

Producción de ésteres etílicos a partir de aceite de palma RBD

Ethyl ester production from (RBD) palm oil

Oscar Mauricio Martínez Ávila,¹ Francisco José Sánchez Castellanos,² Oscar Yesid Suárez Palacios.⁵

RESUMEN

Este trabajo desarrolla una metodología para la obtención de ésteres etílicos del aceite de palma RBD (refinado, blanqueado y desodorizado), evaluando la fase de transesterificación del aceite y la de separación. En la primera etapa se probaron dos catalizadores (KOH y NaOH), y se estudió el efecto de la presencia de agua en el medio. En la segunda parte se evaluó el proceso de separación utilizando agua y mezclas agua-sal, agua-ácidos, estableciendo cual de ellos ofrece mejores resultados, y las condiciones adecuadas para llevar a cabo la etapa mencionada. Se caracterizaron las materias primas y productos para comparar estos últimos con los obtenidos de la forma tradicional y comprobar la calidad de los ésteres producidos. Se encontró que las diferencias entre ambos son mínimas, por lo que la metodología propuesta permite utilizar los ésteres como materia prima en aplicaciones de la industria oleoquímica. Por otra parte, se puede conseguir un proceso más rentable al utilizado actualmente, dadas las cantidades de agente de separación (solución de H_3PO_4 al 1% en agua). El proceso global alcanzó un rendimiento de 74,4%, con base en el aceite utilizado.

Palabras clave: aceite de palma (RBD), ésteres etílicos, oleoquímica, transesterificación.

ABSTRACT

This work develops a methodology for obtaining ethyl esters from RBD (refined, bleached and deodorised) palm oil by evaluating the oil's transesterification and separation. Two catalysts were first tested (KOH and NaOH) by studying the effect of water presence on the reaction. The separation process was then evaluated by using water and water-salt and water-acid mixtures, establishing the agent offering the best results and carrying out the purification stage. Raw materials and products were characterised for comparing the latter with those obtained by traditional means and verifying the quality of the esters so produced; minimum differences were found between both. The proposed methodology thus allows esters to be used as raw material in petrochemical industry applications. A more profitable process can be obtained compared to those used today, given the amounts of separation agent so established (1% H_3PO_4 solution, in water). The overall process achieved 74.4% yield, based on the oil being used.

Keywords: palm oil (RBD), ethyl ester, oleochemical, transesterification.

Recibido: diciembre 5 de 2006

Aceptado: junio 7 de 2007

Introducción

La oleoquímica es un sector de la industria que ha cobrado gran importancia en los últimos años debido a la posibilidad de obtener numerosos productos intermedios o terminados a partir de fuentes renovables. En el entorno de nuestro país es de vital importancia el estudio de este sector, dado que Colombia es un país rico en recursos vegetales que hasta el momento no han sido explotados en todo su potencial; en particular, al hablar de ésteres etílicos de aceite de palma se debe reconocer en ellos una fuente importante como materia prima para otros procesos, principalmente los rela-

cionados con agentes de actividad superficial, aditivos para tintas, solventes, espesantes, agentes dispersantes, pinturas, entre otros.

La producción de ésteres derivados de aceites vegetales, como el de palma, normalmente envuelve el uso de metanol como reactivo para la transesterificación, utilizando hidróxido de potasio o de sodio como catalizadores. En el área de la oleoquímica, este proceso tiende a ser desplazado por el uso de etanol, gracias al aumento en su producción.

¹ Ingeniero químico, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá. ommartineza@unal.edu.co.

² Ingeniero químico. Químico. M.Sc., ingeniería química. Dr. Sc., química. Profesor, Departamento de Ingeniería Química y Ambiental, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá. fjsanchezc@unal.edu.co

³ Ingeniero químico. M.Sc., ingeniería química. Profesor, Departamento de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá. Profesor, Universidad de América, Bogotá, Colombia. oysuarezp@unal.edu.co

La utilización de etanol abarca una serie de condiciones, tanto a favor como en contra, que permiten poner en consideración los métodos que en la actualidad se utilizan para producir ésteres grasos, por lo cual este estudio busca encontrar el conjunto de condiciones apropiadas para obtener un producto apto para ser utilizado como materia prima en los procesos involucrados en la industria oleoquímica, dándole un valor agregado a estas importantes materias primas (Narváez *et al.*, 2004).

Este trabajo hace parte del proyecto de investigación en el grupo de procesos oleoquímicos del Departamento de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá; la investigación se desarrolló en el laboratorio de catálisis de los laboratorios de Ingeniería Química de la Universidad.

Reacción

La transesterificación de aceites vegetales o grasas animales con alcoholes ha sido examinada utilizando diversas materias primas en busca, principalmente, de sustitutos energéticos de los derivados del petróleo; en la gran mayoría de los estudios utilizan metanol como reactivo. El procedimiento más empleado para obtener ésteres grasos consiste en una reacción de transesterificación, esta es resultado de tres reacciones reversibles consecutivas: transesterificación parcial del triglicérido para formar el diglicérido, transesterificación parcial del diglicérido para formar el monoglicérido, y transesterificación parcial del monoglicérido para formar el éster y glicerina (Freedman y Pryde, 1986). La reacción global se aprecia en la Figura 1.

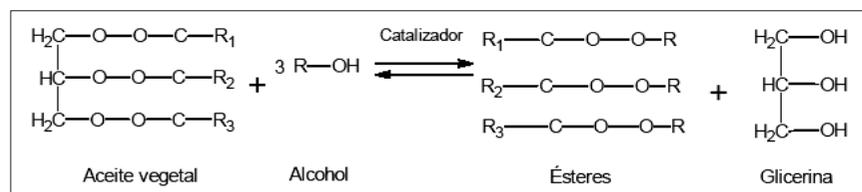


Figura 1. Reacción de transesterificación general

La catálisis de la reacción abarca varias posibilidades: catálisis homogénea alcalina o ácida, catálisis heterogénea alcalina o ácida, catálisis enzimática y reacción en condiciones supercríticas. De estas la más aplicada es la vía homogénea alcalina (Dermibas, 2002).

Los hidróxidos y metóxidos de potasio y sodio son los catalizadores preferidos por su actividad y disponibilidad, aunque los últimos poseen un mayor costo (Khan, 2002).

Según Freedman *et al.* (1984), Peterson y Scarrah (1984) y Schuchardt *et al.* (1998), las variables a ser consideradas en el proceso de reacción son:

- La presencia de agua y ácidos grasos libres, que afectan negativamente la reacción pues generan emulsificación de la glicerina sobre la fase orgánica. También generan hidrólisis de los triglicéridos y formación de jabones en

el medio, dificultando la separación. Se recomienda que las materias primas estén libres de agua y tengan un valor ácido menor a 1 mg KOH/g.

