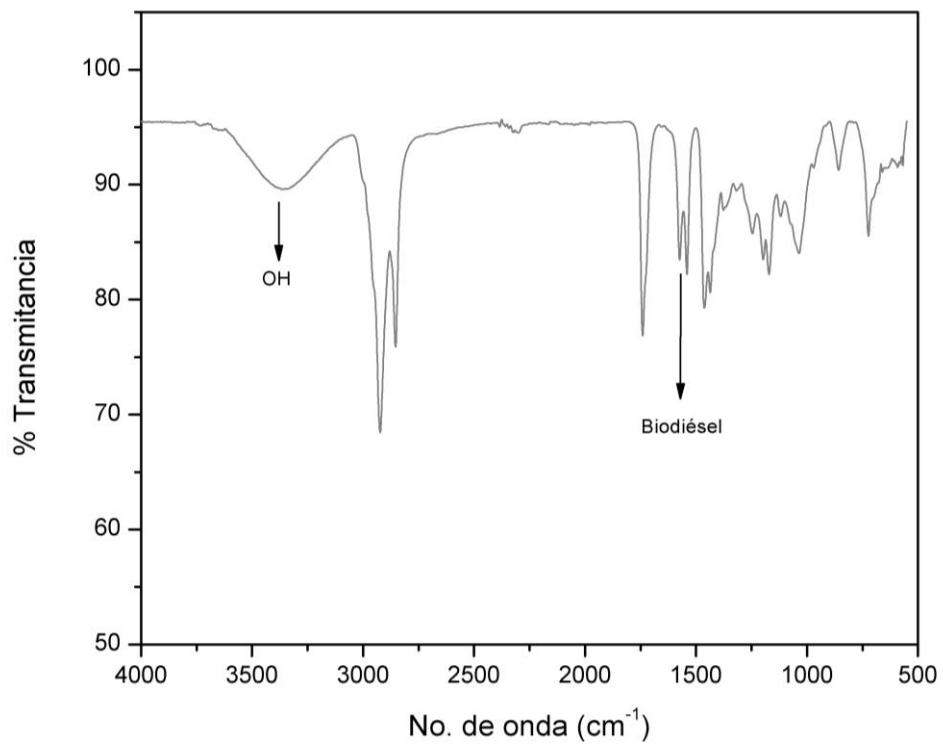


Figura VIII. Espectro de infrarrojo del experimento 8

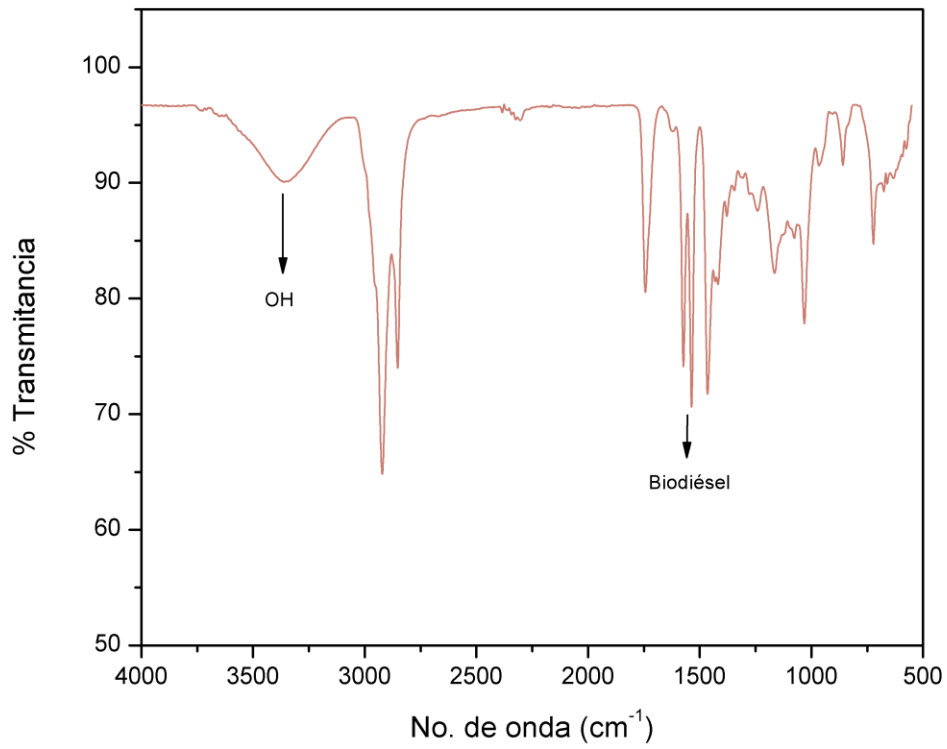


