



Universidad
de La Laguna

Escuela Técnica Superior de

Ingeniería y Tecnología

Grado en Ingeniería Química Industrial

TRABAJO DE FIN DE GRADO

**“Influencia del tipo de riego y suelo en la
calidad tanto del aceite extraído como del
biodiesel producido a partir de cultivos de
Jatropha Curcas”**

Autora:

Marta Suárez Cabrera

Marzo 2011

Tutoras:

Dra. Andrea Brito Alayón

Dra. Karina Rodríguez Espinoza

ÍNDICE

I. RESUMEN	1
II. INTRODUCCIÓN.....	5
2.1. <i>Jatropha Curcas Linnaeus</i>	7
2.1.1. Descripción	7
2.1.2. Distribución geográfica.....	9
2.1.3. Ecología	9
2.1.4. Usos de los productos de <i>Jatropha</i>	10
2.1.5. Composición química de las semillas	11
2.1.6. Rendimiento de las semillas.....	11
2.1.7. Composición química del aceite	13
2.2. Extracción de aceite	14
2.2.1. Extracción mecánica	15
2.2.2. Extracción química	15
2.3. Biodiesel.....	16
2.3.1. Ventajas del biodiesel	17
2.4. Producción de biodiesel	18
2.4.1. Transesterificación	18
2.5. Caracterización del biodiesel	26
III. OBJETIVOS	31
IV. TÉCNICA EXPERIMENTAL	35
4.1. Productos químicos	38
4.2. Semilla de <i>Jatropha Curcas</i>	39
4.3. Preparación de las semillas	40
4.4. Proceso de extracción de aceite	41
4.4.1. Extracción de aceite	42

4.4.2. Filtración de aceite.....	43
4.4.3. Recuperación del hexano.....	43
4.5. Producción de biodiesel.....	44
4.5.1. Esterificación catalítica homogénea ácida.....	44
4.5.2. Transesterificación catalítica homogénea básica.....	46
4.5.3. Lavado y purificación del biocombustible	48
4.6. Caracterización del aceite extraído y el biocombustible obtenido	50
4.6.1. Índice de acidez	50
4.6.2. Viscosidad	52
4.6.3. Densidad	53
4.6.4. Contenido en FAME´s.....	53
4.6.5. Estabilidad a la oxidación.....	55
4.6.6. Índice de Yodo	58
4.6.7. Número de peróxidos	59
V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	61
5.1. Extracción de aceite.....	63
5.1.1. Influencia de las variables de cultivo sobre el rendimiento en semilla blanca.....	64
5.1.2. Influencia de las variables de cultivo sobre la extracción de aceite	65
5.1.3. Caracterización del aceite extraído.....	68
5.2. Obtención del biocombustible	70
5.2.1. Etapa de esterificación.....	72
5.2.2. Etapa de transesterificación	73
5.2.3. Influencia de las variables de cultivo sobre la calidad	78
5.2.4. Variables de cultivos seleccionadas	81
VI. CONCLUSIONES	83
VII. BIBLIOGRAFÍA	89
VIII. ANEXOS	95

ANEXO I..... 97

ANEXO II..... 100



I. RESUMEN

Las amenazas del cambio climático, el incremento de las necesidades energéticas mundiales y la dificultad de la extracción de petróleo a precios competitivos, al ser cada vez más escaso, ha llevado a los países industrializados a promover el desarrollo de tecnologías que permitan obtener fuentes de energía renovable.

La importancia de producir biodiesel a partir de aceites de origen vegetal radica en la reducción de las emisiones de gases generadas por la combustión. El Grupo Mercedes Benz, pionero en estos trabajos está realizando experiencias en la India y en Madagascar, sus ingenieros han calculado que si este tipo de combustibles supliese el 20% del consumo de combustibles fósiles en Europa, se dejarían de emitir 200 millones de CO₂ cada año. Además habría una reducción del 50% de las emisiones de partículas, algunas de las cuales son cancerígenas.

Entre las diversas fuentes de materia prima oleaginosa para la producción de biodiesel se encuentra la *Jatropha Curcas L.* Este arbusto oleaginoso recibe cada vez más atención debido a sus posibles múltiples usos, a su aparente tolerancia a condiciones ambientales desfavorables y a su ciclo productivo que se extiende a más de 40 años.

El aceite de *Jatropha* refinado puede utilizarse directamente como combustible en ciertas aplicaciones o, posterior a un proceso de transesterificación, como biodiesel.

Para el desarrollo de este proyecto, se ha estudiado la obtención de biocombustible a partir de semillas de esta planta. Las semillas utilizadas son de origen Cabo Verde y fueron cultivadas en suelos de Gavia y Fondo de Barranco, tratadas con agua regenerada, con riego superficial y enterrado, con dos dosis de evotranspiración (100% y 75%).

Tanto el aceite extraído como el biocombustible obtenido, se caracterizaron aplicando los procedimientos correspondientes a la norma europea Norma UNE-EN 14214, realizándose análisis de viscosidad, densidad, índice de yodo, índice de acidez, composición en metilésteres (FAME's), estabilidad a la oxidación y número de peróxidos.

Se propone además, para los dos suelos estudiados, los parámetros de cultivo óptimos para esta variedad de *Jatropha* regada con agua regenerada.

English versión

The threats of climate change, increasing global energy needs and the difficulty of extracting oil at competitive price, increasingly scarce, it has led industrialized countries to promote the development of technologies to obtain renewable energy sources.

The importance of producing biodiesel from vegetable oils lies in reducing gas emissions from combustion. The Mercedes Benz Group, pioneer in this work is conducting experiences in India and Madagascar, its engineers have calculated that if this kind of combustible replaces 20% of the consumption of fossil fuels in Europe that will stop the emission on 200 million of CO₂ each year. In addition there would be a 50% reduction of particulate emissions, some of which are carcinogenic.

Among the various sources of oleaginous raw material for the production of biodiesel lies the *Jatropha Curcas L.* This oily bush receiving increasing attention because of its possible multiple uses, its apparent tolerance to adverse environmental conditions and its production cycle extending over 40 years.

Refined *Jatropha* oil can be used directly as fuel in certain applications or, after transesterification process, as biodiesel.

For the development of this project, the production of biofuels from seeds of this plant has been studied. The seeds used have Cabo Verde origin and they are grown in “Fondo de Barranco” and “Gavia” soils, treated with recycled water, with surface and subsurface irrigation, and two doses of evapotranspiration (100% and 75%).

Both, the extracted oil and biodiesel obtained, were characterized using the procedures corresponding to the European standard UNE-EN 14214, performing analysis of viscosity, density, iodine number, acid number, composition on methylesters (FAME's), oxidation stability and peroxides number.

Thereafter, for the two soils studied, the optimal cultures parameters for this variety of *Jatropha* irrigated with recycled water will be determined.

II. INTRODUCCIÓN



Debido a problemas como el cambio climático y la disminución de las reservas petrolíferas, en los últimos años se han incrementado los estudios de nuevas fuentes de energía renovables como los biocombustibles, entre ellos el biodiesel. Este biocombustible es producido en la actualidad a partir de aceites vegetales comestibles como: soja, girasol, entre otros, lo que ocasiona un conflicto con la industria alimentaria, ya que los mismos son utilizados principalmente para el consumo. De aquí el creciente interés en utilizar aceite de *Jatropha Curcas L.* para producir Biodiesel, ya que no es comestible, eliminando así este conflicto.

2.1. *Jatropha Curcas Linnaeus*

En este apartado, se describen las características básicas y globales de la *Jatropha*. Se incluye la descripción, distribución geográfica, aplicaciones y composición de la *Jatropha* y su aceite, así como su rendimiento y sostenibilidad.

2.1.1. Descripción

La *Jatropha Curcas* es un arbusto oleaginoso de la familia *Euphorbiaceae*, de las que se conocen aproximadamente 170 especies diferentes (Kumar y Sharma, 2008). Es la única planta oleaginosa cuyo ciclo productivo se extiende a más de 40 años. Sobrevive y crece en terrenos marginales y erosionados, resistiendo altas temperaturas, sequías y variados niveles de pH. Estas características hacen que las plantas de *Jatropha* sean una especie utilizada para recuperación de suelos, teniendo un impacto ambiental positivo desde este punto de vista.

Se trata de un árbol de 4 a 8 metros de altura con un sistema radicular compuesto de 3 o 4 raíces laterales primarias cercanas a la superficie del suelo y una vertical que puede alcanzar más de 5 metros de profundidad. Su fruto en forma de nuez contiene tres semillas de color negro de una longitud de 2 a 3 cm de largo y 1 de ancho.

Las semillas contienen distintos componentes tóxicos (ésteres de forbol, curcin, inhibidores de tripsina, lectinas y fitatos) y no son comestibles. Las semillas consisten en una cáscara dura que representa alrededor del 37% en peso del total y un grano blanco y suave en su interior que representa el 63% restante. Las semillas secas tienen un contenido de humedad alrededor del 7% y contienen un rango de 32 a 40% de aceite, con un promedio de 34%. Prácticamente todo el aceite se encuentra en la parte interior de la semilla (núcleo) (Manual de *Jatropha*, 2009).

En la Figura 2.1 se puede observar una imagen de la planta, el fruto y la semilla de *Jatropha*.



Figura 2.1.- Imagen de la planta, el fruto y la semilla de *Jatropha Curcas*.

Las plantas de *Jatropha* comienzan produciendo semilla desde el segundo año de plantación, pero en cantidades limitadas. Si se maneja correctamente, la producción es de 4 a 5 kg de semilla por árbol a partir del quinto año y el rendimiento de semilla puede mantenerse durante 40 o 50 años (Kumar, et. al., 2003).

En la Tabla 2.1 se muestra la clasificación científica de la *Jatropha Curcas L.*

Clasificación científica	
Nombre científico	<i>Jatropha Curcas Linnaeus</i>
Nombre común	Piñón, Tempate, Piñón Botija, Piñón de leche, Coquito, Coquillo, Cotoncito, etc.
Reino	<i>Plantae</i>
Subreino	<i>Tracheobionta</i>
División	<i>Embryophyta</i>
Clase	<i>Magnoliopsida</i>
Subclase	<i>Rosidae</i>
Orden	<i>Malpighiales</i>
Familia	<i>Euphorbiales</i>
Subfamilia	<i>Crotonoideae</i>
Tribu	<i>Jatropeae</i>
Genero	<i>Jatropha</i>
Especie	<i>J. Curcas</i>

Tabla 2.1.- Clasificación científica *Jatropha Curcas*. (Ficha técnica *Jatropha Curcas*, 2007).

2.1.2. Distribución geográfica

La *Jatropha* históricamente tiene su origen en América Central y el norte de América del Sur. No obstante, se ha distribuido a otras regiones tropicales por navegantes y exploradores europeos desde el siglo 16. En la actualidad crece en áreas tropicales de todo el mundo incluidos los países subsaharianos de África, el Sudeste Asiático, India, entre otros). (Figura 2.2).

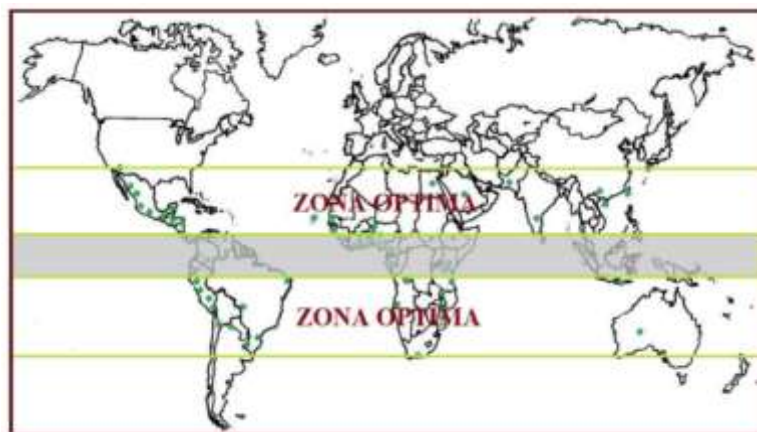


Figura 2.2.- Áreas más favorables para el crecimiento de la *Jatropha Curcas* (Manual de *Jatropha Curcas*, 2009).

2.1.3. Ecología

La *Jatropha* es una planta de gran resistencia que puede adaptarse a diversas condiciones ecológicas. Suele encontrarse en los trópicos estacionalmente secos, así como en regiones ecuatoriales. Se adapta bien al cultivo en las áreas de tierras marginales y degradadas (Tominaga, et. al., 2007).

Se encuentra normalmente a bajas elevaciones, aunque también puede desarrollarse hasta los 1800 metros de altitud. Crece a temperaturas de 15 a 40°C y su requerimiento de agua es sumamente bajo, pudiendo soportar largos períodos de sequía (3 a 6 meses).

Esta planta se adapta a una gran variedad de suelos, incluyendo los de bajo contenido de nutrientes. En suelos pesados la formación de raíces se ve limitada.

Su productividad depende del pH y de la fertilidad del suelo, por tanto, el nivel de acidez no puede exceder de 9.

2.1.4. Usos de los productos de *Jatropha*

Actualmente, la *Jatropha* tiene muchos usos, la Figura 2.3 ofrece un panorama general de las diversas aplicaciones de la *Jatropha* y sus productos.

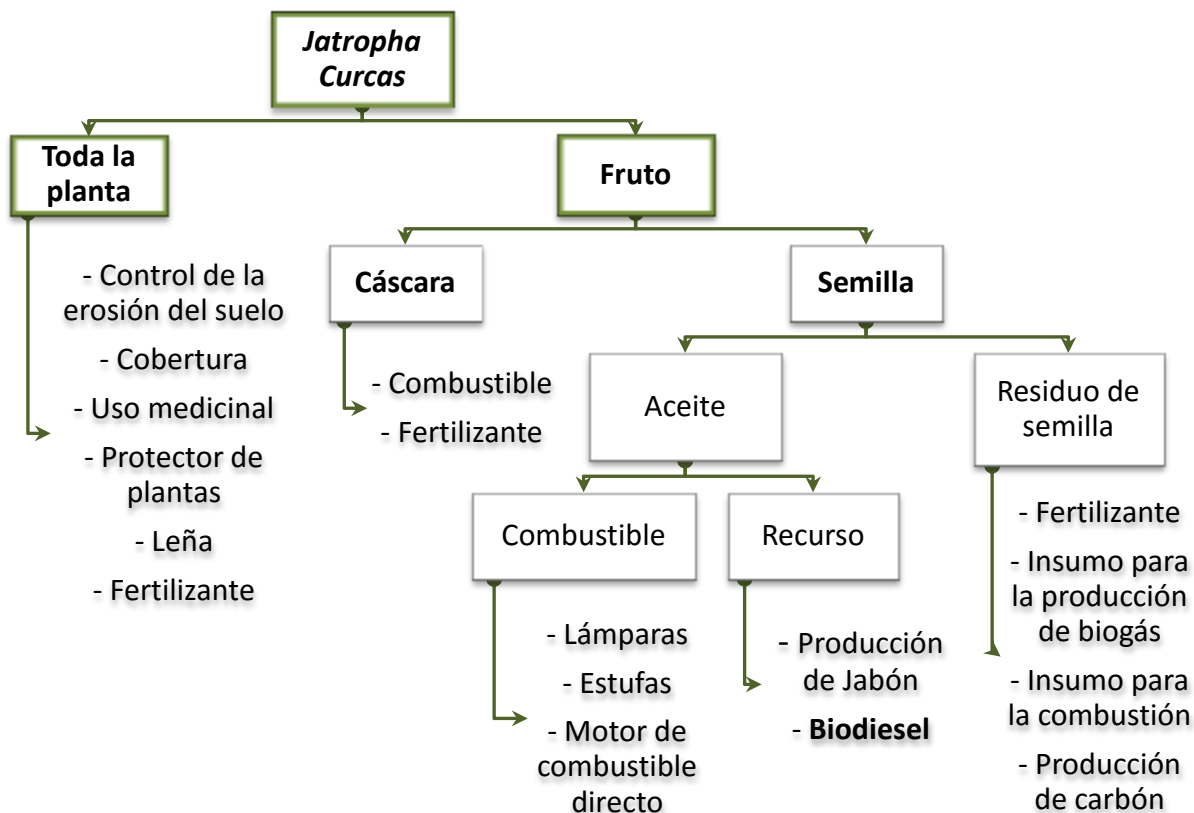


Figura 2.3.- Usos de la planta y productos de la *Jatropha* (Manual de *Jatropha Curcas*, 2009).

Cabe destacar la importancia del aceite obtenido, para la producción de energía. De hecho, el aceite de *Jatropha* refinado puede ser usado para combustible en motores diésel que producen energía. También se puede utilizar bruto para producir Biodiesel de alta calidad a través de un proceso de transesterificación.

Heller (1996) y Martínez (2005) plantean que el aceite de la semilla de *Jatropha* es una fuente de energía renovable no convencional, de bajo costo y amigable con el ambiente, además de ser un sustituto para el diesel, el keroseno y otros combustibles. El aceite se utilizó en motores en África, durante la Segunda Guerra Mundial. Quema sin producir humo y ha sido empleado para la iluminación de las calles cerca de Río de Janeiro.

Además, presenta la ventaja de ser un aceite no comestible, por lo que no compite con la industria alimentaria (Koh and Mohd, 2011).

2.1.5. Composición química de las semillas

En la Tabla 2.2, se muestra la composición química de las semillas, tanto del grano como de la cáscara, de *Jatropha Curcas* de diferentes variedades informadas por Makkar (1998).

	Cabo Verde		Nicaragua		Ife-Nigeria		México no toxica	
	Grano	Cáscara	Grano	Cáscara	Grano	Cáscara	Grano	Cáscara
Materia seca (%)	96.6	90.3	96.9	90.4	95.7	91.9	94.2	89.8
Proteína Cruda	22.2	4.3	25.6	4.5	27.7	5.8	27.2	4.4
Lípidos	57.8	0.7	56.8	1.4	53.9	0.8	58.5	0.5
Ceniza	3.6	6.0	3.6	6.1	5.0	4.6	4.3	2.8
Fibra cruda	3.8	83.9	3.5	85.8	4.1	86.1	3.8	89.4

Tabla 2.2.- Composición química de las semillas de *Jatropha Curcas* de diferentes variedades (Makkar, 1998).

2.1.6. Rendimiento de las semillas

La producción de semilla por hectárea depende de varios factores (genéticos, humedad, fertilidad, labores de cultivo, etc.). Para establecer un cultivo de *Jatropha* orientado a la producción de biocombustibles se deben elegir variedades que hayan demostrado mayor capacidad productiva en una región determinada.