- La relación alcohol/aceite influye de manera importante en la formación de los ésteres, pues a medida que crece, la cantidad de intermedios (mono y diglicéridos) disminuye, alcanzando la mejor conversión cuando la relación es 6/1 molar; por encima de este valor no hay cambios notables.
- La temperatura de reacción influye de manera positiva en la velocidad de reacción, aunque, para periodos de reacción prolongados la cantidad final de ésteres producidos tiende a ser la misma a cualquier temperatura. Lo más usual es que la temperatura de reacción sea la de ebullición del alcohol empleado.
- Cuando la catálisis es alcalina, los catalizadores más efectivos son los alcóxidos de sodio, pero por su elevado costo son poco requeridos industrialmente; al comparar el KOH y el NaOH, es mejor el último dado que su peso molecular es menor, de manera tal que una menor cantidad logrará el mismo efecto.
- Respecto a catalizadores heterogéneos, se ha encontrado que el CaO, el K₂CO₃ y el Na₂CO₃ tienen la mayor actividad catalítica, aunque esta es menor que la de las bases solubles. En cuanto a los catalizadores ácidos, algunas zeolitas como la NaCsXa presentan actividad para la metanólisis, pero como en el caso alcalino, menor a la de los catalizadores homogéneos como el H₂SO₄.
- Cantidades grandes de catalizador permiten mejores conversiones, pero provocan la formación de jabones y la emulsificación de la mezcla. Se recomienda que la

proporción de catalizador esté entre 1% y 1,5% (w/w) respecto de la materia prima oleosa.

Separación de los ésteres

Después de la reacción se obtiene una mezcla de ésteres, glicerina, catalizador y exceso de alcohol, que debe ser tratada. En todos los casos, independientemente del alcohol utilizado, se pretende retirar los componentes polares de la mezcla empleando un agente de extracción; algunas veces este proceso se facilita, pues se da la formación de dos fases; pero en otros casos, como en el de etanol y aceite de palma, la mezcla es homogénea.

A la extracción, cuando se utiliza agua (que es en la actualidad el agente más utilizado) se le denomina lavado, y consiste esencialmente en adicionar el agua por aspersión sobre la mezcla. Las gotas de tamaño fino generan una gran área de transferencia de masa evitando aplicar agitación, pues de lo contrario los componentes presentes se emulsionan formando una mezcla inseparable (Ocampo, 2001).

Como resultado de la operación se forman una fase rica en ésteres (no polar) y otra rica en glicerina, etanol, catalizador y agente de separación (polar), en ocasiones se crean emul-

siones en medio de las fases que deben dejarse decantar por periodos prolongados para que puedan retirarse (Korus *et al.*, 2000). Es común que el lavado se efectúe por lotes, en los cuales las cantidades adicionadas de agua van desde la mitad del volumen de éster a lavar, hasta el doble del mismo; la operación se efectúa a temperaturas entre los 40 y 50°C (Peterson *et al.*, 1996).

Existen otros métodos de lavado que permiten menores tiempos de operación aunque pueden generar problemas en el producto final, por ejemplo, el método de burbujeo de agua ocasiona mezclado y oxidación del éster. Para aumentar la eficiencia del lavado se puede mezclar el agua con sustancias que ayudan en el proceso de separación, esencialmente ácidos, estos evitan la emulsificación de los componentes presentes en la mezcla y neutralizan al catalizador. El ácido más frecuentado es el acético (10% w/w), que se adiciona en relación 1:2 en tres lavados, seguidos de un cuarto lavado con agua desionizada.

La operación de lavado involucra básicamente dificultades de transferencia de masa, y debe llevarse a cabo en varias etapas que aseguren un grado de pureza óptimo de los ésteres. Es por esto que los lavados se efectúan en equipos que promueven la interacción entre las fases sin realizar agitación, como el utilizado por Korus *et al.*, (2000).

Como último paso en la obtención de ésteres grasos, se obtiene una purificación mediante la evaporación del alcohol y del agua remanente por medio de una destilación al vacío (Bouaid *et al.*, 2005).

Desarrollo experimental

El proceso de experimentación se llevó bajo dos aspectos, el primero con relación a la reacción, evaluando las condiciones más relevantes sobre la misma, y el segundo atinente a la separación de los ésteres de la mezcla producida en la reacción. Las materias primas fueron obtenidas por su compra directa en el mercado nacional; tanto el aceite refinado como el alcohol, en Intergrasas y Quidiscol Ltda., respectivamente.

La ruta seleccionada para el estudio de la producción de etil ésteres de palma, consistió en evaluar el rendimiento de la reacción, y con tal indicador se estableció la mejor alternativa en esta etapa del proceso. Partiendo de los dos mejores resultados encontrados para la reacción se evaluó la etapa de separación, abordando en primera instancia una etapa exploratoria, en la cual, se confrontaron como

agentes de separación agua, agua-sal y mezclas agua-ácidos. Una vez encontrado el mejor resultado, se variaron otras condiciones de separación recurriendo al agente de mejor comportamiento.

Reacción

Se evaluó el efecto que tiene la cantidad de agua en el medio utilizando etanol con dos concentraciones diferentes, 95% (azeotrópico) y 99,9% (absoluto). También se emplearon KOH y NaOH como catalizadores en dos tiempos de reacción, tal como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Diseño de experimentos sobre la etapa de reacción

Variables	Niveles	
	A(-)	B(+)
1 Catalizador	KOH	NaOH
2 Contenido de agua	EtOH 95%	EtOH 99.9%
3 Tiempo	120 min.	150 min.

Como parámetros de reacción se mantuvo una relación molar alcohol/aceite en 6:1, la cantidad de catalizador empleada fue de 1% (w/w) respecto del aceite, la agitación fue de 60 rpm y la temperatura se fijó en 72°C (punto de ebullición del etanol a la presión de trabajo). Se utilizó un reactor de 500 ml para desarrollar cada uno de los ensayos propuestos, cargando una cantidad cercana al 75% del volumen de este. El esquema del montaje se muestra en la Figura 2.

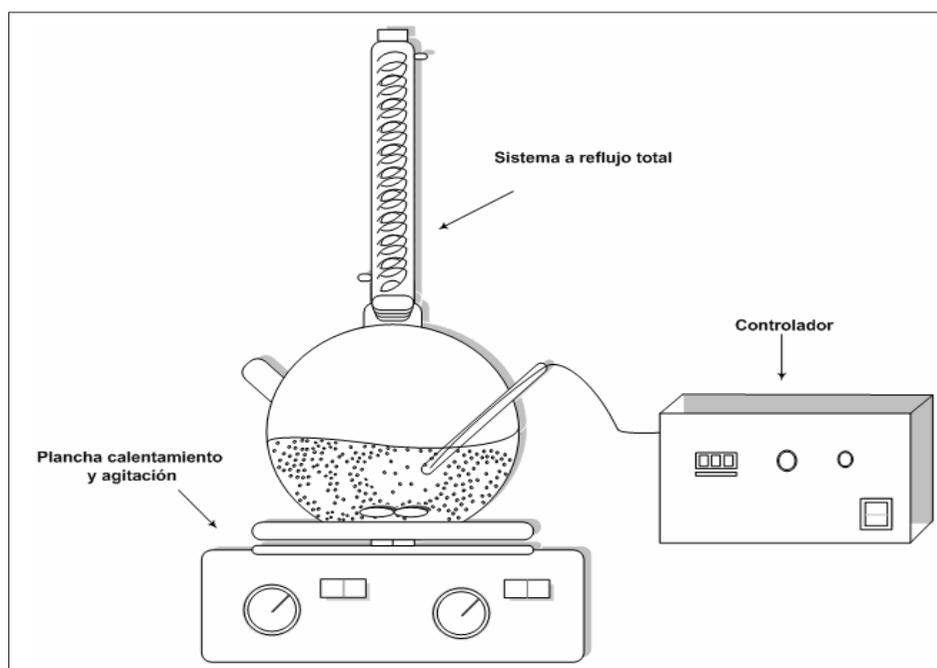


Figura 2. Montaje utilizado para la reacción

Como técnica de análisis se empleó cromatografía de gases (GC), siguiendo el procedimiento descrito por Narváez *et al.*, (2005). El equipo adscrito fue un cromatógrafo Agilent Technologies 6820, equipado con una columna capilar de silica fundida (SGE Aluminium clad HTS, longitud de 12 m, de 530 µm de diámetro, grosor de película de 0,15 µm) y un