Figura IX. Espectro de infrarrojo del experimento 9

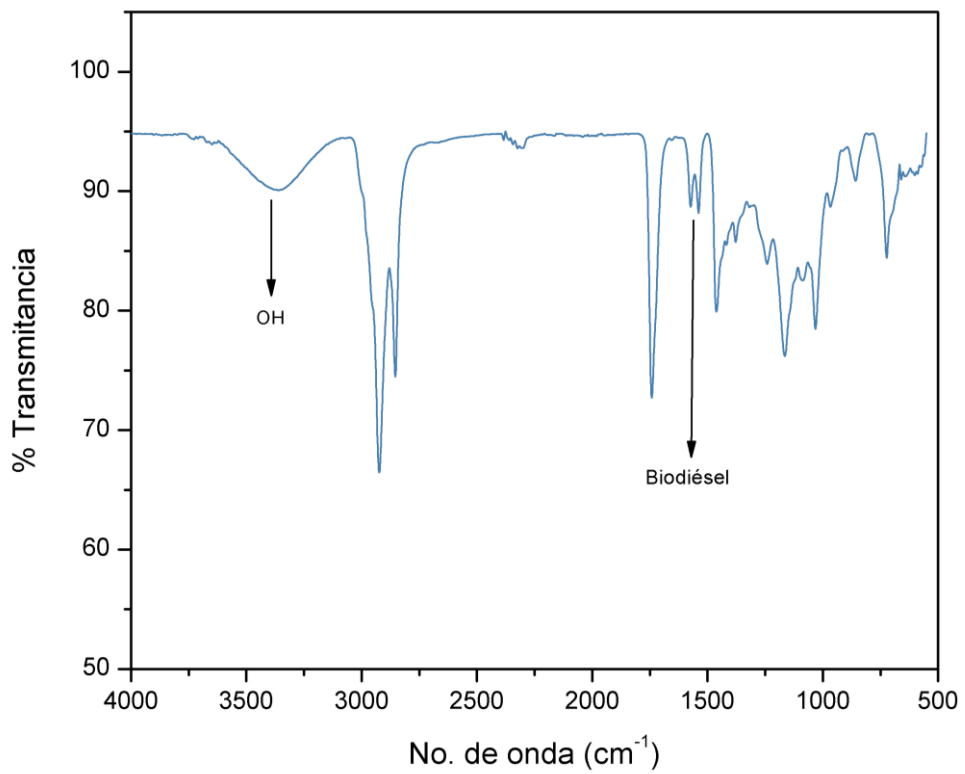


Figura X. Espectro de infrarrojo del experimento 10

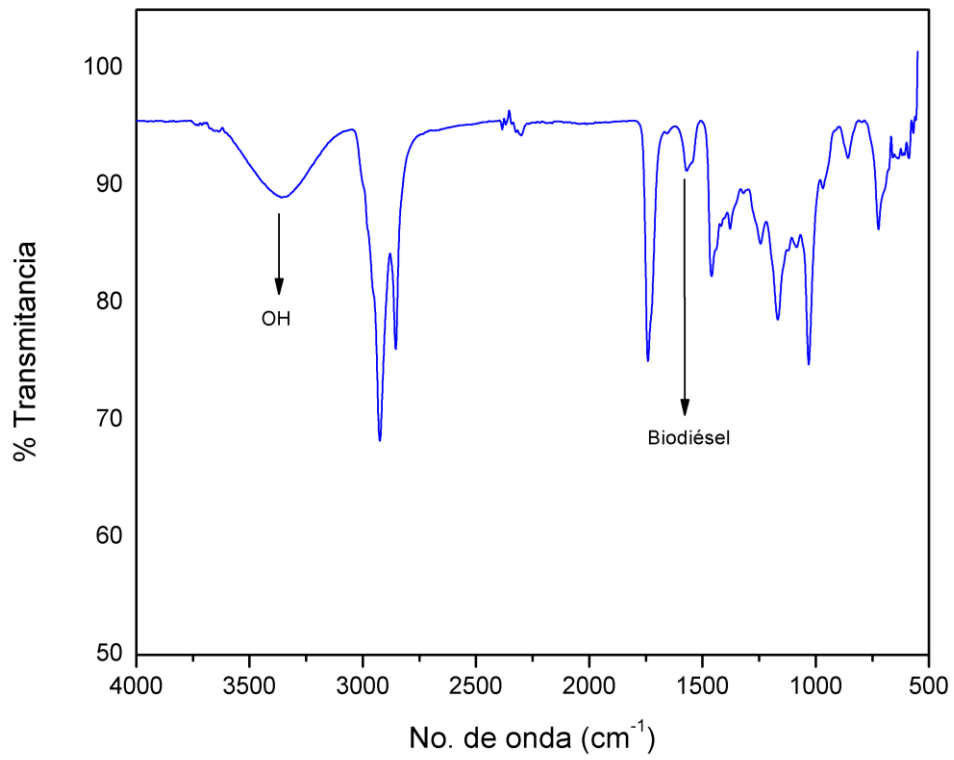