A continuación, se observa un esquema de los diversos factores que afectan la producción de semillas (Figura 2.4) y una tabla que refleja diferentes niveles de suministro de agua y fertilidad del suelo y como es el comportamiento del rendimiento de semillas ante ellos (Tabla 2.3).

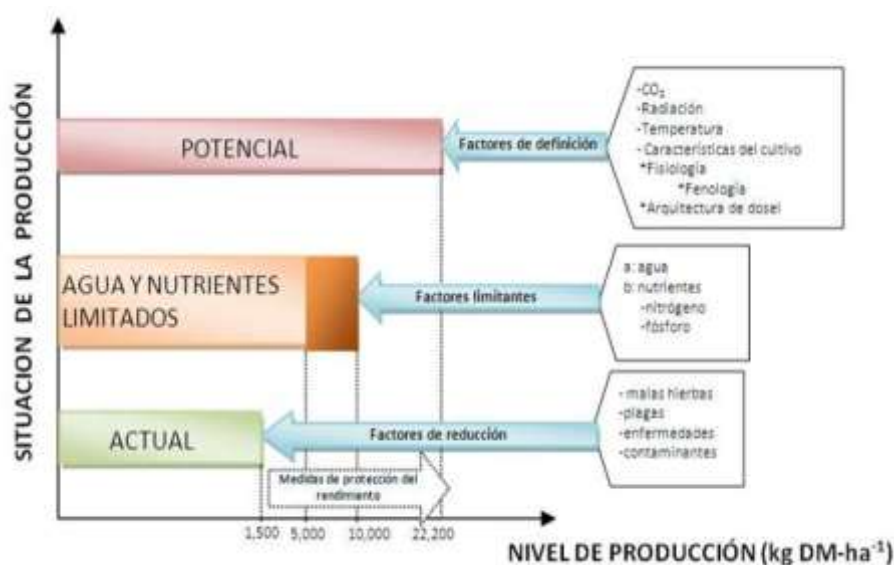


Figura 2.4.- Esquema de las situaciones de producción de semillas, con niveles indicativos de producción (Manual de *Jatropha Curcas*, 2009).

Suministro de agua	Fertilidad de suelo	Semillas secas (Kg/ha/año)
Óptimo	Alta	6.000
	Media	2.500
	Baja	750
Normal	Alta	3.500
	Media	1.500
	Baja	500
Inadecuado	Alta	1.500
	Media	750
	Baja	250

Tabla 2.3.- Rendimiento de las semillas de *Jatropha* para diferentes niveles de suministro de agua y fertilidad del suelo. (Agronomía y Genética de la *Jatropha*, 2007).

Por otra parte, en la Figura 2.5 se compara el contenido de aceite en las semillas de diferentes frutos oleaginosos.

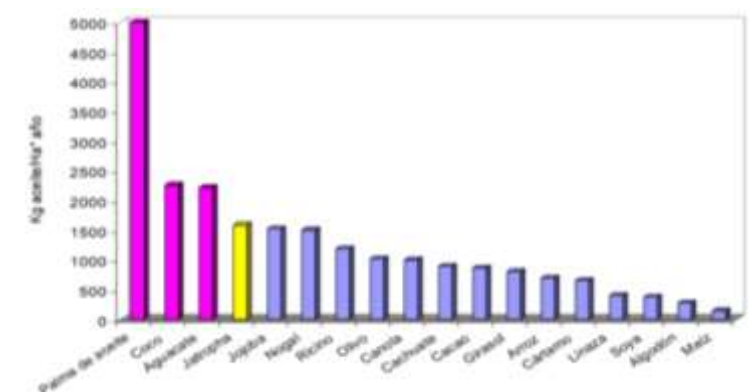


Figura 2.5.- Comparación del contenido de aceite en las semillas de diferentes materias primas (Martínez, 2007).

2.1.7. Composición química del aceite

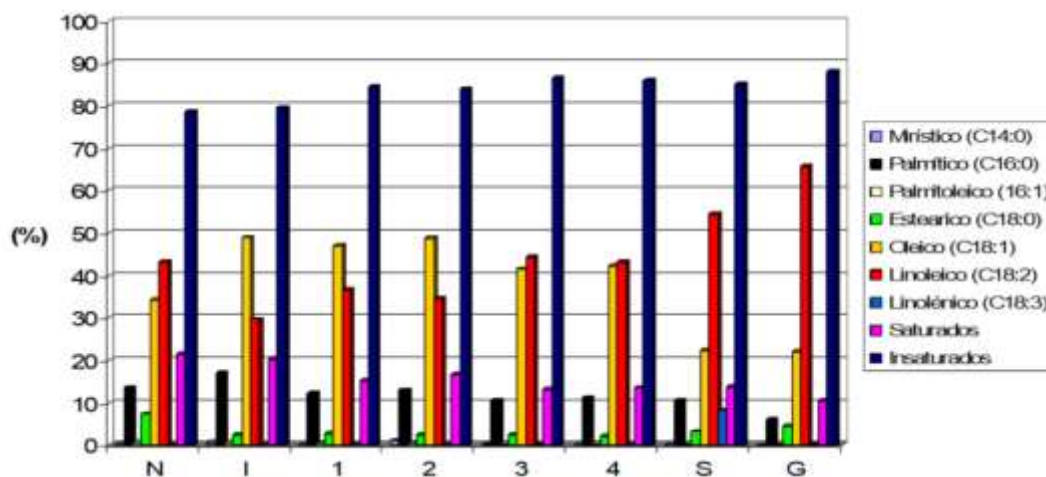
En la Tabla 2.4, se establecen las características y la composición del aceite de *Jatropha*.

Parámetro	Rango
Peso específico (g/cm ³)	0,860 – 0,933
Valor calorífico (MJ/kg)	37,83 – 42,05
Punto de fluidez (°C)	-3
Punto de turbidez (°C)	2
Punto de inflamación (°C)	210 – 240
Valor de cetano	38,0 – 51,0
Número de saponificación (mg/g)	102,9 – 209,0
Viscosidad a 30 °C (cSt)	37,00 – 54,80
Ácidos grasos libres (%)	0,18 – 3,40
Insaponificables (%)	0,79 – 3,80
Número de Yodo (mg L/g)	92 – 112
Número de acidez (mg KOH/g)	0,92 – 6,16
Monoglicéridos (%)	1,7
Diglicéridos (%)	2,50 – 2,70
Triglicéridos (%)	88,20 – 97,30
Residuos de carbono (%)	0,07 – 0,64
Contenido de azufre (%)	0 – 0,13

Tabla 2.4.- Características y composición del aceite de *Jatropha Curcas* (Achten, et. al., 2008).

El aceite de *Jatropha* contiene más del 75% de ácidos grasos insaturados (predominando el ácido oleico, ácido linoleico) y el resto corresponde a los ácidos grasos saturados (principalmente el ácido palmítico y ácido esteárico).

Esta composición depende de varios factores, por lo tanto, en la Figura 2.6 se muestra dicha composición en diferentes países y se compara con la composición de aceite de soja y girasol.



N: Nicaragua; I: India; 1: Pueblillo; 2: Coatzacoalcos; 3: Yautepec; 4: Cauatla; S: Soya; G: Girasol.

Figura 2.6.- Perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de *Jatropha Curcas* de diferentes países. (Martínez, 2007).

2.2. Extracción de aceite

El objetivo de las técnicas de extracción consiste en separar las grasas de las proteínas inmiscibles entre ellas con la mayor pureza y el menor coste, evitando cualquier reacción paralela. Para ello se han desarrollado diferentes métodos: Una forma mecánica de extracción es mediante el uso de una máquina que ejerce presión sobre las semillas oleaginosas para extraer el aceite. Un segundo método es el uso de solventes, los cuales se añaden a las semillas previamente trituradas para que se disuelva el aceite. Luego, el aceite puede ser recuperado del solvente. En las fábricas industriales de aceite, los dos procesos - extracción mecánica y con solventes - a menudo se combinan para obtener mayores rendimientos. La extracción mecánica de aceite logra recuperar el 90-95% del aceite presente en las semillas, mientras que la extracción con solventes puede alcanzar hasta un 99% (Manual de *Jatropha Curcas*, 2009).

2.1. Extracción mecánica

La tolva se llena de semillas, el proceso consiste en el rodaje, ruptura, desplazamiento de semillas y eliminación de aire entre los huecos de la materia prima. El transporte continuo de material nuevo de la tolva hace que la presión aumente a un nivel necesario en la boquilla. La presión acumulada causa la extracción del aceite del material sólido dentro de la prensa (Manual de *Jatropha Curcas*, 2009).

Haciendo referencia a lo explicado anteriormente, se clasifican las partes del extractor mecánico en la siguiente imagen (Figura 2.7).

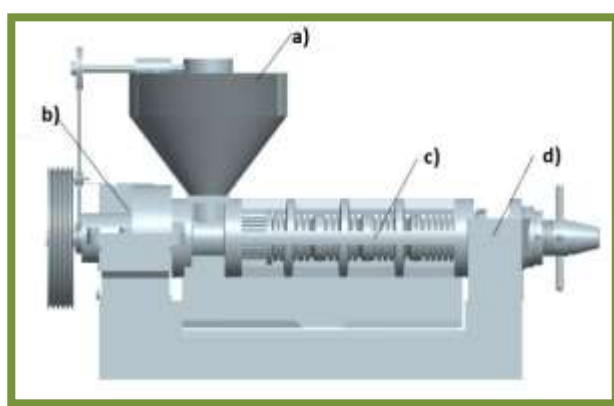


Figura 2.7.- Prensa mecánica de tornillo para la extracción de aceite de semillas oleaginosas. Partes: a) Contenedor de alimentación o tolva; b) Caja de engranaje; c) Tornillo de prensado; d) Eje.

2.2.2. Extracción química

El proceso de extracción por solvente es un método de separación sólido-líquido también conocido como lixiviación (Karaj and Muller, 2011) este proceso confiere al aceite obtenido una menor turbidez y un mayor rendimiento.

En la extracción por solventes, el material debe ser laminado o molido, sin sufrir extracción, para permitir mayor área de contacto entre el sólido y el solvente (Cardona, et. al., 2009; Gerpen, et. al., 2006).

El proceso puede ejecutarse por cargas o de forma continua, empleando comúnmente un equipo Soxhlet (Figura 2.8) y utilizando como disolventes hexano, isopropanol, ciclohexano, tolueno, éter etílico o isopropílico y cloroformo, que pueden ser reutilizados una vez se recuperan por destilación (Sánchez Castellanos, 2006).

El hexano es usado de forma más extensa en la extracción de aceite de *Jatropha*. Varios estudios contrastan su alta eficiencia en comparación con otro tipo de solventes (Sayyar, et al., 2009; Giraldo, et al., 2010; Sulaiman, et. al., 2012) y permite obtener un aceite claro y de baja viscosidad (~23 cP).

La eficiencia de la extracción depende del equilibrio entre el solvente y la micela (mezcla de aceite y solvente) fuera del material oleaginoso (Ofori, et al., 2012), la relación entre semilla: solvente debe ser aproximadamente de 1:18, a partir de esa relación el rendimiento aumenta ligeramente.



Figura 2.8.- Equipo soxhlet para la extracción química.

2.3. Biodiesel

El biodiesel es un biocombustible líquido que se obtiene a partir de lípidos naturales como aceites vegetales o grasas animales; limpios o usados, mediante procesos industriales de transesterificación.

Químicamente, el biodiesel es un mono alquil éster con largas cadenas de ácidos grasos (metil ésteres de ácidos grasos: FAME's), derivado de lípidos renovables tales como aceites vegetales, grasas animales o incluso aceites de fritura (Leung, et. al., 2010).

Este biocombustible es identificado como FAME (por sus siglas en inglés Fatty Acid Methyl Ester) o también es llamado éster metílico.

La selección de una materia prima u otra es función de variables tales como la disponibilidad local, los costes, el apoyo por parte del gobierno y el comportamiento del combustible que procede de las mismas (Tewfik, et. al., 2012).

En cuanto a los aspectos medioambientales, el biodiesel es una alternativa interesante que permite reducir las emisiones causadas por el uso de los combustibles fósiles. En comparación con el diésel derivado del petróleo, el biodiesel puede reducir en 78% las emisiones de dióxido de carbono, ya que las plantas para su desarrollo necesitan absorber este compuesto. Es decir, el biodiesel, como un producto obtenido a partir de fuentes renovables, permite establecer un circuito cerrado de carbono en el que el dióxido de carbono es absorbido cuando la planta crece y se libera cuando se quema el biodiesel en el motor de combustión (Vicente, 2012).

Hoy en día, el aceite vegetal comestible es la materia prima más común para la producción de biodiesel. Sin embargo, muchas organizaciones están en contra de esta práctica, citando que el biodiesel compite por recursos con la industria alimentaria (Koh and Mohd, 2011).

A esto se debe el creciente interés por investigar los aceites vegetales no comestibles para producir biodiesel. Además, estos cultivos pueden desarrollarse en tierras no adecuadas para cultivos alimenticios, incluyendo un coste mucho más bajo ya que se puede mantener un rendimiento razonable alto sin un cuidado intensivo (Leung, et. al., 2010).

2.3.1. Ventajas del biodiesel

Aunque actualmente el biodiesel no puede reemplazar totalmente al diésel derivado del petróleo, existen varias ventajas que colocan al biodiesel por encima del combustible diésel (Juan, et. al., 2011; Abbas1zaadeh, et. al., 2012):

- *Reducción de determinadas emisiones contaminantes:* La toxicidad de sus gases de combustión es menor debido a que están prácticamente libres de azufre. Además, las cantidades y concentraciones de los gases contaminantes como el CO, compuestos orgánicos volátiles, hidrocarburos aromáticos y partículas, son también inferiores. De hecho, la bibliografía indica reducciones en torno al 9% para el CO, 30% para los hidrocarburos y 65% para las partículas (Tewfik, et. al., 2012).
- *Seguridad:* Presenta un punto de ignición más alto que el diésel lo que le confiere mayor seguridad en el manejo y almacenamiento.

- *Biodegradabilidad*: Posee menor tiempo de biodegradación que el diésel convencional (aproximadamente cuatro veces más rápido).
- *Poder lubricante*: El contenido de oxígeno de biodiésel mejora el proceso de combustión y disminuye su potencial de oxidación. El biodiésel contiene un 11% en peso y no contiene azufre por lo que puede extender la vida útil de los motores, además posee mejores cualidades lubricantes (Sociedad Nacional de Minería, Petróleo y Energía, 2006).
- *Mayor número de cetano*: Tiene un alto número de cetano, lo que mejora la combustión, permitiendo aumentar el rendimiento del motor.
- *Ahorro de combustibles agotables*: Su comercialización logra reducir la dependencia de los recursos naturales del petróleo, escasos en algunas zonas del mundo.
- *Desarrollo agrícola*: Genera empleos directos e indirectos en las zonas rurales y evita el abandono de tierras de cultivo.

2.4. Producción de biodiésel

Existen diferentes técnicas para la producción del biocombustible a partir de los aceites extraídos (Blending o disolución, Micro-emulsificación, pirolisis y transesterificación). La más empleada para la obtención de biodiésel es la transesterificación que mejora las propiedades del biodiésel.

2.4.1. Transesterificación

La reacción del aceite (triglicéridos) con alcohol en presencia de un catalizador (alcalino) genera ésteres y glicerina. Esta reacción se conoce como transesterificación (Figura 2.9).

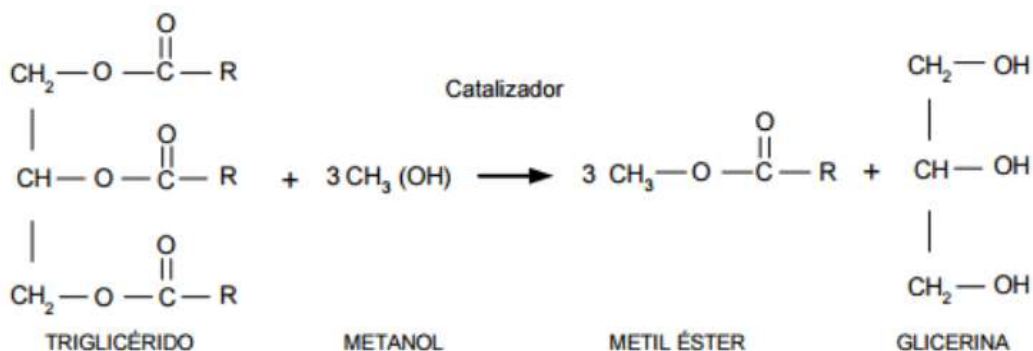


Figura 2.9.- Reacción de transesterificación entre un triglicérido y un metanol.

Es importante notar que esta reacción sucede en tres etapas, mediante las transformaciones triglicérido-diglicérido (Figura 2.10); diglicérido-monoglicérido (Figura 2.11) y monoglicérido-metilester (Figura 2.12).

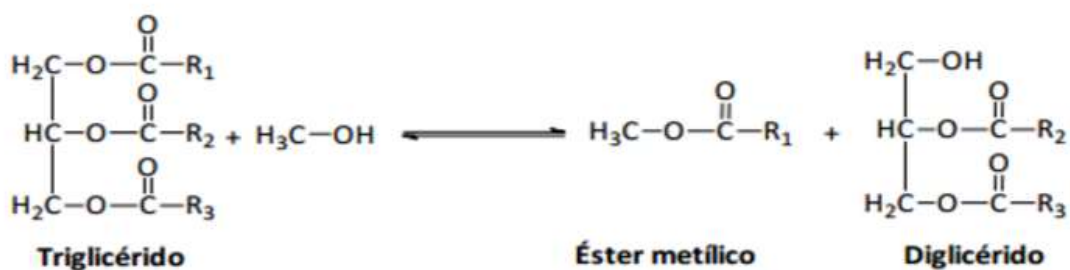


Figura 2.10.- Formación del Diglicérido.