detector FID. El gas de arrastre es nitrógeno, que se regula a un caudal de 8 ml/min. Para la operación de detección se utiliza aire sintético seco (400 ml/min.) e hidrógeno (30 ml/min.). La determinación de las áreas de pico se lleva a cabo con el software Cerity, bajo los siguientes parámetros:

Debido a que los mono y diglicéridos poseen tiempos de residencia muy similares a los de los triglicéridos, las muestras deben hacerse reaccionar con N,N-bis(trimetilsilil) trifluoroacetamida (agente sililante) para producir derivados que sean más volátiles y de esta manera los monoglicéridos y diglicéridos sean detectables y cuantificables. La reacción de "sililación" es catalizada con piridina. El solvente para preparación de muestras es hexano y la cuantificación se lleva a cabo recurriendo a la tricaprina como estándar interno.

Para la cuantificación se tienen en cuenta los siguientes tiempos de residencia:

- Palmitato de etilo (3,5-4,2 min.)
- Oleato de etilo (4,21-5,2 min.)
- DL- α -monopalmitina (5,21-8 min.)
- Dipalmitina (11-14 min.)
- Aceite de palma (14,1-18 min.)
- Tricaprina (9-10,9 min.)

La preparación de las muestras (Figura 3) se ejecuta como lo propone Suárez (2006).

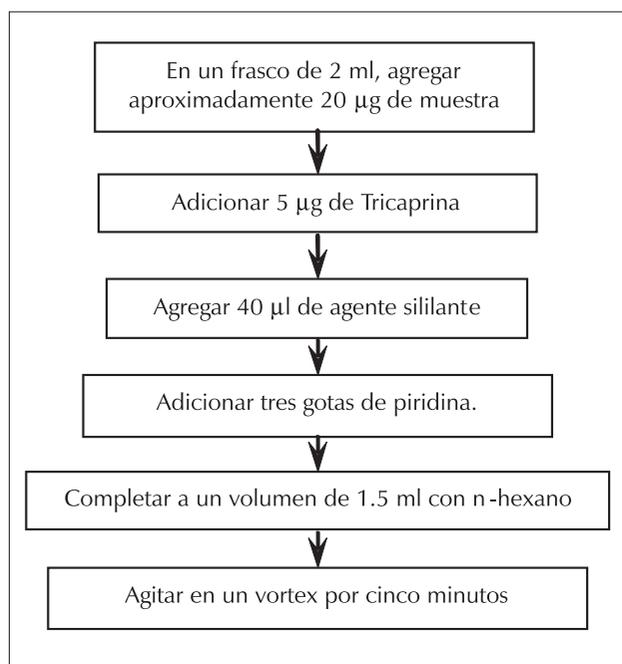


Figura 3. Procedimiento para la preparación de las muestras (Suárez, 2006)

Separación de los ésteres

En esta etapa se buscó, en primer lugar, encontrar un agente que propicie la separación, aplicando la menor agitación

posible y evitando la formación de emulsiones. Los criterios de evaluación se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Criterios para la determinación del agente de separación

Criterio	Descripción
Propiedades físicas de la fase liviana (ρ, η)	Cuando la mezcla se lava, la fase orgánica aumenta en su concentración de ésteres, entonces las propiedades de esta fase deben ser las del producto final.
pH de las aguas de lavado	El cambio en el pH evidencia que hay una remoción del catalizador (alcalino), y debe variar de acuerdo al agente utilizado.
Emulsificación de las fases	La facilidad con que se separan las fases es un claro indicativo de la efectividad del agente; a menor grado de emulsificación, mejor será el agente. Este es un aspecto clave en la separación con relación al rendimiento.
Cantidad separada	El agente debe arrastrar únicamente los compuestos polares, idealmente no debe retirar éster de la fase orgánica.
Tiempo de separación	A menor tiempo, mejor será el agente de separación, pues esto reduce los largos tiempos que actualmente se emplean.
Número de lavados realizados	Debido a las diferencias en los agentes de separación, se empleará mayor o menor cantidad de lavados para alcanzar una condición final idéntica. El mejor agente en este caso es el que requiera de menor número de lavados.

Los ensayos efectuados sobre la etapa de separación se resumen en la Tabla 3, para cada ensayo se emplearon 35 ml de mezcla sin tratar y se procedió a adicionar el agente por aspersión sobre un recipiente cilíndrico que contenía previamente la mezcla a las condiciones requeridas.

Tabla 3. Diseño de experimentos para la etapa de separación

Ensayo	A. Separación	$T_{\text{separación}} (^{\circ}\text{C})$	Agitación ⁴
1	Agua	18	(-)
2		18	(+)
3		50	(-)
4		50	(+)
5	Agua-Sal	18	(-)
6		18	(+)
7		50	(-)
8		50	(+)
9	Agua-A. acético	18	(-)
10		18	(+)
11		50	(-)
12		50	(+)
13	Agua-A. fosfórico	18	(-)
14		18	(+)
15		50	(-)
16		50	(+)

Agente de separación

Una vez determinado el agente de separación que brinda las condiciones más favorables a la etapa, se procedió a establecer el escenario puntual sobre el cual dicho agente permite una separación adecuada de los ésteres etílicos de palma. Se

⁴ (-) denota que no se agitó durante la separación, por el contrario (+) indica 10 rpm.

desarrollaron los ensayos propuestos en la Tabla 4, donde el valor a determinar es la concentración de H_3PO_4 en el agua de lavado; de esta forma se fijó una cantidad máxima a ser adicionada de H_3PO_4 que evite catalizar la hidrólisis de los ésteres y aumentar el valor ácido del producto.

Tabla 4. Diseño de experimentos sobre la solución de ácido fosfórico en agua⁵

Ensayo	Sln. H_3PO_4 (% w/w)	$T_{separación}$ (°C)
1	10,0	50
2	5,0	50
3	1,0	50
4	10,0	18
5	5,0	18
6	1,0	18

El esquema de la Figura 4 representa el montaje para la realización de los lavados de la mezcla después de reacción. Se empleó un cilindro de vidrio con escala, con una relación L/D de 5; en todos los casos el agente de separación se adicionó por aspersión sobre la mezcla, previo acondicionamiento de la misma.