Figura XI. Espectro de infrarrojo del experimento 11

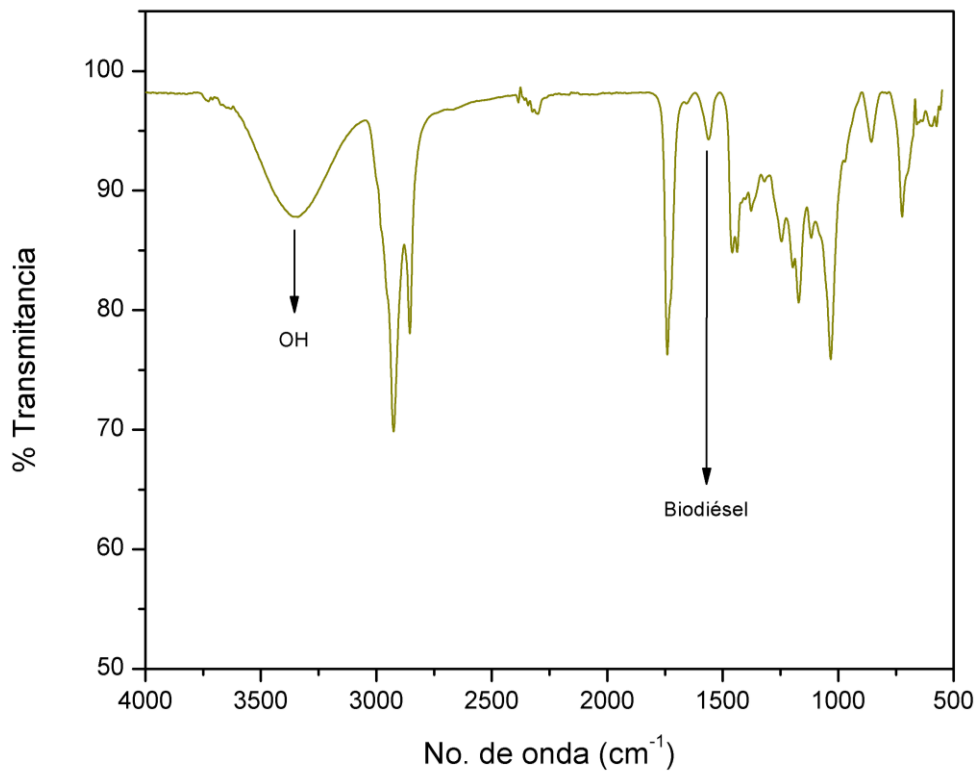


Figura XII. Espectro de infrarrojo del experimento 12