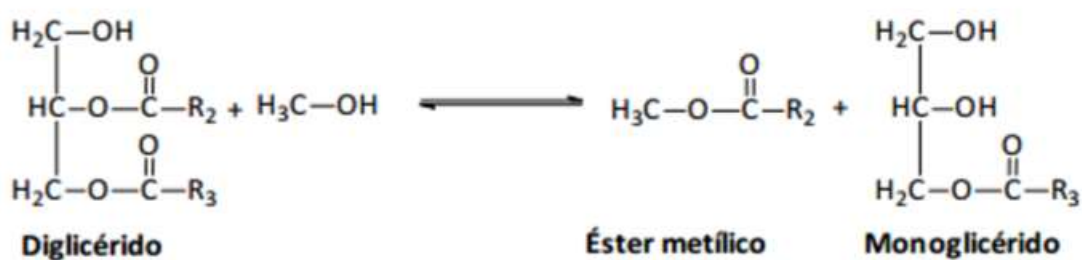


Figura 2.11.-Formación del Monoglicérido.

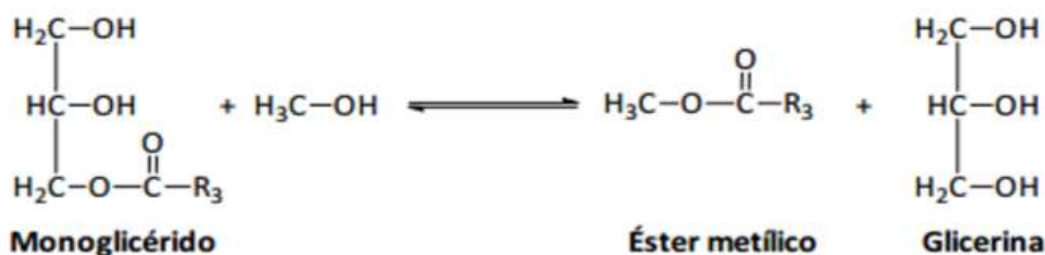


Figura 2.12.- Formación de la Glicerina.

La presencia de ácidos grasos libres provoca la formación de jabón y dificulta la separación del producto del glicerol. Además, consume catalizador reduciendo la eficiencia catalítica. Por tanto, cuando el contenido de ácidos grasos libres es mayor al 4% se debe realizar una primera etapa de esterificación, utilizando un ácido fuerte (por ejemplo sulfúrico) como

catalizador (Figura 2.13) y posteriormente una segunda etapa con catalizador alcalino (transesterificación).

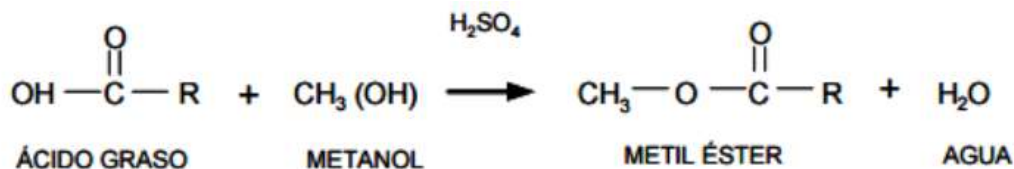


Figura 2.13.- Reacción de esterificación entre ácido graso y metanol.

Una de las dificultades de este proceso es la presencia de agua. La acumulación de agua que se va produciendo durante la esterificación puede llegar a detener la reacción antes de que sea completa.

Los parámetros que juegan un rol importante en la reacción son:

- Calidad de los reactivos

Tanto la acidez del aceite como su contenido acuoso son parámetros relevantes. La presencia de agua en aceites y grasas puede generar problemas en la reacción, debido a que a altas temperaturas, esta sustancia puede hidrolizar los triglicéridos a diglicéridos formando ácidos grasos por lo que una previa valoración de su acidez, es necesaria para determinar la cantidad de catalizador capaz de neutralizarla sin disminuir su acción catalítica.

- Relación molar aceite: alcohol

Teóricamente, la relación estequiométrica alcohol: aceite es 3:1, sin embargo, al ser una reacción reversible en la práctica se utiliza una relación molar mayor para asegurar el desplazamiento del equilibrio hacia los ésteres. El efecto de la relación metanol:aceite en la reacción transesterificación ha sido estudiada por muchos autores como Sayyar y colaboradores (2009), habiéndose encontrado que el valor 6:1 molar (alcohol: aceite) es el adecuado para garantizar un rendimiento máximo de ésteres.

- Tipo y concentración del catalizador

Para aceites con una acidez inferior al 5% se utiliza un 1% en peso de catalizador respecto a la masa de aceite. Los catalizadores más utilizados en reacciones homogéneas son los hidróxidos y metóxidos de sodio y potasio para aceites ya que requieren menos temperatura y tiempo de reacción. Aunque propician una saponificación de forma simultánea a la transesterificación.

- Agitación, temperatura y tiempo de reacción

La reacción de transesterificación es llevada a cabo en torno al punto de ebullición del alcohol, puesto que, al aumentar la temperatura del medio de reacción, se produce un aumento de la solubilidad del metanol en el aceite, originando una mayor velocidad de reacción. También se ha de tener en cuenta que dicho aumento de la temperatura se traducirá en mayores tasas de saponificación o cualquier otra reacción secundaria (Schuchardt, et al., 1998).

El tiempo de reacción depende de la temperatura. Al inicio de la reacción, ésta transcurre lentamente ya que el metóxido se dispersa, pero aumenta rápidamente alcanzando porcentajes altos de ésteres metílicos.

Al inicio de la reacción, los triglicéridos y el metanol forman dos fases inmiscibles. Dado que la concentración de triglicéridos en metanol es baja, el rendimiento inicial de la reacción es bajo. La agitación es necesaria para aumentar el grado de mezcla de las dos fases y aumentar la velocidad de la transesterificación (Lam, et al., 2010).

En la Figura 2.14, se muestra la clasificación de las reacciones de transesterificación para la obtención de biodiesel.

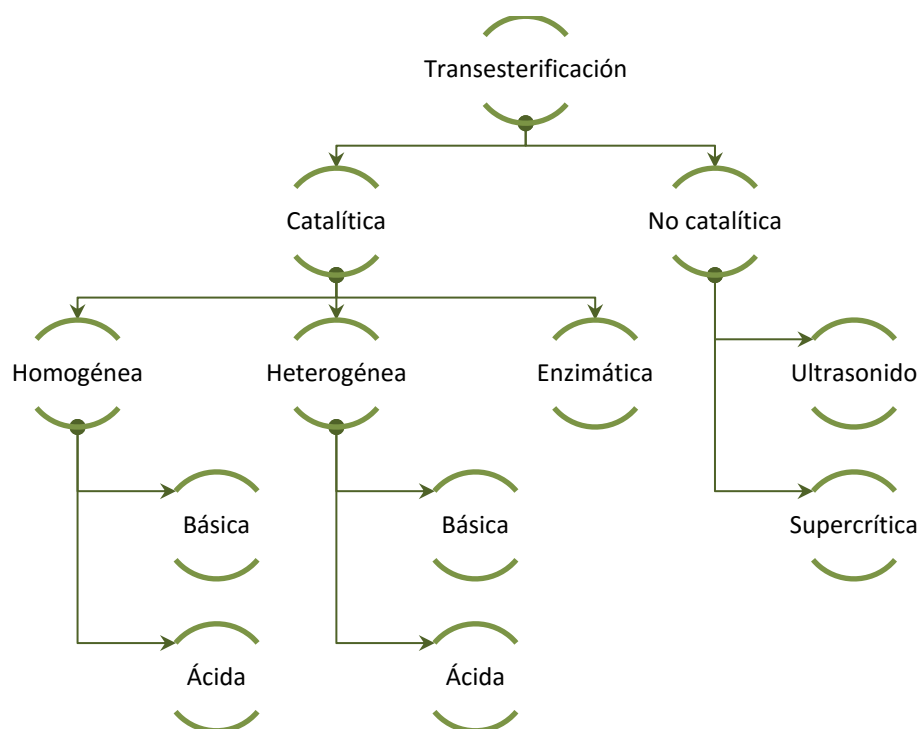


Figura 2.14.- Clasificación de las reacciones de transesterificación.



Figura 2.18.- Desprotonación del catalizador y reacción con otra molécula de alcohol.

Diglicéridos y monoglicéridos son convertidos por el mismo mecanismo a una mezcla de ésteres de alquilo y glicerina (Schuchardt, et al., 1998).

Los catalizadores básicos de esta reacción presentan un inconveniente principal por la formación de jabones difíciles de separar del producto obteniendo un bajo rendimiento en ésteres metílicos como se muestra en la Figura 2.19 y 2.20.

La formación de jabones consume parcialmente el catalizador, disminuye el rendimiento de reacción y dificulta las etapas posteriores de separación y purificación (Koh y Mohd, 2011).

En este caso es necesario el pretratamiento de la materia prima para que se produzca eficazmente la transesterificación catalizada por una base. Un pretratamiento es la esterificación ácida.



Figura 2.19.- Reacción de hidrolización de los triglicéridos.



Figura 2.20.-Reacción de saponificación de triglicéridos.

En la esterificación, los ácidos grasos libres reaccionan con el alcohol en presencia del catalizador ácido para formar FAME's y agua. Bajo condiciones favorables, la velocidad de

reacción de los triglicéridos con el alcohol (transesterificación) es mucho más lenta que la reacción de los ácidos grasos libres (esterificación) (Lu, et. al., 2009).

Habitualmente se utiliza la esterificación como pretratamiento en la obtención de biodiesel transformando los ácidos grasos libres en ésteres y posteriormente realizando una transesterificación catalítica homogénea básica para convertir los triglicéridos en ésteres. Esta combinación de procesos resulta la mejor para aquellas materias primas que presenten un elevado índice de acidez (Berchmans y Hirata, 2008; Lu, et. al., 2009; Farag, et. al., 2011; Azhari, et. al., 2008; Tiwari, et al., 2007; Otadi, et. al., 2011).

Transesterificación Catalítica Homogénea Ácida.

Los catalizadores ácidos más utilizados son el ácido sulfúrico, clorhídrico y sulfónico, principalmente el primero de ellos (Abbaszaaceh, et al., 2012).

La reacción ácida no resulta tan afectada por la presencia de ácidos grasos libres en la materia prima.

A continuación, se muestra el mecanismo de reacción de transesterificación homogénea bajo la acción de un catalizador ácido (Figuras 2.21, 2.22 y 2.23).

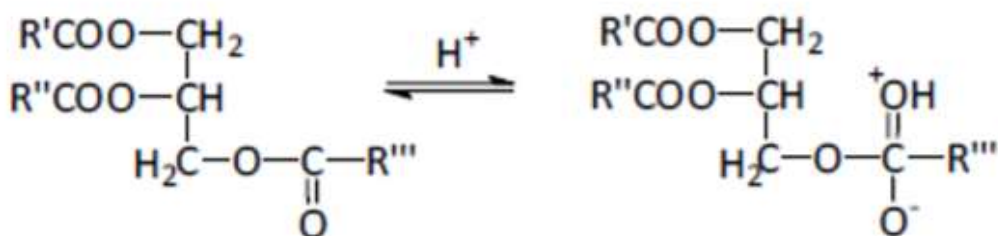


Figura 2.21.- Protonación del grupo carbonilo.

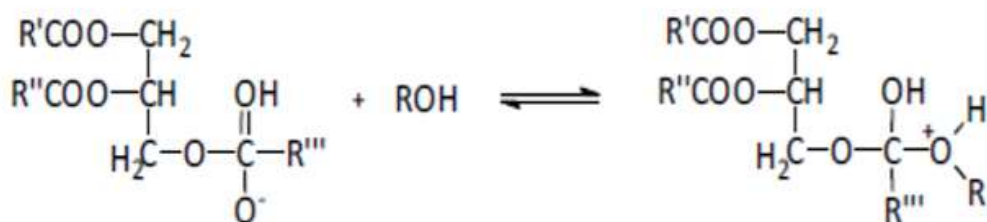


Figura 2.22.- Ataque nucleofílico del alcohol.

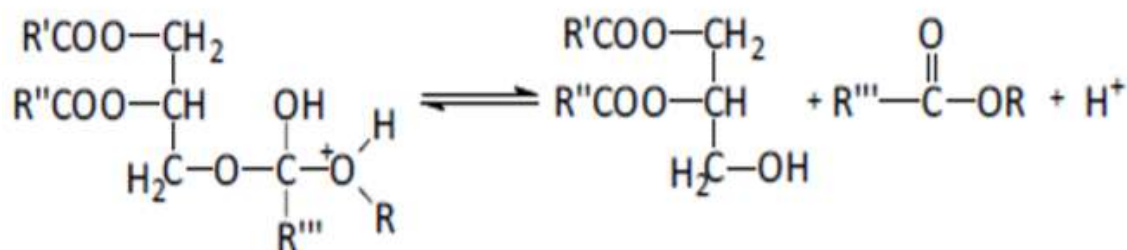


Figura 2.23.- Formación de éster alquílico.

La ventaja principal de esta reacción es su alto rendimiento, aunque los inconvenientes que presenta la hacen poco viable técnicamente. Entre estos inconvenientes destacan (Ermacora & Hrcirik, 2011):

- Largo tiempo de reacción, llegando a las cincuenta horas en algunos casos.
- Corrosividad del catalizador ácido para los equipos
- Necesidad de un exceso de reactivo, con relaciones molares metanol: aceite de hasta 30:1.

Transesterificación Catalítica Heterogénea Ácida o Básica

La utilización de catalizadores sólidos para la síntesis del biodiesel facilita la separación de los productos de reacción, reduce los costes debido a la reutilización de los catalizadores y posibilita llevar a cabo la transesterificación y la esterificación al mismo tiempo.

La principal desventaja de la transesterificación catalítica heterogénea es que requiere de una mayor cantidad de reactivo para que el equilibrio favorezca la formación del éster. La carga de catalizador y el tipo de reacción también se ha comprobado que deben ser mayores con el fin de lograr un rendimiento de éster metílico comparable al de la reacción catalítica homogénea (Bozbas, 2008).

Transesterificación Catalítica por Enzimas

La transesterificación enzimática utilizando lipasa tiene muchas ventajas y se está fomentando debido a que facilita la separación del producto, la necesidad de agua para el tratamiento de residuos es mínima, el glicerol se recupera fácilmente y no se producen reacciones secundarias.

En comparación, desde un punto de vista químico, la producción de biodiesel por catálisis enzimática, ofrece más ventajas, pero el costo del catalizador es la cuestión importante desde

el punto de vista industrial de producción. Además, su rendimiento es bajo en comparación con la homogénea.

Transesterificación por ultrasonido

Una radiación de baja frecuencia ultrasónica puede ser utilizada para producir emulsiones de líquidos inmiscibles y, en consecuencia, puede ser útil para aumentar la velocidad de la reacción de transesterificación de triglicéridos con un alcohol (Vicente, 2012).

Las reacciones por ultrasonidos pueden reducir el tiempo de proceso alcanzando rendimientos del biodiesel superiores al 99%.

Transesterificación supercrítica

En condiciones críticas del alcohol (350°C y 30MPa), la transesterificación se produce con una cinética muy rápida obteniendo producciones de biodiesel del 99%.

Debido a las altas temperaturas y presiones requeridas, el coste de los equipos resulta prácticamente inviable.

2.5. Caracterización del biodiesel

Las propiedades del biodiesel varían según la materia prima a partir de la cual se le obtuvo. Es por ello, que las normas indican un rango admisible en el valor de las propiedades.

Estas especificaciones han sido implementadas en varios países alrededor del mundo, siendo las más conocidas las normas ASTM D 6751 en EE.UU y EN 14214 en Europa, estos estándares han surgido del consenso de grupos relevantes que han participado en su elaboración, como pueden ser; fabricantes de vehículos, motores y equipos de inyección, compañías refinadoras, productores de biocombustibles, representantes de los gobiernos entre otros (Arpel, 2009).

En la Tabla 2.5, se listan los parámetros de calidad del biodiesel junto con sus límites superiores e inferiores.

Propiedades	Unidades	Mínimo	Máximo	Norma
Contenido en éster	%(w/w)	66,5	-	UNE EN 14103
Densidad a 15°C	kg/m ³	860	900	UNE EN ISO 3675
Viscosidad a 40°C	mm ² /s	3,5	5,0	UNE EN ISO 3104
Punto de inflamación	°C	120	-	UNE EN ISO 3679
Contenido en azufre	mg/kg	-	10	UNE EN ISO 20846
Residuo carbonoso	%(w/w)	-	0,3	UNE EN ISO 10370
Número de cetano	-	51	-	UNE EN ISO 5165
Contenido en cenizas sulfatadas	%(w/w)	-	0,02	ISO 3987
Contenido en agua	mg/kg	-	500	UNE EN ISO 12937
Contaminación total	mg/kg	-	24	UNE EN 12662
Corrosión en lámina de cobre	Grado de corrosión	-	1	UNE EN ISO 2160
Estabilidad a la oxidación, 110°C	H	6	-	UNE EN 14112
Índice de acidez	°	-	0,5	UNE EN 14104
Índice de Yodo	g Yodo/100g	-	120	UNE EN 14111
Metiléster linolénico	%(w/w)	-	12	UNE EN 14103
Metiléster poliinsaturado	%(w/w)	-	1	UNE EN 14103
Contenido en metanol	%(w/w)	-	0,2	UNE EN 14110
Contenido en monoglicéridos	%(w/w)	-	0,8	UNE EN 14105
Contenido en diglicéridos	%(w/w)	-	0,2	UNE EN 14105
Contenido en triglicéridos	%(w/w)	-	0,2	UNE EN 14105
Glicerol libre	%(w/w)	-	0,02	UNE EN 14105
Glicerol total	%(w/w)	-	0,25	UNE EN 14105
Metales del Grupo I (Na+K)	mg/kg	-	5	UNE EN 14108/14109
Metales del Grupo II (Ca+Mg)	mg/kg	-	5	UNE EN 14538
Contenido en fósforo	mg/kg	-	10	UNE EN 14107
Punto de obstrucción al frío	°C	-	Según época y país	EN 116

Tabla 2.5.- Parámetros de calidad del biodiesel como combustible (Silitonga, et. al., 2013).