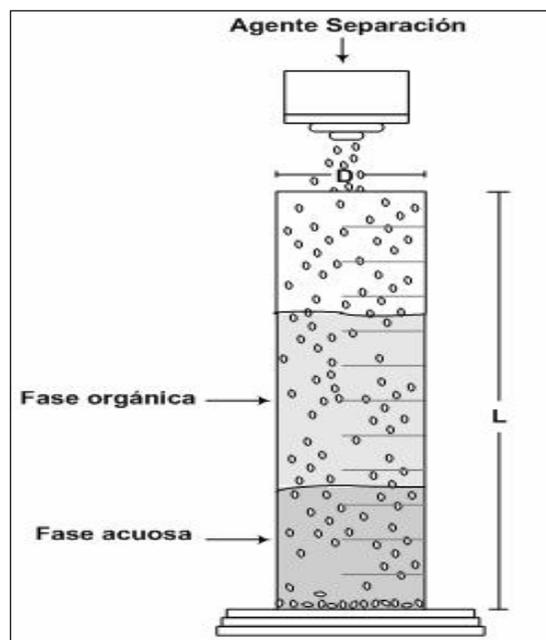


Figura 4. Montaje utilizado para la operación de lavado

Resultados y análisis

Etapas de reacción

En la Tabla 5 se aprecian las composiciones obtenidas para los diferentes ensayos analizados mediante cromatografía. En las Figuras 5a, b, c y d, se exhiben algunos cromatogramas, donde los picos más importantes corresponden a ésteres etílicos (3-5 min.), mono y diglicéridos

(5,2-8 min.), triglicéridos (> 14 min) y el estándar interno (10 min).

Como producto de reacción se obtuvo una mezcla homogénea de color amarillo pálido que, en los ensayos que emplearon KOH como catalizador, posee un olor característico a frutas. Cuando el catalizador fue NaOH la mezcla se solidificó formando un gel, pero este efecto no influye en la etapa de separación, pues al calentar la mezcla se hace líquida y homogénea; dicho gel se debe a la interacción del catalizador sobre los compuestos presentes, pues las sales de sodio son menos solubles que las de potasio. Una vez es retirado el catalizador, el éster conserva su estado líquido. En ninguno de los ensayos realizados se presentó la separación de las fases al cabo de la reacción, es posible que se deba a la presencia de mono y diglicéridos, que son agentes de tensión superficial, provocando la homogeneidad del sistema.

Por estos resultados se puede ver la gran diferencia que existe cuando la reacción es catalizada por NaOH respecto al KOH, pudiéndose afirmar que la mayor actividad catalítica en este caso la posee el hidróxido de sodio pues bajo todas las condiciones siempre se obtuvo una mayor cantidad de ésteres etílicos, en especial cuando no hay presencia de agua en el medio, obteniendo cerca de 30% más de ésteres en el producto. Este efecto se debe en parte a que el KOH tiene un mayor peso molecular, de forma que una misma cantidad de NaOH ejerce un mayor efecto catalítico que el KOH.

Por otra parte, el efecto del agua en la reacción es bastante considerable, pues consigue reducir la producción de los ésteres en cerca de 50%, cuando no hay agua en el medio. El bajo rendimiento genera una cantidad apreciable de MG Y DG, pero a pesar de a esto, la mezcla resultante conserva una apariencia similar a la de los ensayos en los que se utilizó etanol al 99,9%. Entre uno y otro catalizador la diferencia se reduce bajo la presencia de agua y no se aprecia cuál de ellos puede tener un mejor comportamiento frente a esta condición. En ambos casos el agua tiende a formar jabones con el catalizador, reduciendo la actividad catalítica del mismo.

Tabla 5. Ensayos realizados para la etapa de reacción

Ensayo	Variables ⁶			Cantidades producidas % (w/w)			
	1	2	3	Ésteres	Monoglicéridos	Diglicéridos	Triglicéridos
1	-	-	-	17,1	30,5	48,3	4,1
2	-	+	-	36,0	33,6	29,5	0,9
3	-	-	+	20,0	34,0	42,6	3,4
4	-	+	+	48,0	39,8	12,2	0,0
5	+	-	-	18,9	29,4	49,3	2,4
6	+	+	-	68,6	30,9	0,5	0,0
7	+	-	+	22,0	34,0	42,5	1,5
8	+	+	+	79,8	20,2	0,0	0,0

⁵ No se empleó agitación y la cantidad utilizada correspondió a la estequiométrica para neutralizar el catalizador.

⁶ Variables asociadas a las de diseño del experimento propuesto en la tabla 1.

Ester etílico A oct 6 :: 06/10/2006 01:17:11 p.m.

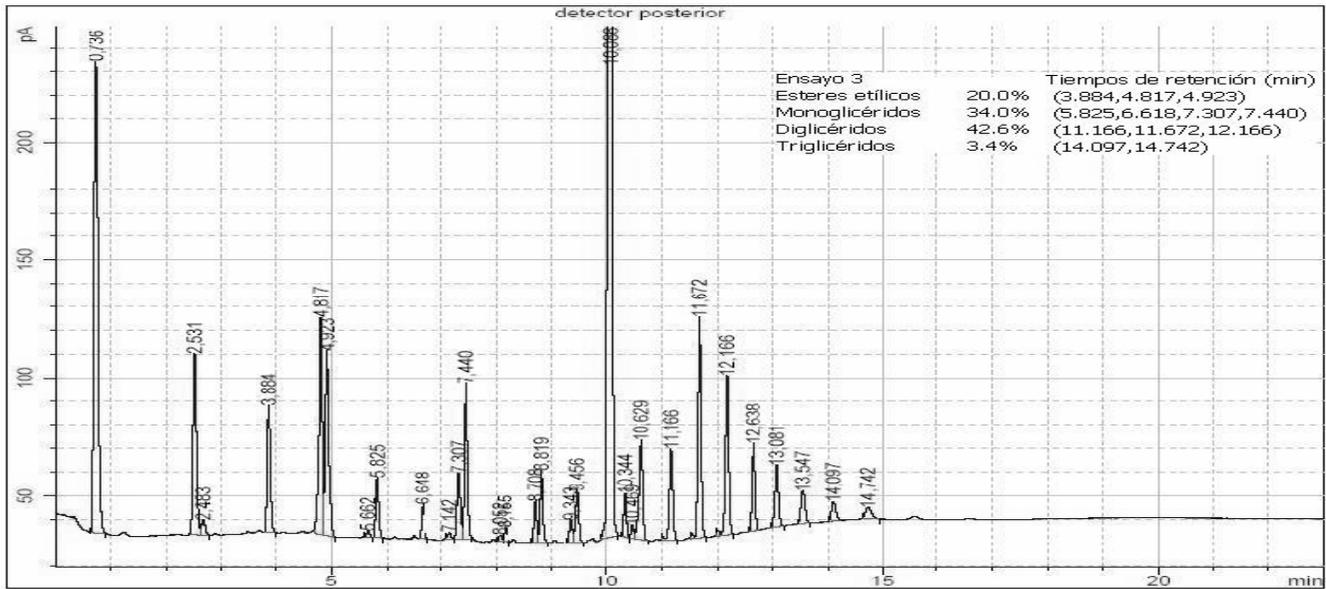


Figura 5a. Cromatografía del ensayo de reacción 3

Ester etílico B oct 6 :: 06/10/2006 01:46:24 p.m.