A continuación, describirán algunos de los parámetros especificados en la norma UNE EN 12214:

- Contenido en éster. Es uno de los parámetros más relevantes en la caracterización del biodiesel. Un bajo nivel de ésteres puede significar una conversión incompleta de la reacción o una presencia de contenidos no esterificables en los aceites de partida.
- Densidad. La densidad de un biocombustible influye en la vaporización de éste durante la combustión. Una alta densidad produce una combustión incompleta debido a la baja atomización del biocombustible.
- Viscosidad cinemática. Es otra de las características más importantes de un biocombustible ya que es una medida de la fricción interna entre moléculas o de la resistencia a fluir de los líquidos. Valores altos afectan a la atomización del combustible en la en la cámara de combustión y, con ello, a la formación de depósitos en el motor.
- Punto de inflamación. El punto de inflamación es la temperatura a la cual el biocombustible desprenda una mezcla de vapores que en presencia de aire sean inflamables. Un biodiesel con un alto punto de inflamación será más seguro en su transporte, manejo y almacenamiento.
- Contenido en azufre. La presencia de azufre provoca emisiones superiores a los límites ambientales establecidos. Además, afecta al motor desgastándolo y formando depósitos en el mismo.
- Residuo carbonoso. El residuo carbonoso acorta la vida del motor ya que indica la tendencia del biodiesel a formar carbón.
- Número de cetano. Indica la capacidad del biocombustible a la auto ignición. Cuanto mayor sea el número de cetano mejor será la combustión, el rendimiento y el arranque en frío del motor.
- Contenido en cenizas sulfatadas. Este parámetro es provocado por obstrucciones en los filtros de los motores debido a la presencia de sustancias residuales en los biodiesel. Deteriora el motor desgastándolo.
- Contenido en agua. La presencia de agua en el biocombustible se debe a una mala purificación. Esto conlleva al crecimiento microbiano, así como a la corrosión del motor o la reacción de hidrólisis, generando ácidos grasos libres.
- Contaminación total. Indica el contenido de impurezas debidas a la materia prima de partida o a la formación de jabones durante las reacciones llevadas a cabo.

- Corrosión en lámina de cobre. Parámetro que indica la presencia de compuestos corrosivos o ácidos en el biocombustible que puedan atacar al cobre o aleaciones del mismo.
- Estabilidad a la oxidación a 110°C. La oxidación de los biocombustibles es uno de los factores más relevantes que permiten evaluar la calidad del biodiesel. Está influenciada por factores como la presencia de aire, calor, trazas de metales, peróxidos, luz y ácidos grasos. Normalmente, los aceites de partida con gran cantidad de ácidos grasos saturados muestran mejor estabilidad que los insaturados.
- Índice de acidez. Mide la concentración de ácidos grasos libres. Proporciona el nivel de degradación del biocombustible como resultado de la hidrólisis entre los ácidos grasos y la glicerina. Una alta acidez causa una fuerte corrosión en el sistema de suministro de combustible del motor.
- Índice de Yodo. Este valor relaciona el nivel de insaturación del aceite. A mayor cantidad de insaturaciones, mayor índice de yodo. Altos valores de contenido en yodo puede producir la polimerización de los glicéridos formando depósitos en los inyectores de los motores.
- Metil éster linoléico. Está relacionado con el valor del índice de Yodo. Un elevado contenido en Yodo se traduce en una pobre estabilidad del biocombustible.
- Metil éster poliinsaturado. Parámetro que depende del número de dobles enlaces que contenga el compuesto. Si el éster contiene un alto valor de este parámetro (≥ 4 enlaces), da lugar a polímeros a altas temperaturas deteriorando el biocombustible al crear depósitos.
- Contenido en metanol. Posible residuo que no ha sido eliminado en el proceso de purificación del biodiesel. Produce una disminución del punto de inflamación, así como de la densidad y la viscosidad.
- Contenido en monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos. Un alto contenido de éstos implica que la reacción de transesterificación no se ha producido en su totalidad. El exceso de monoglicéridos y diglicéridos provoca una mayor dificultad de trabajo en los filtros e inyectores del motor debido a la formación de depósitos de carbón. Asimismo, un alto contenido de triglicéridos da lugar a un aumento de la viscosidad del biodiesel formando depósitos en cilindro y válvulas.
- Glicerol libre. La presencia de glicerol es causa de una mala purificación del biocombustible. Un elevado contenido puede producir deposiciones en el inyector y

- problemas en los filtros, debido a los compuestos inorgánicos y jabones que se acumulan en la glicerina.
- *Glicerol total*. Este parámetro indica la cantidad de glicerina libre y de mono-, di- y triglicéridos que hay presentes en el biodiesel. Un valor bajo indica que una buena conversión en el aceite.
 - *Metales del Grupo I (Na+K)*. Los metales del Grupo I, en concreto Na y K, pueden estar presentes como restos de los catalizadores empleados provocando un aumento de los residuos carbonosos.
 - *Contenido en fósforo*. Es un parámetro que mide la cantidad de fósforo que puede estar presente debido a la materia prima o por restos de neutralización con ácido fosfórico. Su presencia puede dar lugar a problemas en el motor por aumento de los residuos carbonosos y cenizas.
 - *Punto de obstrucción al frío*. Mayor temperatura a la que el combustible, al enfriarse en condiciones definidas, deja de fluir a través de un filtro de una malla de alambre en un tiempo determinado. Estos problemas son causados por la presencia de cantidades elevadas de ésteres de ácidos grasos saturados. La Norma no determina un valor definido, ya que el parámetro depende de la legislatura de cada país.
 - *Número de peróxidos*. Indica el grado de oxidación del biodiesel que cambia significativamente con las diferencias en la materia prima, presentando una tendencia general a aumentar con el paso del tiempo (Piloto Rodríguez. et. al., 2011). Este parámetro no está recogido en la norma, pero su determinación es importante. Influye en el número de cetano, de forma que un aumento del número de peróxido, provoca un aumento en el número de cetano. Además un número alto de peróxidos nos indica un grado de oxidación alto del biodiesel.



III. OBJETIVOS

El objetivo general de este proyecto de investigación es estudiar la influencia de las variables de cultivo como el tipo de riego y suelo, en la cantidad y calidad tanto del aceite extraído como del biodiesel obtenido a partir de semillas de *Jatropha Curcas* procedentes de Cabo Verde y regadas con agua regenerada.

Para llevar a cabo este objetivo general se desarrollarán los siguientes objetivos específicos:

1. Estudio de la influencia del cultivo en el proceso de extracción y caracterización del aceite de *Jatropha*, partiendo de semillas de origen Cabo Verde cultivadas en dos tipos de suelo: Gavia y Fondo de Barranco, así como regadas con agua regenerada con dos tipos de riego: superficial y enterrado y dos dosis de evotranspiración: 75% y 100%.
2. Estudio de la influencia del cultivo en el proceso de obtención y caracterización del biocombustible producido a partir de los aceites extraídos.
3. Determinar el cultivo óptimo para cada suelo bajo unas condiciones de extracción y reacción fijas.

IV. TÉCNICA EXPERIMENTAL



A continuación, se describen los materiales y los equipos utilizados durante la investigación, así como el procedimiento experimental llevado a cabo y los métodos de análisis empleados para caracterizar los productos obtenidos.

En la Figura 4.1 se muestra un resumen del desarrollo experimental empleado para la obtención de biodiesel a partir de semillas de *Jatropha Curcas*.

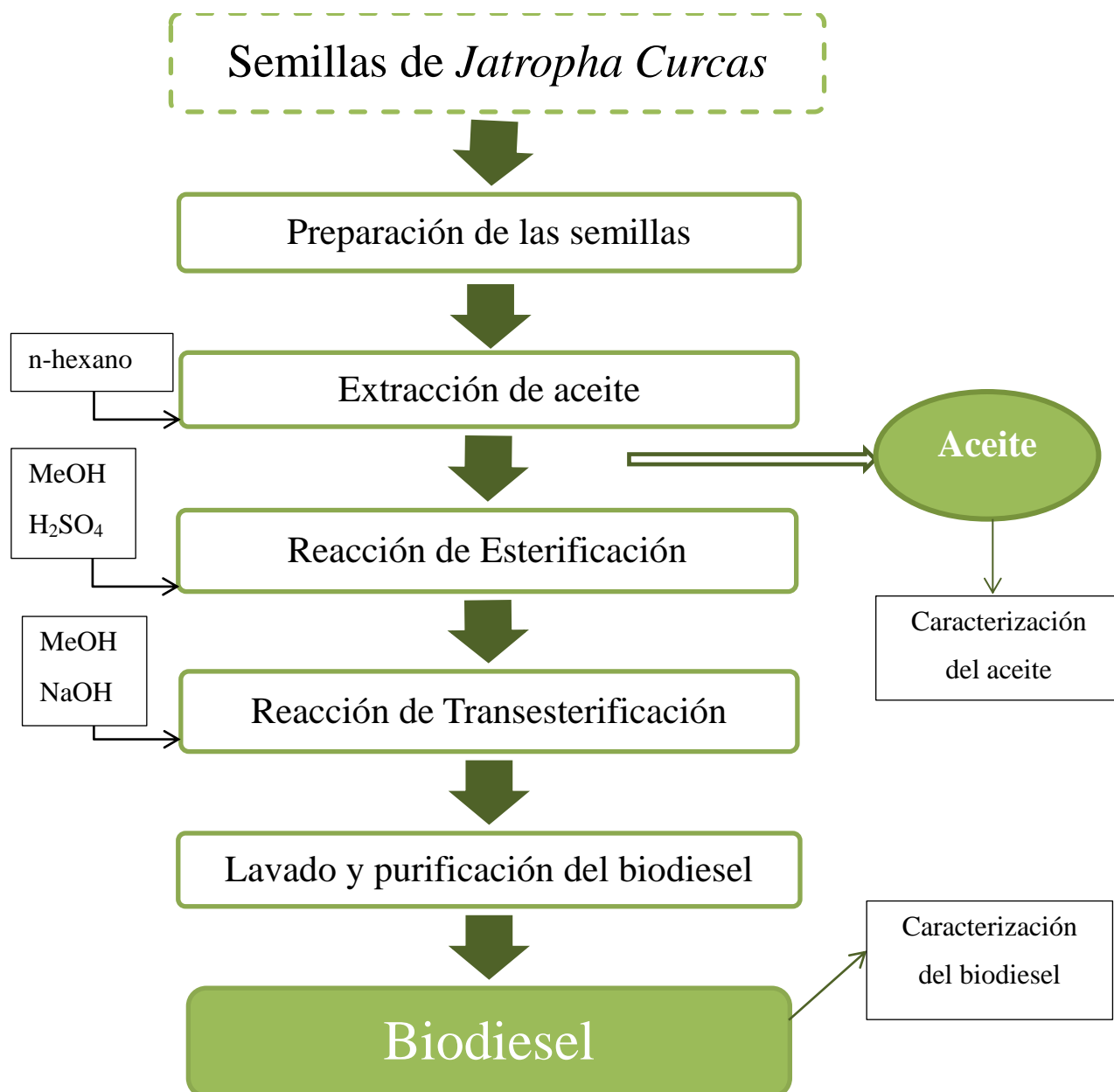


Figura 4.1.- Diagrama de la técnica experimental para la obtención del biodiesel.

Los procedimientos y condiciones experimentales que se llevan a cabo tanto en la obtención de aceite como de biocombustible, se establecen a partir de estudios y ensayos previos del grupo de investigación de Catálisis Heterogénea (CaHe) del Departamento de Ingeniería Química y Tecnología farmacéutica de la Universidad de la Laguna. Los procedimientos experimentales utilizados en la caracterización tanto del aceite como del biocombustible, se realizan según los métodos de ensayo de la norma UNE-EN-14214.

4.1. Productos químicos

Los productos químicos utilizados en esta investigación se detallan en la Tabla 4.1:

Producto químico	Fórmula	Pureza (%)	Marca	Uso
n-Hexano	C ₆ H ₁₄	95	Sigma-Aldrich	Extracción del aceite
Metanol	CH ₄ O	99,8	Sigma-Aldrich	Reacción de esterificación y transesterificación
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	95-97	Sigma-Aldrich	Reacción de esterificación
Hidróxido sódico	NaOH	99	Scharlau	Reacción de transesterificación y Estabilidad
Ácido orto-fosfórico	H ₃ PO ₄	85	Merck	Purificación biodiesel
Etanol	C ₂ H ₅ OH	99,9	Lichrosolv	Índice de acidez Lavado de los electrodos
Éter dietílico estabilizado con BHT	C ₄ H ₁₀ O	99,7	Sigma-Aldrich	Índice de acidez
Hidróxido potásico en isopropanol	KOH-C ₃ H ₈ O	-	Sigma-Aldrich	Índice de acidez
Almidón	C ₆ H ₁₀ O ₅	-	Roig Farma	Índice de yodo
Reactivo de Wijs 0,1M	ICI	-	FlukaAnalytical	Índice de yodo
Ciclohexano	C ₆ H ₁₂	99,5	Sigma-Aldrich	Índice de yodo
Ácido acético glacial	CH ₃ COOH	96	Scharlau	Índice de yodo. Número de peróxidos
Yoduro potásico	KI	99,5	Scharlau	Índice de yodo. Número de peróxidos
Tiosulfato sódico 0,1N	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	-	Scharlau	Índice de yodo
Tiosulfato sódico 0,01N	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	-	Scharlau	Número de peróxidos
1-decanol	C ₁₀ H ₂₂ O	99	AldrichChemistry	Número de peróxidos
Polietilenglicol 600	HO(C ₂ H ₄ O) _N H	-	Panreac	Estabilidad a la oxidación
Acetona	CH ₃ (CO)CH ₃	-	-	Estabilidad
Agua destilada	H ₂ O	-	-	Estabilidad y Purificación biodiesel
Aire sintético N-50	-	99,99	Air liquide	Estabilidad
Heptano	C ₇ H ₁₆	99,9	Sigma-Aldrich	Cromatografía de gases
Metilheptadecanoato	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	99,9	FlukaAnalytical	Cromatografía de gases
Helio Alphagaz	He	99,99	Air liquide	Cromatografía de gases
Hidrógeno Alphagaz	H ₂	99,99	Air liquide	Cromatografía de gases
Nitrógeno Alphagaz	N ₂	99,99	Air liquide	Cromatografía de gases
Nitrógeno	N ₂	-	Air liquide	Purificación Aceite

Tabla 4.1.- Características de los productos químicos utilizados en los procedimientos experimentales.

4.2. Semilla de *Jatropha Curcas*

La materia prima utilizada son semillas de *Jatropha Curcas* procedentes de un cultivo energético de la isla de Fuerteventura enmarcado dentro del proyecto interdisciplinar “DISA Biocombustible *Jatropha*”. Estas semillas fueron elegidas entre una variedad de 32 especies en cuyos cultivos se usan diferentes variables. Estas variables se muestran en la Figura 4.2.

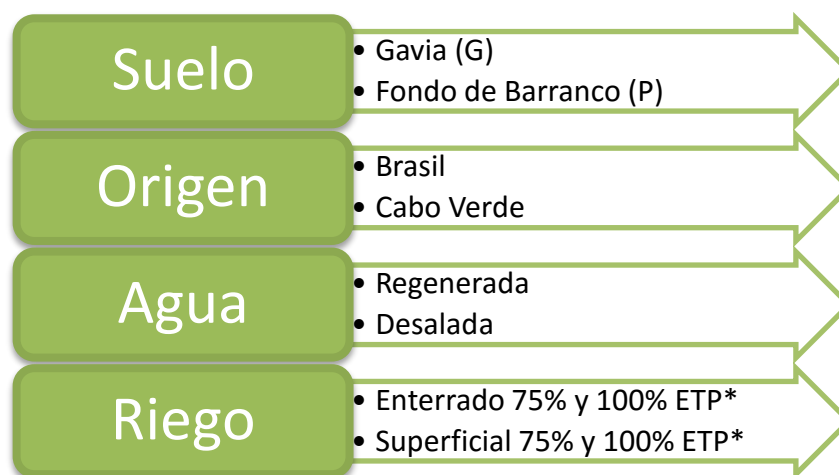


Figura 4.2.- Variables de cultivo de las semillas.

*ETP: Significa que se riega con una dosis correspondiente al 75% o 100% de la máxima cantidad de agua que puede evaporarse, desde un suelo completamente cubierto de vegetación, que se desarrolla sin limitaciones en disponibilidad de agua.

En las siguientes tablas, se muestran las características de las semillas empleadas en este estudio (Tabla 4.2) y la nomenclatura de las semillas según las variables de cultivo (Tabla 4.3).

Procedencia (Origen)	Cabo Verde (CV)
Tipo de suelo	Gavia (G) y Fondo de Barranco (P)
Agua utilizada	Regenerada (R)
Tipo de riego	Enterrado (E) Y Superficial (S)
ETP	100% y 75%
Periodo de cosecha	2013

Tabla 4.2.- Características de las semillas estudiadas.

Origen	Suelo	Riego y dosis	Muestra
Cabo Verde	Suelo G	Superficial 100%	CVGS100
		Enterrado 100%	CVGE100
		Superficial 75%	CVGS75
		Enterrado 75%	CVGE75
	Suelo P	Superficial 100%	CVPS100
		Enterrado 100%	CVPE100
		Superficial 75%	CVPS75
		Enterrado 75%	CVPE75

Tabla 4.3.- Nomenclatura de las semillas según las variables de cultivo.

Como se muestra en la Tabla 4.3. para este estudio únicamente se utilizaron semillas de origen Cabo Verde, cultivadas en dos tipos de suelo: Fondo de Barranco (P), que son suelos arenosos y Gavia (G), que son más arcillosos; regadas únicamente con agua Regenerada (R), proveniente de reciclado urbano de aguas residuales; dos tipos de riego: Superficial (S), donde las tuberías están en la parte externa del suelo y enterrado (E), donde el agua se conduce por tuberías perforadas que están soterradas a una determinada profundidad; y dos tipos de dosis: 100 y 75 % de ETP.

Todas las semillas escogidas en este estudio son tratadas como se esquematiza en la Figura 4.1. y las condiciones de operación que se emplean en todos los procedimientos se mantienen constantes independientemente de la variedad de semilla empleada.

4.3. Preparación de las semillas

Se pesan aproximadamente 300 gramos de semillas con cáscara y como se observa en la Figura 4.3., se pelan con la ayuda de un mazo y trituran para facilitar la extracción del aceite.



Figura 4.3.- Semillas peladas / Semillas trituradas.

Una vez trituradas, se introducen en la estufa a 40°C en un vaso de precipitado durante 24 horas para eliminar la humedad que pueda tener (Figura 4.4).



Figura 4.4.- Estufa a 40°C / Semillas en la estufa.

Pasadas las 24 horas, se prepara un cartucho de papel de filtro, como se observa en la Figura 4.5, en el que se introducen las semillas secas y trituradas con el fin de que pasen la menor cantidad de semillas a la mezcla de hexano-aceite en el proceso de extracción de aceite.



Figura 4.5.- Cartucho de papel de filtro con las semillas trituradas en su interior.

Inmediatamente, se realiza la extracción de las semillas, de no ser así se coloca el cartucho en un desecador hasta el momento de realizar dicho proceso.

4.4. Proceso de extracción de aceite

El proceso de extracción de aceite puede dividirse en varias etapas las cuales son: extracción de aceite, filtración del aceite y recuperación del hexano.

4.4.1. Extracción de aceite

La extracción del aceite de la semilla se realiza mediante un proceso de extracción química con solvente, el cual se evapora y sube hasta el área de refrigeración donde es condensado y al caer y regresar a la cámara de solvente, va separando el aceite de las semillas.

Este proceso se lleva a cabo en un equipo soxhlet que se compone de un balón que está en contacto con una manta calefactora y un cuerpo extractor que se comunica por su parte inferior con el balón y cuya parte superior está en contacto con un serpentín de refrigeración, por el cual circula una corriente de agua fría (Figura 4.6).

Por la parte superior del soxhlet, se introduce el cartucho en el interior del cuerpo extractor y se añade el solvente, utilizando 1500 ml de hexano.

Finalmente, se coloca el serpentín de refrigeración y se enciende la manta calefactora a la temperatura necesaria para que el hexano se evapore. El proceso de extracción dura 7 horas, que es el tiempo necesario para arrastrar todo el aceite de las semillas.

Como resultado de este proceso, se obtendrá en el balón una mezcla de aceite extraído y solvente.



Figura 4.6.- Equipo soxhlet de extracción de aceite / Mezcla hexano-aceite.

4.4.2. Filtración de aceite

Una vez finalizado el proceso de extracción, se procede a recuperar el hexano de la mezcla hexano-aceite. Para ello, primero se filtra la mezcla con el fin de eliminar las semillas que hayan sido arrastradas del cartucho a ésta.

Para esto se dispone de un matraz kitasato de 500 ml, conectado a un embudo de buschner, en cuyo interior se colocará un papel de filtro de vidrio, y a un sistema de vacío que facilitará la separación entre las partículas y la mezcla hexano-aceite (Figura 4.7).

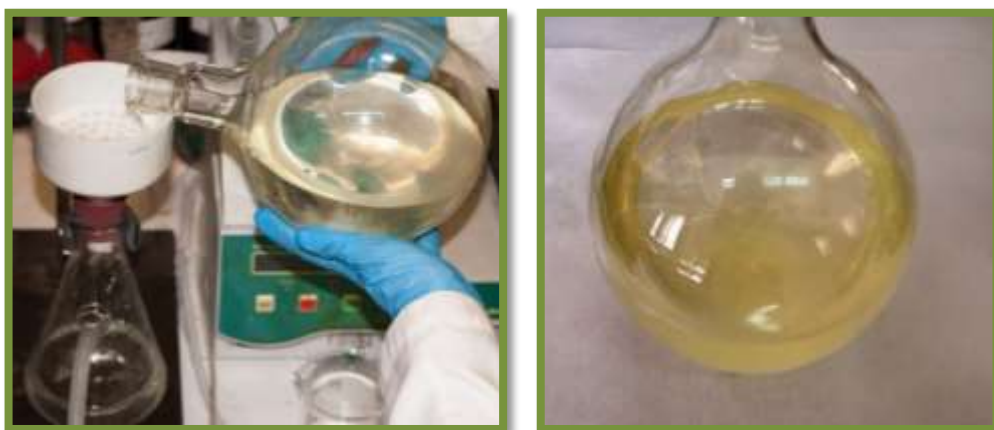


Figura 4.7.- Equipo de filtración a vacío / Mezcla aceite/hexano.

4.4.3. Recuperación del hexano

Posteriormente, se introduce la mezcla filtrada en un balón y éste se conecta al sistema de extracción soxhlet, habiendo retirado previamente el cartucho que se seca a 60°C en la estufa.

Se enciende la manta calefactora a una temperatura necesaria para que el hexano se evapore, ascienda por los brazos del extractor hasta llegar al sistema de refrigeración donde se condensa y queda atrapado en el cuerpo del soxhlet. La duración de este proceso será hasta que se haya recuperado la mayor cantidad de solvente utilizado para la extracción. Hay que tener en cuenta que antes de que se produzca el sifón, para evitar que se vuelva a mezclar el hexano recuperado con el aceite, hay que vaciar el cuerpo de extracción (Figura 4.8).

Una vez terminado el proceso de recuperación, con el objetivo de eliminar los restos de hexano en el aceite, se le burbujea una corriente de nitrógeno al mismo, previamente calentado a 65°C.

Para asegurar que no quede hexano, se pesa el balón a diferentes intervalos de tiempo hasta que el peso de éste sea constante, lo que significa que su contenido es solo de aceite.

Finalmente, se identifica el aceite y se guarda en un bote cristal oscuro de topacio.



Figura 4.8.- Equipo de recuperación del solvente / Aceite extraído.

Una vez extraído el aceite, éste es caracterizado midiéndole las siguientes propiedades: Índice de acides, Viscosidad a 40°C y densidad a 40°C, utilizando la metodología descrita posteriormente en el apartado 4.5. Luego de la caracterización todos los aceites son convertidos a biocombustible mediante dos reacciones catalíticas descritas a continuación en el siguiente apartado.

4.5. Producción de biodiesel

La obtención de biodiesel se realiza en dos etapas de reacción catalítica en fase homogénea: primero, una esterificación catalítica ácida y posteriormente, una transesterificación catalítica básica. En los apartados siguientes, se procede a la descripción detallada de ambas reacciones.

4.5.1. Esterificación catalítica homogénea ácida

Esta reacción se realiza como pretratamiento de los aceites para reducir el contenido de ácidos grasos libres transformándolos en ésteres.

En la Tabla 4.4, se presentan las condiciones bajo las que se realizó para todos los aceites extraídos esta primera etapa de reacción.

Relación molar metanol: aceite	7:1
Temperatura de reacción	60 °C
Tiempo de reacción	90 min
Catalizador	H ₂ SO ₄ al 1% en peso del aceite
Reactivos	Aceite extraído, MeOH

Tabla 4.4.- Condiciones de reacción de la esterificación.

En primer lugar, se enciende el baño termostático para que alcance la temperatura de reacción, en el cual se introducirá el reactor una vez preparado.

En la base del reactor se introduce la masa de aceite deseada. En la tapa se acopla la varilla del agitador y se unen ambas partes. Luego se colocan los tapones y el condensador en serpentín. Todo este conjunto de reacción, se sujeta a un soporte introduciéndolo en el baño y accionando el agitador mecánico a una velocidad media de 300 o 400 r.p.m.

Una vez alcanzada la temperatura de reacción deseada se introduce la mezcla de catalizador y reactivo. En este momento comienza el tiempo de reacción.

En la Figura 4.9, se observa el sistema de reacción.



Figura 4.9.- Equipo de esterificación.

Transcurrido el tiempo de reacción, se desmonta el sistema y se deja reposar la mezcla de reacción en un embudo de decantación al menos unas 24 horas para que se separen las dos

fases: fase acuosa (restos de metanol y ácido sulfúrico) y fase inferior (aceite esterificado) (Figura 4.10).



Figura 4.10.- Resultado de la esterificación transcurridas 24 h. de reposo.

Todos los aceites esterificados fueron caracterizados midiéndole su índice de acidez para comprobar la disminución de los ácidos grasos libres y posteriormente son sometidos a una segunda etapa de reacción (transesterificación).

4.5.2. Transesterificación catalítica homogénea básica

En esta etapa los triglicéridos son convertidos a metilésteres (FAME's), haciendo reaccionar el aceite esterificado con metanol en presencia de un catalizador (NaOH). Las condiciones de la reacción de transesterificación para todos los aceites esterificados se presentan en la Tabla 4.5.

Relación molar metanol: aceite	6:1
Temperatura de reacción	65°C
Tiempo de reacción	120 min
Catalizador	NaOH al 0,5% en peso del aceite
Reactivo	Aceite esterificado, MeOH

Tabla 4.5.- Condiciones de la reacción de transesterificación.

El montaje del sistema de reacción es muy similar al de la reacción de esterificación, así como el procedimiento, difiriendo solamente en las condiciones de reacción y en la preparación del catalizador.

El catalizador se introduce en un vaso de precipitado junto con el reactivo para la formación del metóxido sódico, CH_3ONa , y se le aplica calor para disolver completamente el catalizador.

Una vez montado el reactor en el sistema de reacción, el aceite esterificado se calienta a la temperatura de reacción y se prepara el catalizador con el metanol. Luego, se introduce la mezcla del catalizador y el reactivo en el sistema de reacción para dar comienzo a la transesterificación.

En la Figura 4.11, se observa la instalación del equipo para realizar la reacción de transesterificación.



Figura 4.11.- Equipo de transesterificación.

Finalizado el tiempo de reacción, se desmonta el sistema y se pasa el producto a un embudo de decantación dejándolo reposar al menos 24 horas para que por acción de las diferentes densidades se produzca la separación de las dos fases. Se separa la capa superior, que corresponde al biocombustible, de la glicerina, capa inferior (Figura 4.12).



Figura 4.12.- Resultado de la transesterificación una vez se han separado las fases.

Luego de separar el biocombustible, este es purificado según se describe en el apartado 4.5.3.

4.5.3. Lavado y purificación del biocombustible

Separadas las fases, se procede al lavado y purificación del biocombustible para eliminar los restos de catalizador y de reactivos que no han reaccionado en el proceso de transesterificación, además de los jabones que se hayan formado (Figura 4.13).

Para ello, se realizan cinco lavados con agua acidulada al 3% de H_3PO_4 (ácido fosfórico) y otros cinco lavados con agua destilada caliente. El ácido fosfórico neutraliza el NaOH y forma sales solubles en agua que junto con los jabones formados son eliminados en un posterior lavado con agua caliente destilada. Estos últimos 5 lavados también eliminan los restos de glicerina y alcohol.

El volumen de cada lavado es el equivalente a las dos terceras partes del biocombustible obtenido.



Figura 4.13.- Lavado del biocombustible.

Una vez lavado el biocombustible, éste puede seguir conteniendo restos de metanol, por ello se procede a su eliminación por medio de una centrifugación con vacío.

Primero, se centrifuga durante una hora a temperatura ambiente para separar los compuestos parafínicos formados durante el lavado. Luego, se elimina el metanol residual con el mismo proceso, pero centrifugando durante 2 horas y a 70°C de temperatura.

Abajo, en la Figura 4.14, se muestra el equipo de centrifugación utilizado y el biocombustible obtenido al finalizar el proceso.

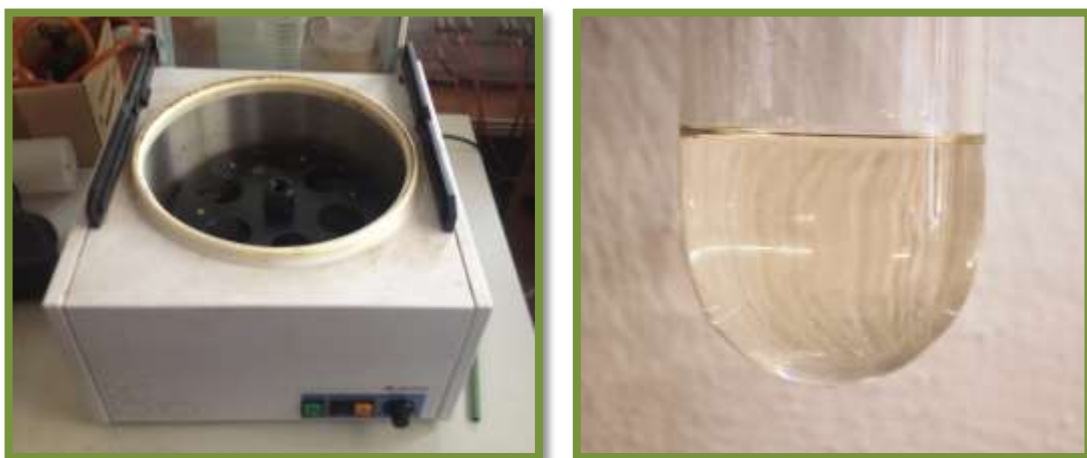


Figura 4.14.- Centrifugadora / Biocombustible Purificado.

Finalmente, ya lavado y purificado el biocombustible, se identifica y se introducen en un bote de cristal oscuro de topacio a 5°C.

4.6. Caracterización del aceite extraído y el biocombustible obtenido

Tanto el aceite como el biocombustible obtenido se someten a una serie de métodos de análisis para su caracterización. En el siguiente esquema, Figura 4.15, se muestran los parámetros determinados para la caracterización tanto del aceite como del biocombustible.

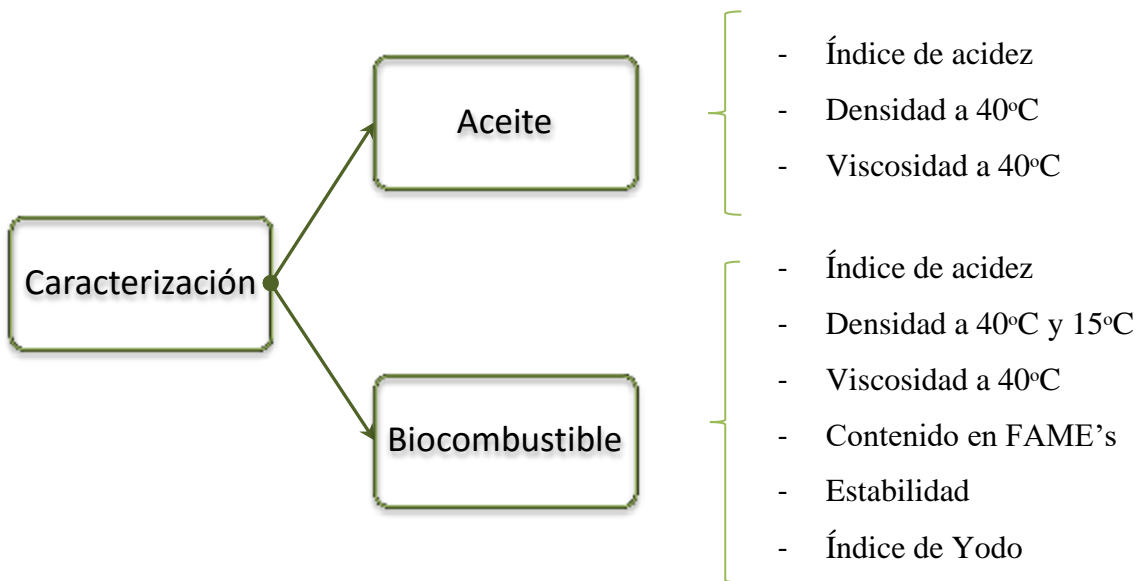


Figura 4.15.- Parámetros para caracterizar el aceite y el biocombustible.

4.6.1. Índice de acidez

La medida del índice de acidez se lleva a cabo utilizando un valorador automático, "Metrohm modelo Titrino 794" (Figura 4.16). El valor obtenido será dado en miligramos de KOH por gramo de muestra (mg KOH/g).



Figura 4.16.- Valorador automático “Metrohm modelo Titrino 794”.

Para llevar a cabo la medida del índice de acidez, se toma una cantidad de la muestra que se quiere analizar, esta cantidad está determinada en función del grado de acidez que se prevé que tendrá, como se muestra en la Tabla 4.6.

Rango de índice de acidez (mg KOH/g)	Masa muestra (g)
0,06 – 1,00	5,00
1,00 – 5,00	1,25
5,00 – 20	0,25
20 – 100	0,0625
100 – 200	0,025

Tabla 4.6.- Masa de la muestra en función de la acidez.

A continuación, la muestra se disuelve en 25 ml de una disolución de 1:1 de éter dietílico y etanol al 95%. Se introduce un agitador magnético para favorecer la mezcla, el electrodo y el dosificador del valorante.

Se elige el método de medida de acidez, introduciendo el nombre y el peso de la muestra y se inicia el análisis. Al finalizar la medida, el valorador automático proporciona el resultado impreso.

Antes y después de la medida, debe limpiarse el instrumental utilizado, varias veces con etanol y luego debe secarse.

4.6.2. Viscosidad

Este parámetro se determina mediante la utilización de un viscosímetro rotacional VISCO STAR Plus L que proporciona la información en cP. Este equipo consta de un husillo calibrado TL5 que gira en el interior de un porta muestras cuyo volumen aproximado es de 20 ml. Todo se encuentra en el interior de una camisa calefactora unida a un baño termostático.

A continuación, se muestra el equipo donde se realiza la medida de la viscosidad y sus accesorios (Figura 4.17).



Figura 4.17.- Viscosímetro rotacional VISCO STAR Plus L. / Accesorios.

El husillo gira en el seno de la muestra según la velocidad fijada, y la viscosidad vendrá en función de la resistencia que tenga el fluido al movimiento del husillo.

La normativa indica que la medición de la viscosidad se debe realizar a 40°C por tanto, se enciende el termostato y se deja que alcance dicha temperatura.

Se coloca una cantidad de biodiesel en el interior del cilindro suficiente para que inunde el husillo. El cilindro se acopla a la camisa calefactora y se selecciona el programa específico en función del tipo de husillo y la velocidad de éste. Generalmente, la velocidad para la medición de aceites es 100 rpm y para biocombustibles 200 rpm.

Una vez estabilizado el sistema, se lee el valor de la viscosidad dinámica (μ) en cP y se calcula la viscosidad cinemática (ν) a partir de la ecuación 4.1:

$$\nu(cSt) = \frac{\mu(cP)}{\rho(\frac{g}{cm^3})} \quad [4.1]$$

Donde, μ es la viscosidad cinemática y ρ es la densidad, ambos medidos a 40°C.

4.6.3. Densidad

La medida de la densidad, tanto del aceite como del biodiesel, se realiza con la utilización de un densímetro digital portátil METER TOLEDO modelo Densito 30PX que proporciona los datos en gramos por centímetro cúbico (g/cm^3) y la temperatura en grados centígrados (°C).

En la Figura 4.18, se refleja el densímetro utilizado durante la experimentación.



Figura 4.18.- Densímetro digital portátil METER TOLEDO modelo Densito 30PX.

El funcionamiento de este dispositivo consiste en aspirar la muestra a medir a través del tubo, teniendo cuidado de que no se formen burbujas en el interior de la celda. Luego, al alcanzar la temperatura deseada la cual se indica en la pantalla digital del equipo, se anota el valor de la densidad.