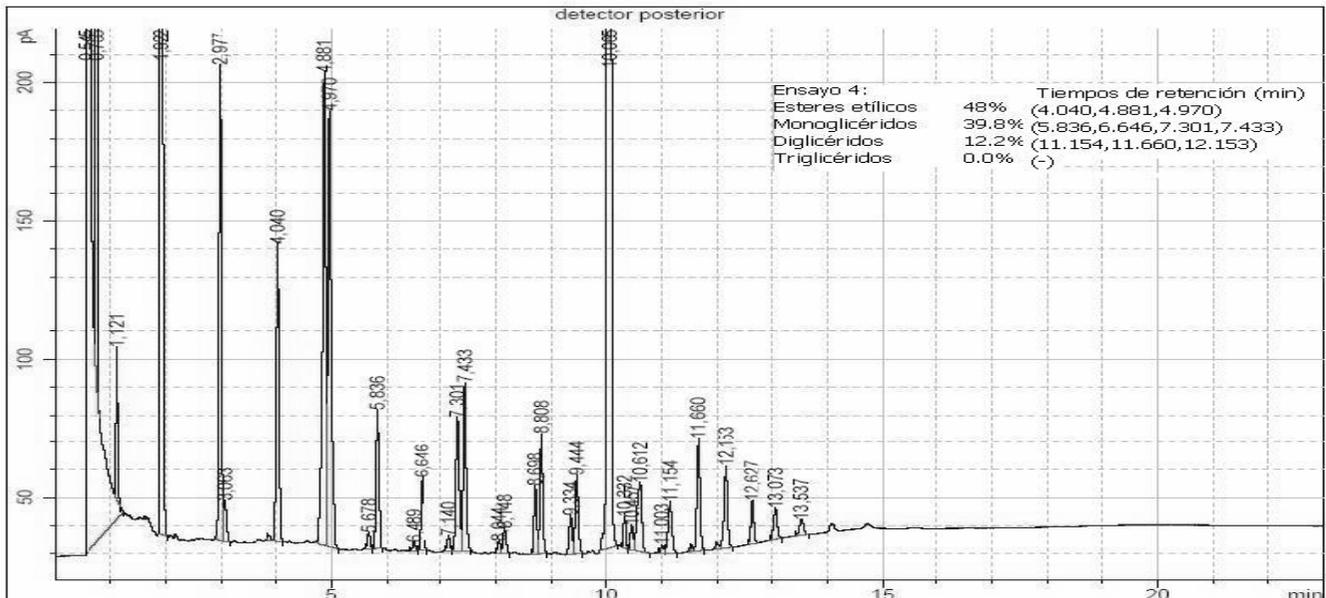


Figura 5b. Cromatografía del ensayo de reacción 4

Etapas de separación

La experimentación se efectuó sobre las muestras obtenidas

en los ensayos 4 y 8 de la etapa de reacción. Se mantuvo constante en cada ensayo el contenido y la cantidad adicionada de agente de separación en un valor de 10% (w/w) y una relación 1:2 del volumen de mezcla a

Tabla 6. Condiciones encontradas para cada agente en la etapa de separación

Parámetro	Agente de separación empleado				Condiciones deseables
	Agua	Agua-Sal	Agua-A. acético	Agua-A. fosfórico	
$G^{20} - \eta^{20}$ éster etílico	0,880-1,4479	0,901-1,4502	0,890-1,4481	0,871-1,4465	(0,86-0,87)-1,4455
pH ⁸	8,3	8,8	8,2	6,6	(6,5-7,5)
Emulsificación	Alta	Ninguna	Escasa	Escasa	Ninguna
Cantidad separada (ml)	12,0	2,0	5,0	7,9	7,4/35 ml ⁹
t separación (min.)	20	Inmediato	5	2	<10
Nº de lavados	3	>5	3	2	Máx. 3

⁷ El valor 10% es la concentración de las sustancias disueltas en agua, para los casos en que aplique.

⁸ El valor especificado se refiere al pH del agua después de 4 lavados, utilizando como cuarto lavado agua por aspersión; los tres primeros lavados utilizan el agente de separación especificado.

⁹ La cantidad 7.4 es la máxima cantidad de etanol en exceso y glicerina presente en 35 ml de mezcla sin tratar.