Al empezar y al finalizar la medida, el densímetro debe ser lavado varias veces con etanol para eliminar los posibles residuos de muestras que quedarán en su interior.

La densidad del aceite se mide a 40°C, sin embargo, para el biocombustible se realiza la medida a 40°C y a 15°C, la primera para el cálculo de la viscosidad cinemática y la segunda porque es la temperatura que indica la norma UNE EN ISO 3675.

Para llevar la temperatura a 40°C se utiliza un baño termostático. En el caso de las medidas a 15°C, las muestras se enfrían en la nevera.

4.6.4. Contenido en FAME's

La determinación del contenido en FAME's se rige por la norma UNE-EN 14103. Se realiza en un cromatógrafo de gases “VARIAN 3900 GC” equipado con un inyector split-splitless modelo CP-7488, con un detector de ionización de llama (FID) y una columna capilar CP-SIL

88 de 50 cm de longitud, 0,25 mm de diámetro interno y 0,20 μm de espesor de película. (Figura 4.19).



Figura 4.19.- Cromatógrafo de gases / Inyector.

En primer lugar, se prepara la disolución del patrón interno. Para ello, se pesan 100 mg de heptadecanoato metílico en un matraz aforado de 10 ml aforándolo con heptano.

Luego, se preparan las muestras que se van a analizar, pesando 50 mg de éstas en un vial de cromatografía de 2 ml y se disuelve con 1 ml de disolución patrón. Para homogenizar la mezcla se agita el vial.

Por último, las muestras son colocadas en el carrusel del cromatógrafo y se selecciona el método cromatográfico para dar comienzo al análisis.

Las condiciones del análisis se presentan en la Tabla 4.7.

Temperatura del inyector	250°C
Volumen de inyección	1 μl – Inyección en modo split (20ml/min)
Flujo de Helio	1 ml/min
Condiciones del detector	250°C
	300 ml de aire/min
	30 ml de hidrógeno/min
	30 ml de nitrógeno/min

Tabla 4.7.- Condiciones del método cromatográfico.

El programa de temperaturas del horno de la columna se especifica a continuación.

- Temperatura inicial de 160°C durante 5 minutos.
- A 4°C/min hasta 180°C.
- Mantenido en 180°C durante 2 minutos.
- A 15°C/min hasta 225°C.
- Mantenido en 225°C durante 12 minutos.
- A 15°C/min hasta los 240°C.
- Mantenido en 240°C durante 5 minutos.

Los datos se obtienen en forma de cromatograma que mediante el software Star Workstation 6.00 se realiza la cuantificación total de los metilésteres a través de una relación de áreas. Se realiza desde el pico del miristato metílico (C_{14}) hasta el éster metílico del ácido nervónico ($C_{24:1}$), considerando todos los picos.

4.6.5. Estabilidad a la oxidación

El análisis consiste en la determinación de la estabilidad a la oxidación de los ésteres metílicos de los ácidos grasos a partir del periodo de inducción.

Básicamente, se hace pasar un flujo de aire purificado y seco a través de la muestra, que atraviesa previamente un lecho de partículas de gel de sílice. La muestra se encuentra en un vial de reacción sumergido en un baño termostático a 110°C. El flujo de aire de salida que arrastra compuestos volátiles, formados en la reacción de oxidación, se circula a un balón de vidrio con agua destilada que contiene un electrodo que monitorea la conductividad. El electrodo se conecta a un dispositivo de medida y registro, el cual determina el tiempo de finalización del análisis obteniendo el tiempo de inducción que representa la estabilidad de la muestra.

En las siguientes imágenes (Figura 4.20), se expone el equipo de medida de la estabilidad.



Figura 4.20.- Equipo de medición de la estabilidad.

- Lavado del material:

El vial de reacción, el balón de vidrio y los tubos de salida de aire y de entrada de gases se lavan al menos tres veces con: acetona para eliminar los residuos orgánicos, con agua corriente y con una disolución alcalina diluida de NaOH. Después se coloca el material lavado en la estufa a 70°C durante dos horas como mínimo.

Una vez transcurridas las dos horas, se realizan tres lavados con agua de chorro y por último otros tres lavados con agua destilada. Se vuelve a secar en la estufa, pero esta vez a 110°C con un tiempo mínimo de una hora.

- Preparación de la instalación:

Se enciende el baño termostático a una temperatura de 110°C. Se pesan 3 gramos de la muestra de biocombustible en el vial de reacción. Se miden 50 ml de agua destilada en el balón.

Cuando el baño esté a 110°C, se introduce el electrodo y el tubo de salida de gases en el balón y se conecta el ordenador, se ejecuta el programa (GLP-31) de recepción de datos y se enciende el electrodo.

Después se coloca el vial que contiene el biocombustible dentro del baño y se conecta el tubo de entrada de aire dejando pasar un flujo de 8,77l/h a 1 bar.

Se inicia el ensayo encendiendo el conductímetro que automáticamente comienza con la recogida de datos y finaliza cuando la señal alcance $200\mu\text{S}/\text{cm}$, valor máximo de conductividad establecido por la Norma UNE.

La variable a determinar es el tiempo de inducción, que representa la estabilidad de la muestra. Éste se determina gráficamente, puesto que, la representación de los datos de conductividad y tiempo dan lugar a una curva que equivale a la oxidación que sufre la muestra. En la Figura 4.21, se muestra un ejemplo de la curva que se obtiene en este proceso.

En la imagen nombrada anteriormente, se observan dos tramos: el inicial, con cambios en la conductividad relativamente pequeños y el final, con un aumento brusco de la conductividad, debido a la rápida reacción de oxidación.

Por último, para calcular el período de inducción, se trazan las tangentes de los dos tramos y la intersección entre ellas da el período (en horas) transcurrido desde el momento inicial hasta el momento en el que tiene lugar un incremento pronunciado de la conductividad.

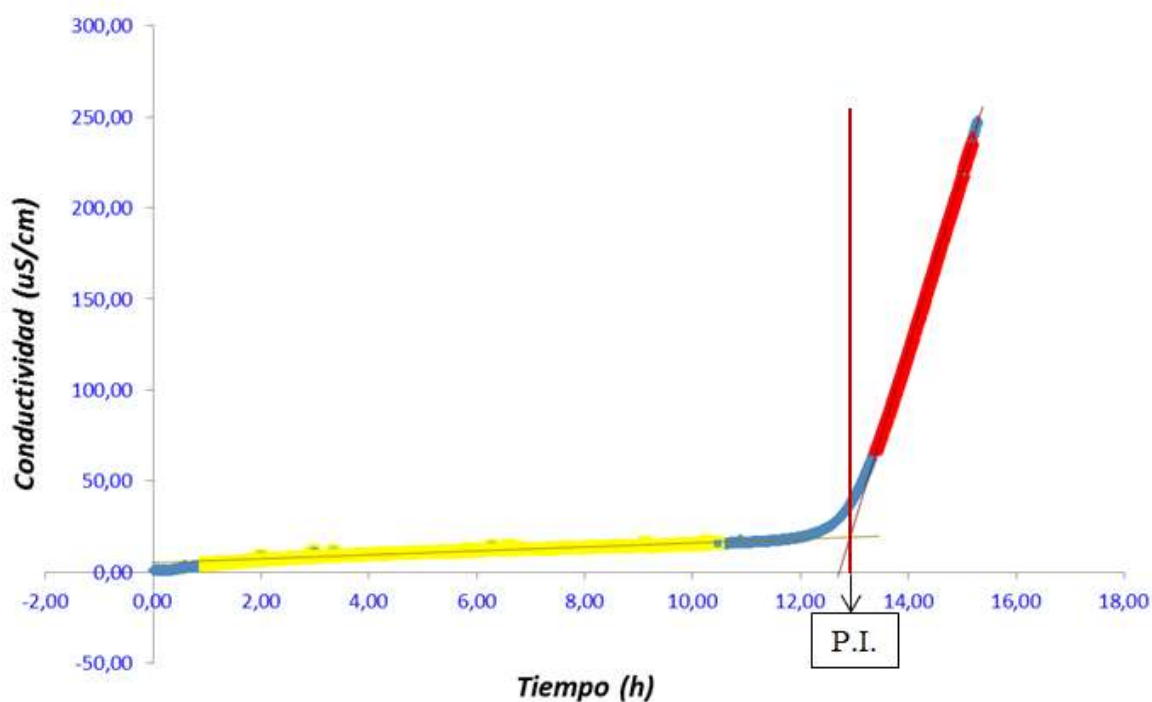


Figura 4.21.- Ejemplo de curva de estabilidad.

4.6.6. Índice de Yodo

El índice de yodo se mide como el yodo absorbido en gramos por cada 100 gramos de muestra, y se relaciona con el nivel de insaturación presente en el aceite, es decir, cuanto mayor sea el contenido en insaturaciones más elevado es el índice de yodo.

Este análisis se realiza mediante una valoración manual cuyo valor máximo es de 120g/100g.

Inicialmente, se vierten 250 ml de agua destilada en un vaso y se calientan hasta su ebullición, después se pesa 1,25 g de almidón que se disuelven en 7,5 ml de agua destilada. Cuando esté hirviendo el agua, se agrega esta disolución y se deja hervir durante tres minutos. Una vez realizado esto, se deja enfriar. Se debe preparar el mismo día que se vaya a realizar el análisis para que esté fresco.

Este procedimiento experimental requiere de un blanco, por tanto, en un matraz de 500 ml se prepara 20 ml de disolvente y 25 ml de reactivo Wijs. La preparación de la muestra se hace igual forma, pero, se añade una cantidad de muestra, entre 0,13 y 0,15 g, apuntando la masa exacta.

La cantidad de muestra se tomó de acuerdo al índice de yodo que se esperaba obtener y en relación con la Tabla 4.8.

Índice de yodo previsto (g/100g)	Peso de la muestra problema (g)
151-200	0,10
101-150	0,13
51-100	0,20
50-21	0,40
20-5	1,00
<5	3,00

Tabla 4.8.- Datos de peso de muestra para un índice de yodo previsto.

El disolvente se prepara agregando ciclohexano y ácido acético glacial en la misma proporción, 1:1 (v/v).

Tanto el matraz de la muestra como el del blanco, se agitan vigorosamente, se cierran y se guardan en un lugar oscuro durante una hora.

Una vez transcurrido el tiempo de reposo de las muestras, se le añaden 20 ml de una disolución de yoduro potásico (10 g de yoduro de potasio en 100 ml de agua destilada), 150 ml de agua destilada y unas gotas de almidón a cada una. Inmediatamente, se procede a la valoración, enrasando la bureta con tiosulfato sódico 0,1M que actúa como agente valorador. Se produce un cambio de color durante la titulación, pasando de un color oscuro al blanco, siendo este último el color que nos indica el punto final de la valoración. Se anota el volumen total de tiosulfato gastado.

El cálculo del índice de yodo se obtiene mediante según la expresión 4.2:

$$\text{Índice de Yodo} = \frac{12,69 \cdot C \cdot (V_1 \cdot V_2)}{m} \left(\frac{g \text{ Yodo}}{100 g \text{ muestra}} \right) \quad [4.2]$$

Siendo:

C = concentración de la disolución patrón de tiosulfato sódico (M).

V₁ = Volumen de la disolución de tiosulfato sódico utilizado para el ensayo en blanco (ml).

V₂ = Volumen de la disolución de tiosulfato sódico usado para la determinación del índice de yodo de la muestra (ml).

m = masa de la muestra (g).

4.6.7. Número de peróxidos

Aunque este parámetro no se halla en la norma Europea, se ha determinado dado que indica la tendencia al enranciamiento de la muestra y su deterioro con el paso del tiempo.

Se prepara una solución de yoduro de potasio saturado en agua y una de ácido acético glacial: 1-decanol en proporción 3:2 (v/v). Una vez preparadas, se pesan cinco gramos de biocombustible en un vaso de precipitado de 100 ml, se anota el peso exacto y se le añaden 10 ml de la disolución de ácido acético glacial: 1-decanol y 200 µl de la disolución saturada de yoduro potásico. Se agita durante 5 s y se coloca 1 minuto en la oscuridad. Transcurrido este tiempo, se agregan 50 ml de agua destilada y se coloca un agitador magnético. Se coloca el electrodo y la punta de adición del valorador. Se enciende el valorador, se pone la agitación y, por último, se selecciona el método de valoración del yodo liberado por la muestra, titulando con tiosulfato sódico 0,01N. Una vez terminado el análisis, el valorador calcula e imprime el valor del número de peróxidos.

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN



La investigación ha consistido en el análisis de la influencia del tipo de riego y suelo en la calidad tanto del aceite extraído como del biodiesel obtenido a partir de semillas de *Jatropha Curcas* procedentes de Cabo Verde regadas con agua regenerada.

Las variables estudiadas son el tipo de suelo (Fondo de Barranco y Gavia), el tipo de riego (enterrado y superficial) y el porcentaje de evotranspiración (75 y 100% ETP).

En este capítulo, se recogen los datos obtenidos durante la investigación realizada y se discute la influencia de las variables de cultivo sobre la producción de aceite y de biodiesel así como su calidad.

5.1. Extracción de aceite

En la primera etapa se obtiene aceite a partir de las semillas utilizando las condiciones de extracción comentadas en el Capítulo 4 de esta Memoria, que son un pretratamiento en estufa a 40°C durante 24 horas, un tiempo de extracción de 7 horas y una relación de (gramos de hexano)/(gramos de semilla) de 5:1.

A continuación, se definen los diferentes rendimientos obtenidos, tanto del proceso de pelado, como de extracción.

El rendimiento en semilla blanca relaciona la cantidad de semilla pelada (sin cáscara) con la cantidad de semilla con cáscara y se define según la ecuación 5.1:

$$\eta_{SB} = \frac{m_{SB}}{m_{SCC}} \cdot 100 \quad [5.1]$$

Donde:

m_{SB} = masa de semillas sin cáscara (g).

m_{SCC} = masa de semillas con cáscara (g).

η_{SB} = rendimiento de semilla blanca (%).

Tras la extracción, se obtiene el rendimiento en aceite en función de la semilla con cáscara, que nos indica la proporción de aceite que contiene esa semilla. Éste se determina según la expresión 5.2:

$$\eta_{ACSCC} = \frac{m_A}{m_{SCC}} \cdot 100 \quad [5.2]$$

Donde:

m_A = masa del aceite extraído (g).

η_{ACSCC} = rendimiento en aceite en función de la semilla con cáscara (%).

Este último rendimiento obtenido se puede relacionar con la producción de semillas de cada cultivo para así obtener la producción de aceite. Para ello es necesario conocer la producción de semillas (P , t/ha) para la cosecha en estudio (2013), que proporciona el Grupo de Investigación Recursos de Suelos y Aguas de la Universidad de La Laguna.

Con dichos datos, se puede calcular la producción de aceite extraído (P_A , t/ha) según la ecuación 5.3:

$$P_A = \frac{\eta_{ACSCC} \cdot P}{100} \left(\frac{t}{ha} \right) \quad [5.3]$$

5.1.1. Influencia de las variables de cultivo sobre el rendimiento en semilla blanca

En estudios previos realizados por el grupo de Catálisis heterogénea de la Universidad de La Laguna, se ha determinado que la cáscara de la semilla en el proceso de extracción aumenta la acidez del aceite extraído, por lo que se ha decidido realizar la extracción con la semilla blanca eliminando la cáscara.

Los rendimientos en semilla blanca se obtienen mediante la expresión [5.1] y los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla AI.1 del Anexo I de esta Memoria, encontrándose valores que oscilan entre 58,7 y 62,5%, dentro del rango encontrado en la bibliografía.

En la Figura 5.1, se presentan los rendimientos en semilla blanca para las diferentes semillas estudiadas, organizados primero respecto al suelo y dentro de cada uno de ellos con el tipo de riego utilizado, para así poder compararlos.

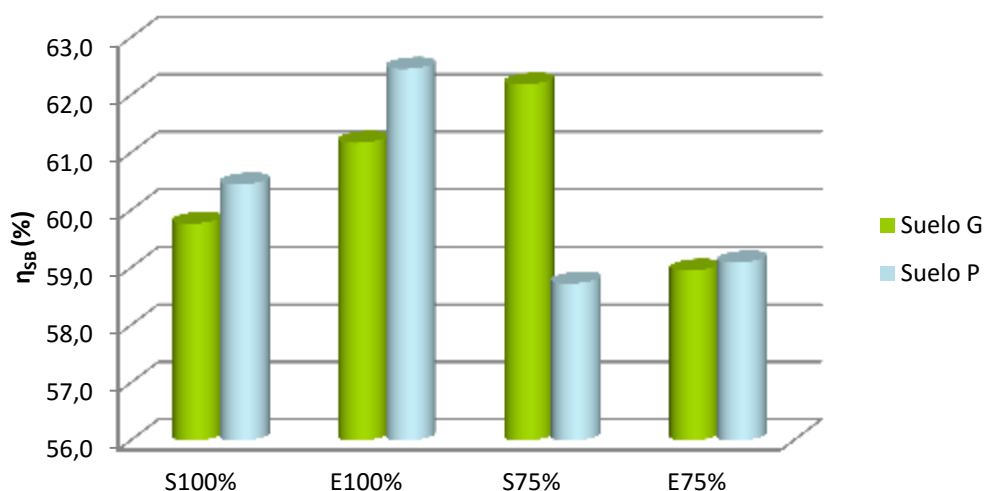


Figura 5.1.- Rendimiento en semilla blanca.

En ella se observa que se obtienen mejores rendimientos en semilla blanca para los suelos de Fondo de Barranco (suelo P), excepto cuando se utiliza el riego superficial con una dosis del 75% de ETP, que es además el menor rendimiento obtenido.

Esto podría suceder porque las semillas en suelo de Gavia son de menor tamaño, por tanto, tienen más superficie de cáscara y al eliminarla, se obtiene menor cantidad de grano.

Las semillas procedentes de cultivos en Fondo de Barranco, muestran rendimientos más elevados para riegos enterrados y para la ETP del 100%, por tanto para este suelo el rendimiento mayor corresponde a un cultivo en el que se ha utilizado riego enterrado con una dosis del 100% de ETP.

En cuanto al suelo de Gavia, los resultados no muestran una tendencia homogénea con el tipo de riego utilizado, ya que para riego enterrado los mayores rendimientos se obtienen para un 100% de ETP como en el caso del suelo de Fondo de Barranco, mientras que cuando se utiliza riego superficial es la dosis de ETP 75% la que da lugar a un mayor rendimiento.

De manera global, los mejores resultados se obtienen en riegos con ETP al 100%, con la excepción en el suelo de Gavia que lo hace con riego superficial al 75%.

5.1.2. Influencia de las variables de cultivo sobre la extracción de aceite

En este apartado, se compara la influencia que ejercen las variables estudiadas cuando se extrae el aceite de las semillas, es decir, la cantidad de aceite que se extrae de la semilla en función del tipo de suelo y del tipo y la dosis de riego.

Todos los rendimientos obtenidos en la extracción de aceite se calculan según la expresión [5.2] y se encuentran en la Tabla AI.1 del Anexo I encontrándose valores que oscilan entre 30,3 y 38,3%, dentro del rango encontrado en la bibliografía y con una menor influencia de las variables de cultivo que la encontrada para el rendimiento en semilla blanca.

La Figura 5.2 refleja dichos rendimientos en función de las variables de cultivo para cada uno de los suelos utilizados.

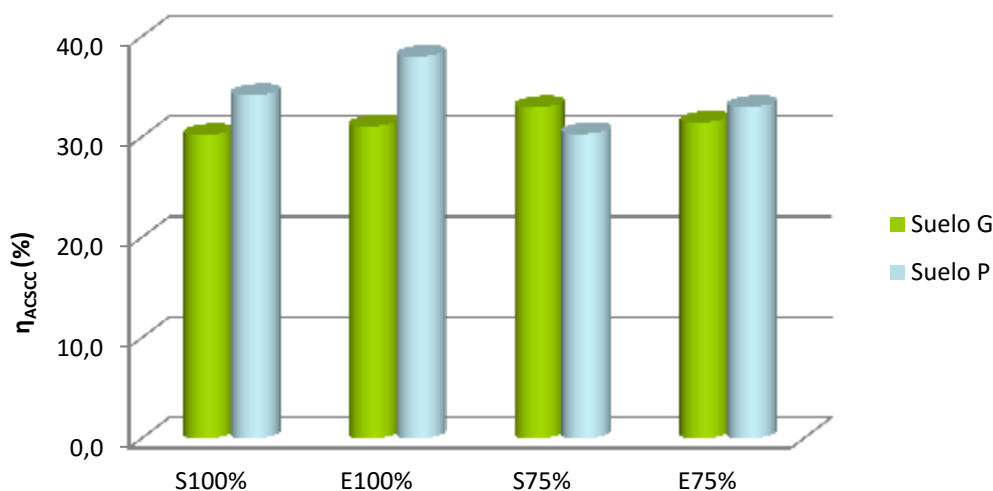


Figura 5.2.- Rendimiento en aceite respecto a semilla con cáscara.

Tal y como se observa en la figura, el comportamiento es análogo al encontrado para el rendimiento en semilla blanca. Siguen predominando los suelos de fondo de barranco, exceptuando para el caso de riego superficial a 75% ETP, donde el suelo de Gavia da lugar a semillas con una mayor cantidad de aceite.

En los suelos regados con una dosis del 75%, para el suelo de Gavia se observa que, para los dos tipos de riego, esa dosis da lugar a un mayor rendimiento y además dan valores altos con respecto a los rendimientos en semilla blanca que presentaban esas semillas. Esto quiere decir, que a pesar de haberse obtenido poco grano de la semilla pelada la cantidad de aceite que concentran éstas es mayor.

Para el caso de suelo de Fondo de Barranco los riegos enterrados dan lugar a semillas con una mayor cantidad de aceite y además también lo hace la dosis de 100% de ETP. Por tanto, para el suelo de Fondo de Barranco se obtendría más aceite en cultivos de riego enterrado al 100% y para el suelo de Gavia, sería con riego superficial al 75%.

Por otro lado, el tipo de cultivo utilizado afecta a la producción de semilla, por lo que un mayor rendimiento en extracción no tiene, necesariamente, que dar lugar a una mayor producción de aceite. Ésta última se calcula mediante la expresión [5.3] y los datos de producción de semillas, así como los de producción de aceite obtenidos se encuentran en la Tabla AI.1 del Anexo I.

En la Figura 5.3, se presentan las producciones de aceite obtenidas organizadas por tipo de suelo utilizado y dentro de cada uno por el tipo de cultivo.

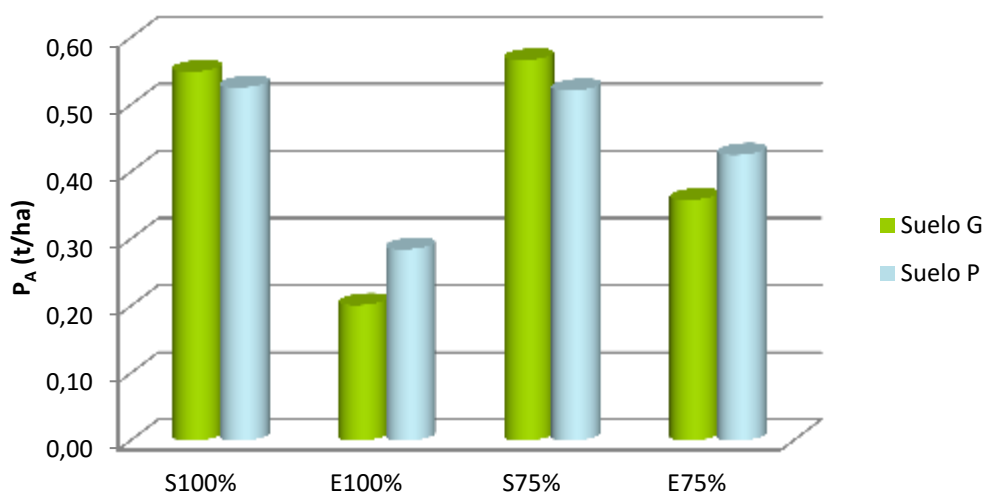


Figura 5.3.- Producción del aceite extraído por hectárea.

En la gráfica se observa una mayor influencia del tipo de cultivo sobre la producción de aceite que en los parámetros estudiados anteriormente, esto se debe a la gran influencia del tipo de cultivo utilizado en la producción de semilla. Las mayores producciones de aceite se consiguen con los riegos superficiales para los dos suelos. Además para los dos tipos de suelo y riego es la dosis de ETP del 75% la que da lugar a mayores producciones, siendo su influencia mayor para riego enterrado. Cabe destacar, que a pesar de extraer una gran cantidad de aceite de las semillas procedentes de los suelos con riego enterrado al 100% de ETP, la producción de estas semillas es muy limitada, lo que reduce considerablemente su producción de aceite.

Por tanto, si se requiere de una alta producción de aceite, lo más acertado sería optar por cultivos de *Jatropha* en ambos suelos utilizando riegos superficiales con un 75% de ETP.

5.1.3. Caracterización del aceite extraído

La caracterización del aceite nos indica la calidad del aceite, es decir, si presenta las propiedades idóneas para poder llevar a cabo la producción de biocombustible en las mejores condiciones. Los parámetros que se han determinado son: el índice de acidez, la densidad a 40°C y la viscosidad a 40°C y los valores obtenidos para todos los aceites extraídos se encuentran en la Tabla AI.1 del Anexo I.

Índice de acidez

Este parámetro, refleja la mayor o menor facilidad en la obtención de biodiesel a partir del aceite. Para valores inferiores a 1 (mg KOH/g aceite) la posibilidad de formarse jabones durante la reacción de transesterificación básica será menor, por tanto, la transesterificación será más fácil. Para valores superiores sería deseable realizar primero una reacción de esterificación de los ácidos grasos mediante una reacción catalizada con ácido (H_2SO_4) para posteriormente llevar a cabo una transesterificación catalítica básica con KOH.

Todos los índices de acidez obtenidos son superiores a 1(mg KOH/g aceite), por lo que será necesario llevar a cabo las dos reacciones comentadas anteriormente, es decir se obtendrá el biodiesel mediante dos etapas de reacción. De todas maneras, el intervalo es de 1,54-3,54 (mg KOH/g aceite), y según la bibliografía, el rango frecuente de los aceites de *Jatropha* se encuentra entre 0,92 y 6,16 mg KOH/g. Esto implica, haciendo referencia a la acidez, que el aceite que se ha extraído es de buena calidad, puesto que, los índices obtenidos se encuentran más cercanos al valor inferior.

En la Figura 5.4, se representan los datos obtenidos organizados primero por aceite procedente de semillas cultivadas en los dos suelos en estudio y en cada uno de ellos por el tipo de cultivo utilizado, para observar con más detalle su influencia.

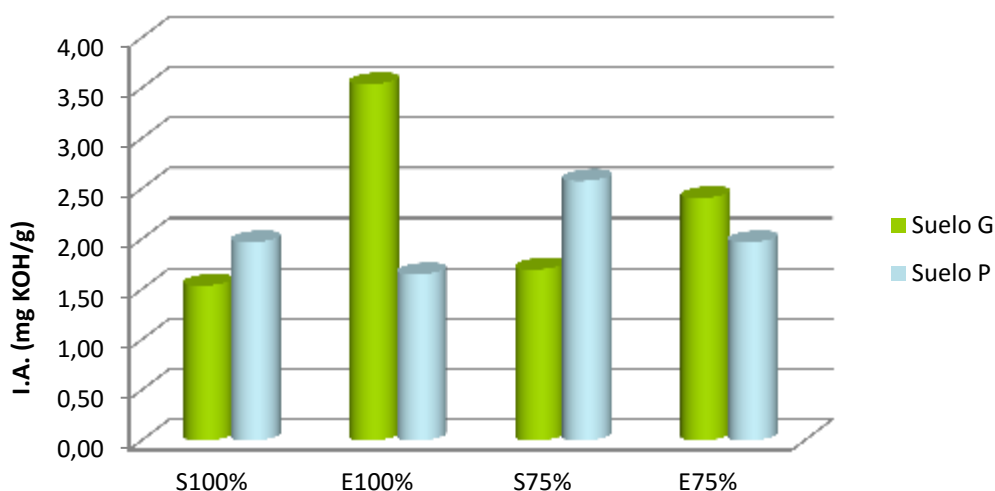


Figura 5.4.- Índice de acidez del aceite extraído.

El comportamiento de la acidez varía notoriamente en función del suelo utilizado. El suelo de Gavia da lugar a aceite de índice de acidez más bajos cuando se utiliza riego superficial, mientras que para el de Fondo de Barranco la menor acidez se obtiene para riego enterrado, además para este último suelo una evapotranspiración del 100% da lugar a una menor acidez, mientras que para suelo de Gavia este parámetro solo influye para riego enterrado siendo el que da lugar a menor acidez el cultivo con 75% de ETP.

Por tanto, desde el punto de vista de la acidez, el mejor cultivo para el suelo de Fondo de Barranco será el riego enterrado con una ETP del 100%, mientras que para Gavia se puede utilizar cualquiera de los riegos superficiales.

Teniendo en cuenta que en cualquier caso será recomendable utilizar una reacción en dos etapas para la obtención de biodiesel, si el resto de los parámetros del aceite o su producción hace deseable otro cultivo, podría seleccionarse teniendo en cuenta las condiciones de la reacción de esterificación.

Viscosidad y densidad

Los datos de la tabla AI.1 del Anexo I indican que tanto la viscosidad como la densidad del aceite obtenido pueden considerarse constantes. Así, en la Tabla 5.1 se muestran los promedios de los datos obtenidos para ambas variables con su desviación estándar, así como los rangos más frecuentes encontrados en la bibliografía para el aceite de *Jatropha*.

Propiedad	Unidad	Promedio	Valores frecuentes	
			Rango	Referencia
ρ a 40°C	g /cm ³	0,8969 ± 0,0007	0,860 – 0,933	Achten W.M.J. et. al., 2008
μ a 40°C	cSt	32,2 ± 0,58	34,6 – 37,2	Naresh B. et. al., 2012

Tabla 5.1.- Promedios de viscosidad y densidad.

Como se puede observar, el promedio de la densidad se encuentra en el rango de valores frecuente, siendo la desviación prácticamente nula, lo que significa que las variables de cultivo no afectan a esta propiedad.

En el caso de la viscosidad, los valores se encuentran ligeramente por debajo de los valores proporcionados por la bibliografía, lo que es beneficioso al no necesitar rebajar tanto este parámetro para que el biocombustible consiga estar por debajo del máximo permitido de viscosidad. La desviación también es baja, por lo tanto, las variables de cultivo no influyen significativamente en este parámetro.

5.2. Obtención del biocombustible

Como ya se ha comentado la obtención del biodiesel se divide en dos reacciones, una inicial donde se esterifican los ácidos grasos libres del aceite (esterificación) y una final donde se obtendrá el producto final deseado (transesterificación).

Los rendimientos y las producciones obtenidas referentes a la obtención del biocombustible se observan en la Tabla AI.2 del Anexo II.

El rendimiento de la reacción de esterificación, η_{AE} , que es el porcentaje de aceite utilizado en la reacción que se esterifica, dio prácticamente 100% para todas reacciones estudiadas. Por otro lado el rendimiento de la reacción de transesterificación alcalina, se obtiene mediante la relación entre la masa del biocombustible obtenido antes de lavado y la masa del aceite esterificado utilizado según la ecuación 5.4:

$$\eta_{BIOT} = \frac{m_{BSP}}{m_{AE}} \cdot 100 \quad [5.4]$$

Donde:

m_{BSP} = masa del biocombustible sin lavar (g).

m_{AE} = masa de aceite esterificado utilizada (g).

η_{BIOT} = rendimiento de la transesterificación (%).

Una vez llevado a cabo el proceso de separación del biocombustible de la glicerina, éste se purifica a través de una serie de lavados y un proceso de centrifugación, obteniendo un rendimiento del proceso global que relaciona el biocombustible obtenido con el aceite extraído antes de ser esterificado (ecuación 5.5).

$$\eta_{BIOGP} = \frac{m_{BP}}{m_A} 100 \quad [5.5]$$

Donde:

m_{BP} = masa de biocombustible purificado (g).

η_{BIOGP} = rendimiento global del proceso (%).

Desde el punto de vista del proceso global se ha calculado el rendimiento de biocombustible en función de semilla blanca, que relaciona el biocombustible obtenido con la cantidad de semilla blanca utilizada para su obtención, y además se ha calculado el rendimiento del proceso que lo relaciona con la cantidad de semilla con cáscara utilizada. Estos rendimientos se definen en virtud de las ecuaciones 5.6 y 5.7 respectivamente:

$$\eta_{BSB} = \frac{m_{BP}}{m_{SB}} \cdot 100 \quad [5.6]$$

Donde:

η_{BSB} = rendimiento del biocombustible en función de la semilla blanca (%).

$$\eta_{BSCC} = \frac{m_{BP}}{m_{SCC}} \cdot 100 \quad [5.7]$$

Donde:

η_{BSCC} = rendimiento del biocombustible en función de la semilla con cáscara (%).

Tal y como se relacionó en el caso del aceite extraído, se puede obtener la producción de biocombustible si se conoce la producción de semillas de cada cultivo del que procede el aceite. Así, la producción de biocombustible (P_B , t/ha) se obtiene según la expresión 5.8:

$$P_B = \frac{\eta_{BSCC} \cdot P}{100} \left(\frac{t}{ha} \right) \quad [5.8]$$

5.2.1. Etapa de esterificación

Las condiciones de la reacción de esterificación han sido las encontradas como óptimas por el grupo de investigación para unas semillas seleccionadas y son: concentración de catalizador (H_2SO_4) del 1%, relación molar Metanol/aceite de 7:1, temperatura y tiempo de reacción de 60°C y 90 minutos respectivamente.

Como ya se comentó, la reacción de esterificación dio rendimientos de prácticamente 100% en todos los casos, y la reducción de la acidez en el proceso de esterificación se realiza para lograr rendimientos mejores en metilésteres, evitando la formación de jabones en aquellos aceite cuyo índice de acidez es superior a 1(mg KOH/g muestra). En definitiva, se realiza como pretratamiento de los aceites para reducir el contenido de ácidos grasos libres, o lo que es lo mismo una reducción de la acidez.

En la Tabla 5.2 se muestra una comparación del índice de acidez del aceite extraído con el del aceite una vez transcurrida la esterificación.

Variedad	Acidez (mg KOH/g)	
	Aceite extraído	Aceite esterificado
CVGS100	1,54	0,30
CVGE100	3,54	0,25
CVGS75	1,70	0,14
CVGE75	2,41	0,18
CVPS100	1,97	0,21
CVPE100	1,65	0,19
CVPS75	2,58	0,30
CVPE75	1,97	0,08

Tabla 5.2.- Índice de acidez del aceite extraído y del aceite esterificado para cada variedad analizada.

En todos los casos la acidez se ha reducido a valores muy por debajo de 1 (mg KOH/g muestra), independientemente de que el aceite original presentara valores altos de acidez, hasta 3,54. Por tanto, el proceso de esterificación cumple su objetivo para los aceites procedentes de todas las semillas estudiadas y se puede proceder a la segunda etapa del proceso de obtención de biodiesel que es la reacción de transesterificación.

5.2.2. Etapa de transesterificación

La segunda etapa del proceso de obtención de biodiesel a partir del aceite es la reacción de transesterificación que convierte los triglicéridos del aceite esterificado en ésteres (biocombustible) y glicerina.

Las condiciones de la reacción de transesterificación se han mantenido constantes y son las utilizadas por el grupo de investigación para comparar resultados entre cultivos y son: concentración de catalizador (KOH) del 0,5%, relación molar Metanol/aceite de 6:1, temperatura y tiempo de reacción de 65°C y 120 minutos respectivamente.

El rendimiento de esta reacción se ha identificado como rendimiento de transesterificación y se ha calculado según la ecuación 5.4. Los valores obtenidos se presentan en la Tabla AI.2 del Anexo I y oscilan entre 95,1 y 99,4%, valores muy altos y que indican una buena calidad del aceite y condiciones apropiadas de reacción.

En la Figura 5.5 se representan los rendimientos de transesterificación en función de los diferentes parámetros de cultivos de las semillas de procedencia del aceite utilizado. Están organizados por suelos y en cada uno de ellos por los tipos de cultivos.