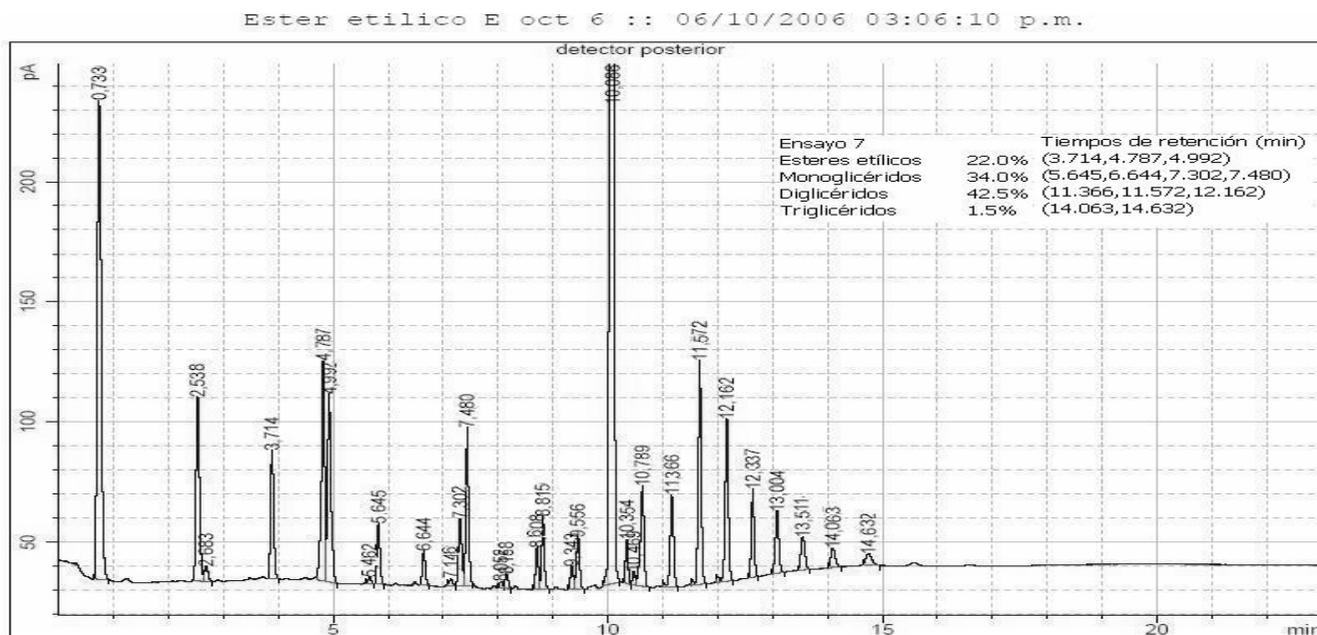


Figura 5c. Cromatografía del ensayo de reacción 7

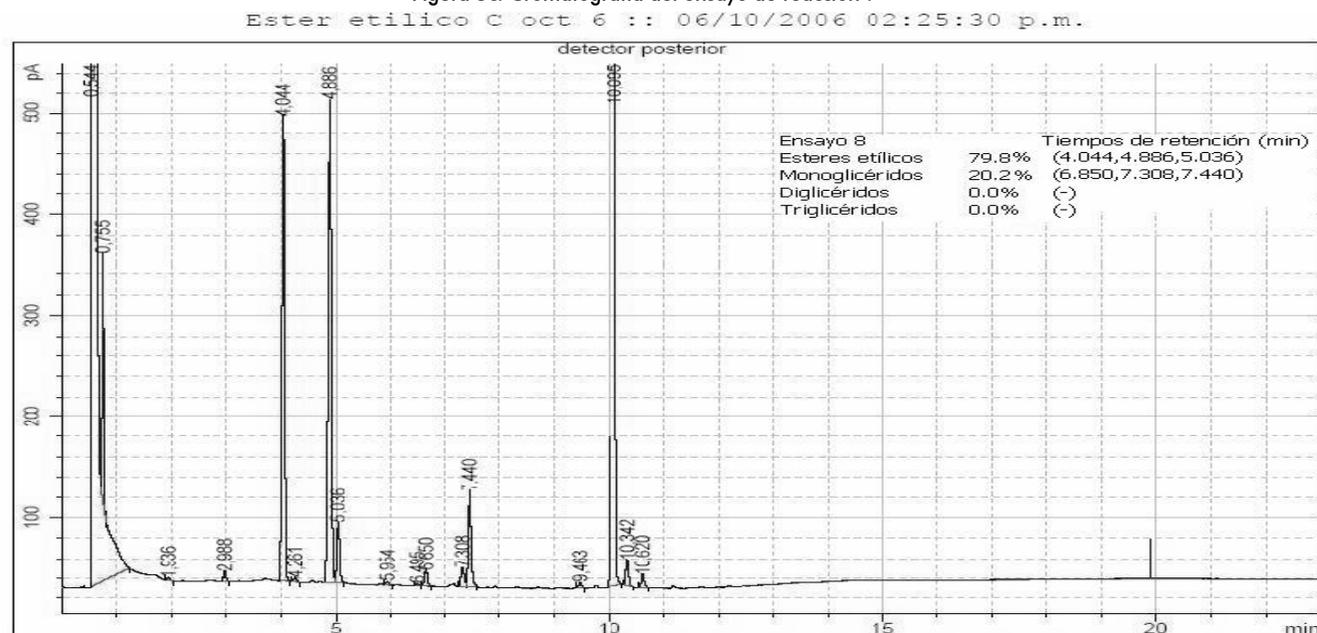


Figura 5d. Cromatografía del ensayo de reacción 8

lavar⁷. La Tabla 6 muestra los mejores resultados para cada agente de separación, y la Tabla 7, una evaluación cualitativa de cada uno de los agentes de separación propuestos bajo los parámetros establecidos, tomando como rango de evaluación de cada ítem entre 1 como menos eficiente, hasta 5 como el de más eficiencia.

Tabla 7. Evaluación de los agentes sobre los parámetros propuestos

Parámetro	Agente de separación empleado			
	Agua	Agua-Sal	Agua-A. acético	Agua-A. fosfórico
Propiedades físicas	3,5	1,5	2,5	3,5
pH	3,0	1,5	3,0	4,5
Emulsificación	1,0	4,0	3,5	3,5
Cantidad separada	1,5	1,5	3,5	4,0
t separación	2,0	4,5	3,0	3,5
Número de lavados	3,5	1,5	3,5	4,5
TOTAL	14,5/30	14,5/30	19/30	23,5/30

La Tabla 7 establece una comparación directa de los agentes de separación estudiados en términos normalizados respecto de los datos de la Tabla 6. La normalización se hizo para poder seleccionar el agente de mejor comportamiento teniendo en cuenta los seis parámetros evaluados.

De forma global, las mejores condiciones se encontraron a un nivel de temperatura alto (50°C) y sin agitación del medio de separación; se halló que hay una gran diferencia en el uso de agua pura a la de ácidos disueltos en esta, pues ellos permiten mejor y más rápida separación, a la vez que son capaces de evitar la emulsificación bajo cierto grado de agitación, aunque ello incrementa el tiempo de separación de las fases y la pérdida de fase éster por arrastre.

El comportamiento de los agentes empleados sobre los ésteres producidos con NaOH y KOH es similar, y no se nota algún cambio significativo en cuanto al proceso, es decir, la separación se da en iguales condiciones; sin embargo al comparar los resultados, dadas las condiciones de los ésteres obtenidos con NaOH, estos presentan mejores características después de la etapa de lavado.

Finalmente, se encontró que las soluciones de ácido fosfórico promueven una fácil y rápida separación de los componentes, obteniendo un producto de características aceptables. En cuanto a los demás agentes empleados, no se encuentran características que se acerquen a las de las soluciones de H_3PO_4 en agua.

Al evaluar el rendimiento de la etapa, respecto a las cantidades separadas, se obtuvo un máximo de 93,2% de productividad, alcanzado al utilizar las soluciones de H_3PO_4 en agua. El cálculo se realizó teniendo en cuenta la cantidad separada frente a la que se esperaba obtener.

$$\text{Rendimiento (\%)} = \left(1 - \frac{\text{ml fase éster separada} - \text{ml fase éster a separar}}{\text{ml fase éster a separar}} \right) * 100$$

Caracterización del aceite de palma (RBD)

La Tabla 8 da a conocer la composición del aceite de palma utilizado en la experimentación. En la Tabla 9 se revela la caracterización físico-química del aceite utilizado. Las Figuras 6a y 6b registran el espectro infrarrojo del aceite.

Tabla 8. Composición del aceite de palma (RBD)

	Ácido	% peso A. Graso
C _{12:0}	Láurico	0,2
C _{14:0}	Mirístico	0,9
C _{16:0}	Palmitico	42,3
C _{18:0}	Estearico	5,4
C _{18:1}	Oleico	40,5
C _{18:2}	Linoleico	10,3
C _{18:3}	Linolénico	0,4

Tabla 9. Características físico-químicas del aceite de palma (RBD)

Característica	Ésteres obtenidos	Ésteres etílicos, patrón
G ²⁰ (densidad relativa)	0,871	0,868-0,878
η^{20} (índice de refracción)	1,4462	1,4455
Viscosidad a 40°C (cSt)	6,0	4,97-5,7
Índice de saponificación (mg KOH/g)	192,2	202,9
Valor ácido (mg KOH/g)	0,1	0,0
P. molecular medio (g/mol)	291,8	276,4
Apariencia (visual)	Translúcido	Translúcido

Del espectro Infrarrojo se notan claramente aquellos rasgos característicos de los ésteres, como las bandas de enlaces C=O sobre los 1.750 cm^{-1} y los picos de mediana magnitud entre 1.400 y 1.000 cm^{-1} que representan los enlaces C-O. Por otra parte, las cadenas alifáticas toman sus bandas características entre 2.800 y 3.000 cm^{-1} y sus respectivas flexiones por debajo de los 1.000 cm^{-1} ; adicionalmente, se nota un pequeño pico a 3.006 cm^{-1} , que representa

las instauraciones de las cadenas del aceite. En la región denominada "huella dactilar" se ubica un pico a 722 cm^{-1} que es debido a la composición de las cadenas del aceite, luego esta característica debe reflejarse también en derivados como los ésteres etílicos.

Caracterización de los ésteres etílicos de palma

Para caracterizar el producto final se midieron las propiedades que se registran en la Tabla 10; además, se tomó el espectro infrarrojo que se encuentra en la Figura 6b para encontrar las semejanzas con el aceite de palma. Se puede apreciar la concordancia existente entre los ésteres producidos y los que tradicionalmente se obtienen, pues las características entre unos y otros son muy similares; de esta forma se puede establecer que el método de obtención que se plantea es adecuado para producir ésteres de calidad aceptable.

De forma semejante al aceite, se evidencian las bandas asociadas a los ésteres, las bandas de enlaces C=O sobre los 1.750 cm^{-1} y los picos de mediana magnitud entre 1.400 y 1.000 cm^{-1} representando los enlaces C-O; también están las bandas que constituyen las cadenas alifáticas entre 2.800 y 3.000 cm^{-1} , y tal como se esperaba, está el pico a 722 cm^{-1} , que coincide con el espectro del aceite, reflejando las particularidades que pueden propiciar las cadenas lineales que lo conforman.

Tabla 10. Características físico-químicas de los ésteres etílicos de palma

Característica	Ésteres obtenidos	Ésteres etílicos, patrón
G ²⁰ (densidad relativa)	0,871	0,868-0,878
η^{20} (índice de refracción)	1,4462	1,4455
Viscosidad a 40°C (cSt)	6,0	4,97-5,7
Índice de saponificación (mg KOH/g)	192,2	202,9
Valor ácido (mg KOH/g)	0,1	0,0
P. molecular medio (g/mol)	291,8	276,4
Apariencia (visual)	Translúcido	Translúcido

Conclusiones

Se encontró un mejor rendimiento de la reacción empleando NaOH como catalizador, lo que permite posteriormente una mejor separación de los ésteres etílicos producidos.

La presencia de agua en la reacción de transesterificación se traduce en un proceso irreversible de saponificación del aceite, por tal motivo la pureza de reactivos y catalizador es un factor de gran importancia en la obtención de los ésteres etílicos de palma.

La metodología utilizada en la etapa de separación evidenció grandes diferencias en el uso de diferentes agentes de separación, encontrando que las soluciones de ácido fosfórico al 1% en agua propician una separación de los etil ésteres de palma en forma fácil y rápida.

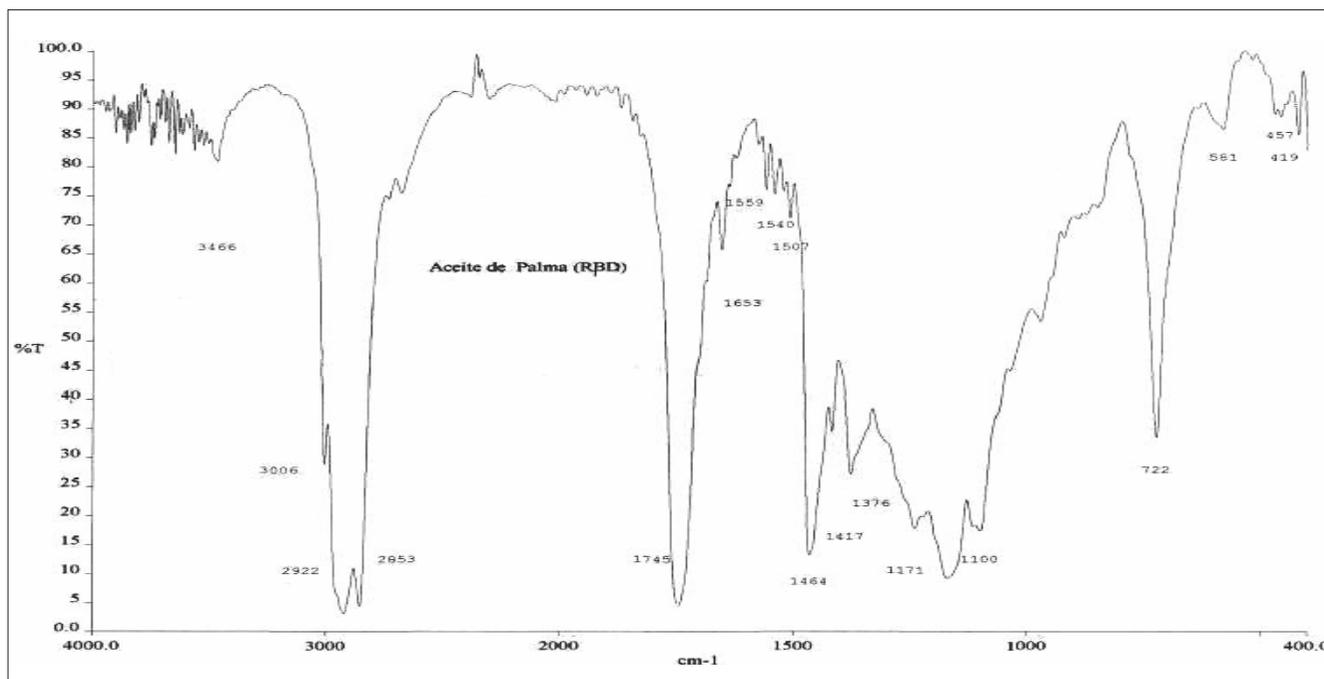


Figura 6a. Espectro Infrarrojo del aceite de palma (RBD)

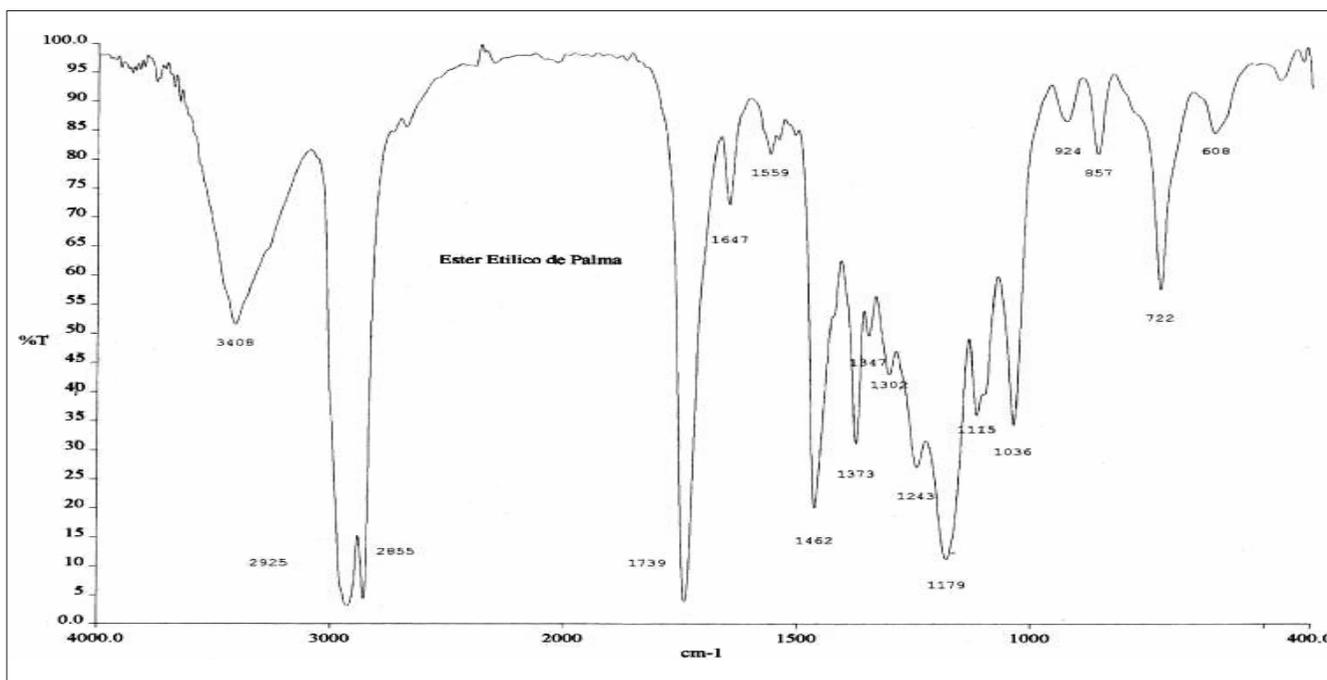


Figura 6b. Espectro Infrarrojo de los ésteres etílicos de palma

No hay una diferencia notable en el uso de soluciones de ácido fosfórico entre 1% y 10% en agua, por lo cual es mejor utilizar el ácido de forma diluida para evitar fenómenos adversos como la hidrólisis o formación de fosfatos.

Comparado con los metil y etil ésteres de palma producidos actualmente, el que se obtuvo mediante la metodología encontrada cumple con los mismos parámetros de evaluación y es apto para aplicar en procesos de la industria oleoquímica.

El rendimiento de la reacción alcanzó un máximo de 79,8%, mientras que la separación tuvo uno cercano al 93,2%, con lo cual el proceso global consigue rendimientos del orden de 74,4% respecto a la cantidad de aceite empleado.

Bibliografía

Bouaid, A., Díaz, Y., Martínez, M., Aracil, J. and Froment, G. F., Pilot plant studies of biodiesel production using Brassica carinata as raw material., En: Catalysis today, Vol. 106, No 1-4, octubre, 2005, pp. 193-196.

Dermibas, A., Biodiesel fuels from vegetables oils via transesterification in supercritical methanol., *Energy Conversion and Magnament.*, Vol. 43, 2002, pp. 2349-2356.

Freedman, B., Pryde, E. H. and Mounts., Variables affecting the yields of fatty esters from transesterified vegetable oils., *Journal of American Oil Chemist Society*, Vol. 61, No 10, 1984, pp. 1638-1643.

Freedman, B. and Pryde, E. H., Transesterification Kinetics of Soybean., *Journal of American Oil Chemist Society*, Vol. 63, No 10, 1986, pp. 1375-1380.

Khan, A. K., Research into biodiesel, kinetics and catalyst development., Tesis, Doctor of philosophy, University of Queensland, department of chemical engineering. Australia, 2002.

Korus, R. A., Dwight, S., Hoffman, N. B, Peterson, Ch. L. and Drown, D. C., Transesterification process to manufacture ethyl ester of rape oil., University of Idaho, Department of chemical engineering, Estados Unidos, 2000.

Narváez, P. C., Sánchez, F. and Torres, J. A., Producción de Biodiesel: Variables asociadas al proceso de transformación., 1er Seminario Internacional en Biocombustibles, Bogotá, 2004.

Narváez, P. C., Torres, J. A., Sánchez, F. y Ponce De León, L. F., Determinación por cromatografía de gases de

alquil ésteres (metílico y etílico) de ácidos grasos, en presencia de mono-, di- y triglicéridos., *Ing. Investig.*, Vol. 25 No. 1 (No. 57), 2005, pp. 58-62.

Ocampo., Transesterificación de aceite de palma con metanol. Trabajo de grado (ingeniero químico). Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Ingeniería Química, Bogotá, 2001.

Peterson, G. R. and Scarrah, W. P., Rapeseed oil transesterification by heterogeneous catalyst., *Journal of American Oil Chemist Society*, Vol, 61, No 11, 1984, pp. 1593-1597.

Peterson, Ch., Möller, G., Haws, R., Zhang, X., Thompson, J. and Reece, D., Optimization of a Batch Type Ethyl Ester Process., University of Idaho, College of Agriculture, 1996.

Schuchardt, U., Sercheli, R. and Vargas, R. M., Transesterification of vegetable oils: a review., *Journal of Brazilian Chemist society*, Vol. 9, No 1, 1998.

Suárez, O. Y., Estudio del MgO soportado en dos tipos de zeolitas como catalizador en la producción de monoglicéridos a partir de ésteres metílicos de la estearina de palma., Tesis, Magíster en Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Ingeniería Química y Ambiental, Bogotá, 2006.

novedades **Alfaomega Colombiana S.A.**



ENCICLOPEDIA DE LA SEGURIDAD INFORMÁTICA

GÓMEZ, Álvaro
Alfaomega-Rama

Resumen de contenido:

Principios básicos de la seguridad informática - Principios de la seguridad informática - políticas, planes y procedimientos de seguridad - Elementos de las políticas de seguridad - La importancia del factor humano en la seguridad, Problemas de seguridad en las redes y sistemas informáticos - Vulnerabilidades de los sistemas informáticos - Amenazas a la seguridad informática - Virus informáticos y otros códigos dañinos - Ciberterrorismo y espionaje en las redes de ordenadores - Respuesta a incidentes de seguridad y planes para la continuidad del negocio., Seguridad en el uso de los servicios de internet - la navegación segura en el World Wide Web - Utilización segura del correo electrónico - la lucha contra el "spam" - El "phishing" y las estafas en Internet

Adquiera nuestros textos en el punto de venta **Alfaomega Carrera 15 No 64a - 29** o en las principales librerías del país.

Afiliarse a nuestro **CLUB DEL CONOCIMIENTO** a través de nuestra página web, y reciba descuentos en nuestro punto de venta, contenidos actualizados vía Internet, información de novedades, prioridad en productos promocionales y entregas a domicilio sin costo adicional.

Visite nuestra página Web:
www.alfaomega.com.co