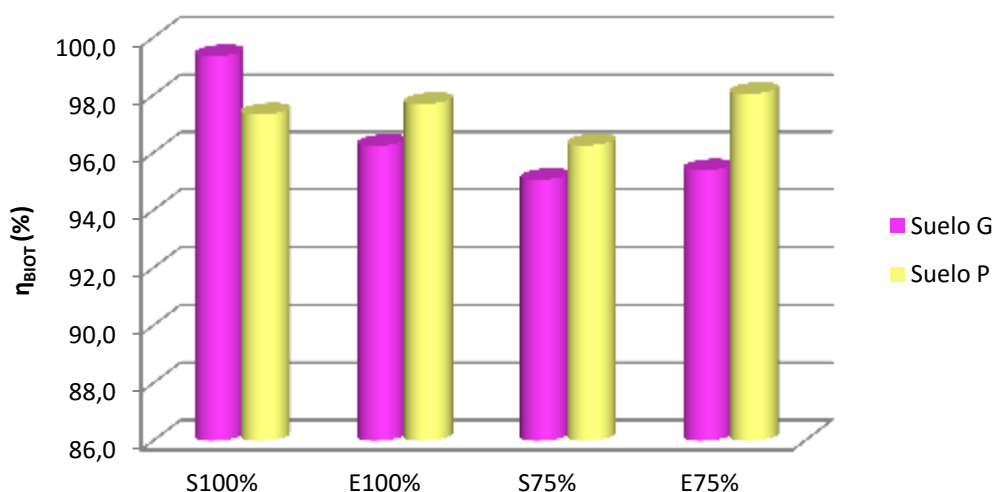


Figura 5.5.- Rendimiento en la reacción de transesterificación.

De forma general, la gráfica muestra que en los suelos de Fondo de Barranco se consiguen mejores rendimientos que cuando se utiliza el suelo de gavia, con la excepción del riego superficial con un 100% de ETP. Además este suelo da lugar a semillas cuyo aceite da

rendimientos de transesterificación con menor dependencia de los parámetros de cultivos utilizados.

En lo que respecta al tipo de riego, para el caso del suelo de Gavia los mayores rendimientos se obtienen cuando se utiliza riego superficial para las dos dosis de ETP, mientras que para el suelo de Fondo de Barranco es el riego enterrado el que da lugar a rendimientos más altos. En general la dosis de evotranspiración del 100%, es más adecuada para ambos riegos y suelos, excepto para el suelo de Fondo de Barranco y riego enterrado.

Una vez obtenido el biocombustible a partir de la reacción anteriormente nombrada, se procede a su lavado y purificación con el objetivo de eliminar los restos de sustancias que no hayan reaccionado durante la transesterificación, además de los jabones que se hayan formado, lo que da lugar a una pérdida de rendimiento del proceso y éste nuevo rendimiento se calcula según la ecuación 5.5 y los valores obtenidos se muestran en la Tabla AI.2 del Anexo I y se presentan en la Figura 5.6 para cada uno de los parámetros de cultivo.

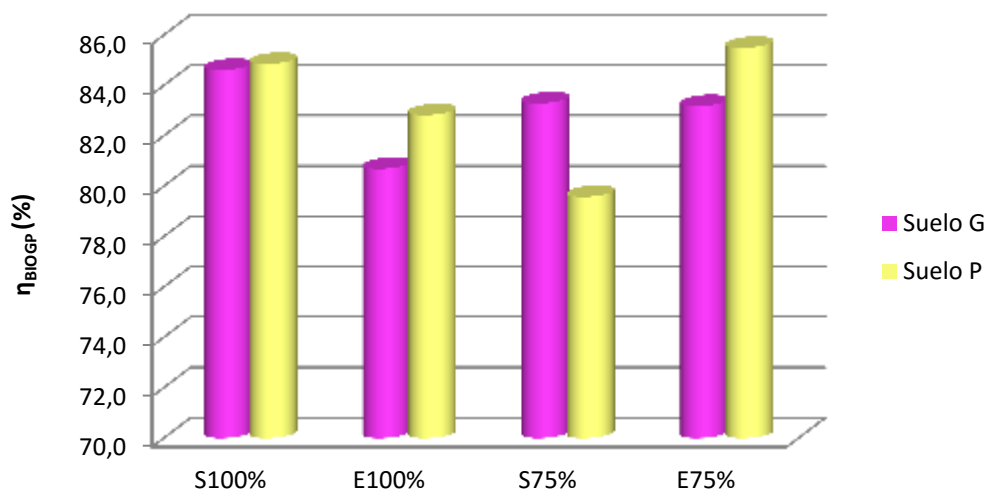


Figura 5.6.- Rendimiento global.

El comportamiento de los rendimientos globales es diferente al comentado anteriormente, aunque siguen siendo altos de un 79,6 a 85,5%.

Para los suelos de Gavia este rendimiento es superior cuando se utiliza riego superficial, para las dos dosis de ETP, pero de una forma independiente para riego superficial la dosis óptima es la de 100% y para el enterrado es la de 75%. En el caso de suelo de Fondo de Barranco el comportamiento depende claramente de la dosis de ETP, así cuando ésta es del 100% de

evotranspiración los mayores rendimientos corresponden a riegos superficiales y para la del 75% a los riegos enterrados.

Los rendimientos anteriores muestran la efectividad del proceso de obtención de biocombustible a partir del aceite extraído, pero para poder obtener el cultivo óptimo habrá que calcular el rendimiento de biocombustible en función de la semilla blanca y posteriormente en función de la semilla con cáscara.

Los valores obtenidos para ambos rendimientos se encuentran en la Tabla AI.2 del Anexo I y en la Figura 5.7 se presentan los rendimientos en función de la semilla blanca para los aceites procedentes de semillas cultivadas en los dos suelos en estudio, y dentro de cada uno de ellos para las diferentes variables de cultivos.

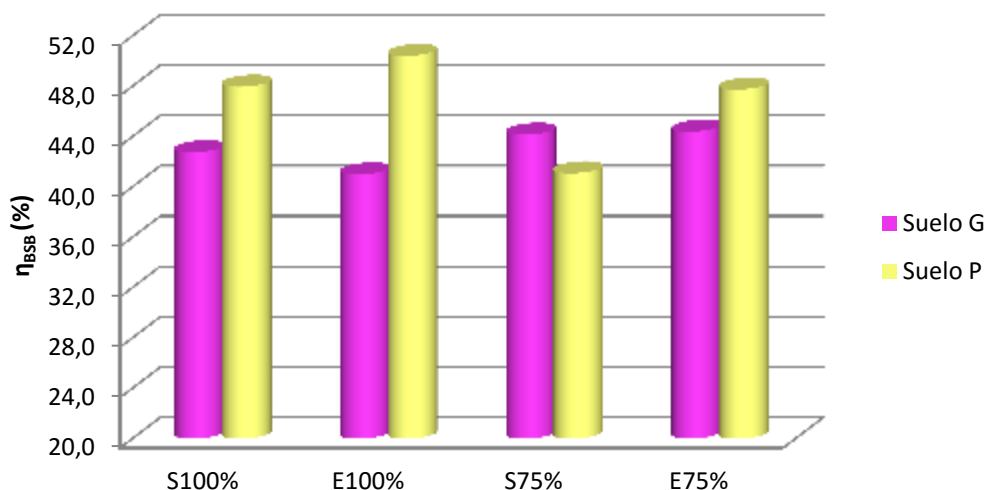


Figura 5.7.- Rendimiento de biocombustible en función a la semilla blanca.

Se observa una menor influencia de las variables de cultivo, principalmente para el suelo de Gavia, presentando el biocombustible obtenido de semillas procedentes de este suelo un valor medio de $43,1 \pm 1,5\%$, con valores ligeramente inferiores para el caso de utilizar una ETP del 100%. Para el caso de Fondo de Barranco las condiciones óptimas son para riegos enterrados y ETP del 100%, con un valor inferior para el cultivo S75% y un valor promedio sin considerar éste último cultivo de $48,7 \pm 1,4$.

Por tanto si se considera la cantidad de semilla blanca utilizada en el proceso, el cultivo óptimo para suelo de Gavia sería el que utilice una dosis de ETP del 75% en cualquiera de los

dos riegos. Por otro lado, para Fondo de Barranco las variables de cultivo óptimas son riego enterrado y una dosis de evotranspiración del 100%.

En la Figura 5.8 se presentan los valores del rendimiento de biocombustible en función de la semilla con cáscara, que oscilan entre un 24% y un 32%, dentro de los encontrados en la bibliografía. Es importante el cálculo de este rendimiento, ya que nos aporta información sobre la cantidad de aceite que se ha convertido en biocombustible durante todo el proceso de producción.

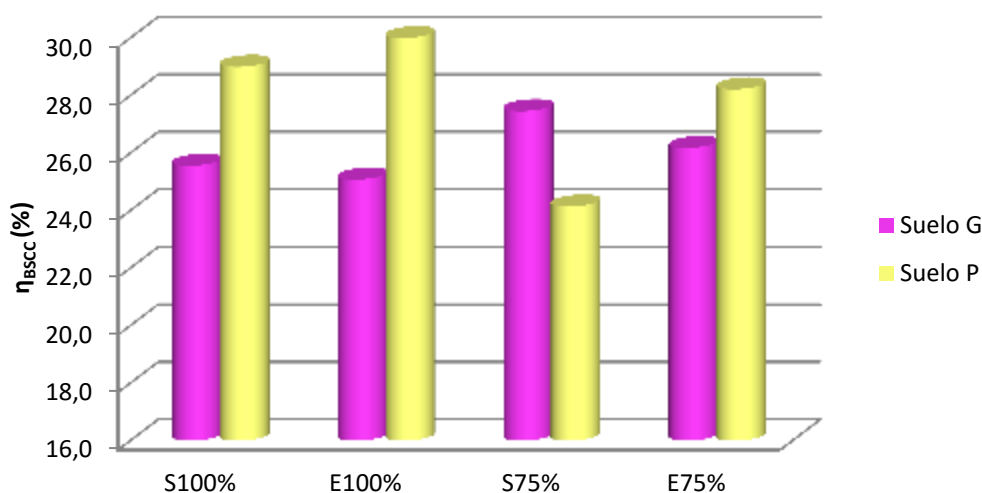


Figura 5.8.- Rendimiento de biocombustible en función de semilla con cáscara.

La gráfica muestra la influencia que la cáscara presenta en el proceso, y que ésta además está marcada por los parámetros de cultivo.

En general, para los cultivos en terrenos de Fondo de Barranco se obtiene un rendimiento mayor que en Gavias, con excepción de cuando se usa riego superficial con dosis del 75% de ETP, siendo éste además el menor rendimiento obtenido.

Para el suelo de Gavia el riego superficial da lugar a mayores rendimientos, mientras que para el de Fondo de Barranco es el riego enterrado el que da valores más altos. También se aprecian tendencias opuestas para el porcentaje de evotranspiración, siendo la dosis de 75% la mejor para el suelo de Gavia y la del 100% para el Fondo de Barranco.

En cualquier caso los cultivos óptimos siguen siendo los encontrados para el rendimiento anterior, concretando el correspondiente al suelo de Gavia a riego superficial con un 75% de ETP.

Una vez obtenido el rendimiento en biocombustible del proceso se puede obtener la producción de éste teniendo en cuenta la cantidad de semilla producida por cada cultivo estudiado, que se presenta en la Tabla AI.1 del Anexo I, y utilizando la ecuación 5.8.

Los valores obtenidos se presentan en la Tabla AI.2 del mismo Anexo y en la Figura 5.9 se muestra el gráfico donde se comparan las producciones obtenidas para semillas de cultivos en los dos suelos y diferentes parámetros de cultivos.

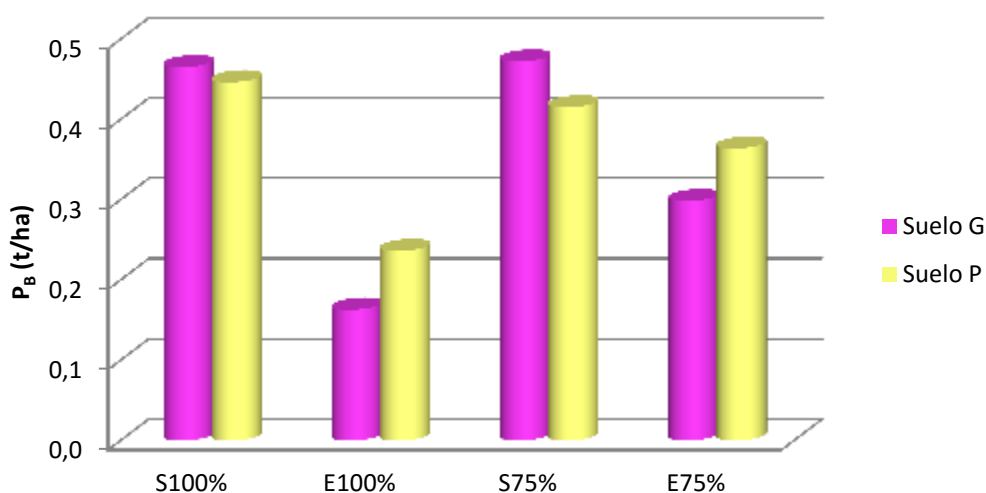


Figura 5.9.- Producción de biocombustible.

En ella se observa una clara influencia de las variables de cultivo en la producción de biocombustible. Los mejores resultados se muestran para los riegos superficiales en ambos suelos, mientras que es la dosis del 75% la que da lugar a una mayor producción en el suelo de Gavia. Para el de Fondo de Barranco cuando se utiliza riego superficial la mejor dosis es la de 100% de ETP.

A pesar de haber obtenido altos rendimientos en el proceso de obtención de biocombustible a partir de las semillas cultivadas en suelo de Fondo de Barranco con riego enterrado y dosis del 100%, las producciones de biocombustible para éstas condiciones son bajas, debido a que la producción de semillas para estas variables es bastante limitada.

Por tanto, la mayor producción de biocombustible cuando se utiliza suelo de Gavia sería para semillas cultivadas con riego superficial y dosis del 75%, aunque esta última variable presenta poca influencia. Para el suelo de Fondo de Barranco el mejor cultivo sería el que utilice riego superficial con un 100% de ETP.

5.2.3. Influencia de las variables de cultivo sobre la calidad

Como se comentó en la introducción, el biocombustible obtenido debe ser caracterizado para comprobar si cumple los requisitos exigidos por la norma UNE-EN 14214 para poder ser comercializado como biodiesel.

En este trabajo los parámetros que se determinan son, en primer lugar, el índice de acidez, la viscosidad a 40°C, la densidad a 40 y 15°C, y el contenido en FAME's, al ser los que van a determinar en mayor medida al resto de los parámetros .

Para aquellos biocombustibles que cumplen la Norma para estos parámetros, se procede a determinar además la estabilidad a la oxidación, el índice de yodo y el número de peróxidos.

Los datos obtenidos durante la experimentación sobre la calidad del biocombustible se presentan en la Tabla AI.3 del Anexo I de esta Memoria y se analizarán por parámetros a continuación.

Índice de acidez

El valor superior que establece la norma europea para la comercialización de biodiesel en lo que respecta al índice de acidez es 0,5 mg KOH/g muestra, encontrándose los valores para los biocombustibles analizados entre 0,34 y 0,55, con solo uno de ellos por encima del máximo permitido por la norma pero no muy alejado.

En la Figura 5.10, se presentan los resultados obtenidos organizados por tipo de suelo y dentro de cada uno de ellos por cultivos utilizados.

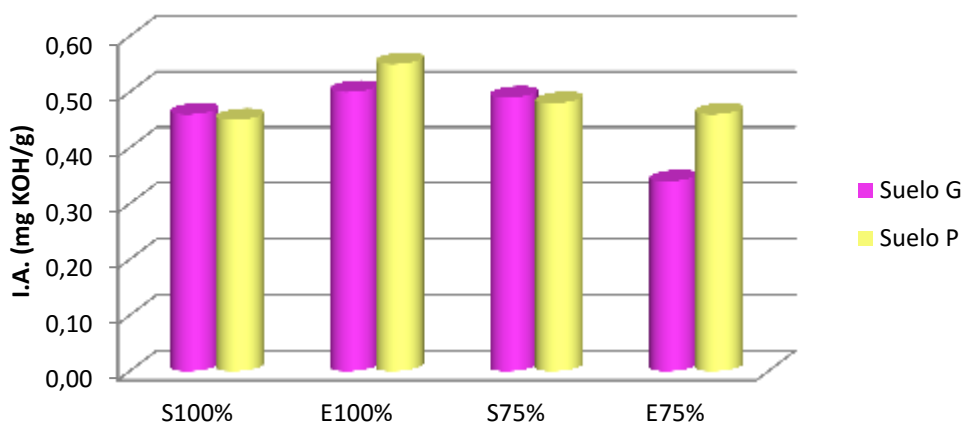


Figura 5.10.- Índice de acidez del biocombustible.

Para los dos suelos el biocombustible obtenido cuando se utiliza riego superficial presenta índices de acidez prácticamente iguales para una misma dosis, siendo la ETP del 100% la que da lugar a menor acidez en el producto final. Para el caso de riego enterrado el suelo de Gavia da lugar a biocombustibles con menor acidez, así como la dosis de ETP del 75%.

La acidez del biocombustible procedente de las semillas cultivadas en suelo de Gavia con riego enterrado y dosis del 75% es la más baja, por tanto, el biocombustible obtenido a partir de estas semillas es el de mejor calidad, mientras que para Fondo de Barranco es el riego superficial con 100% de ETP el más favorable. En cualquier caso, prácticamente todos están dentro de la norma y pueden ser considerados biodiesel desde el punto de vista de este parámetro, ya que el de índice de acidez 0,55 mg KOH/g biodiesel probablemente podría reducirse a valores menores de 0,5 con un proceso de lavado extra.

Viscosidad y densidad

Otros parámetros que caracterizan el biocombustible son la viscosidad a 40°C y la densidad a 15°C. En general los datos obtenidos, para los dos variables están dentro de los rangos de la Norma EN 14214 y son prácticamente independientes de la procedencia del aceite que se utilizó para obtener los biocombustibles. En la Tabla 5.3 se muestra el valor promedio de los datos obtenidos, así como su desviación estándar. También se encuentra el rango que establece la norma a la que se hace referencia.

Propiedad	Unidad	Promedio	Valores frecuentes	
			Rango	Referencia
ρ a 15°C	kg /m ³	876,05 ± 4,03	860 - 900	UNE EN ISO 3675
ν a 40°C	mm ² /s	4,47 ± 0,11	3,5 – 5,0	UNE EN ISO 3104

Tabla 5.3.- Promedios de viscosidad y densidad.

Como se puede observar, los promedios, tanto de densidad como de viscosidad, se encuentran dentro del rango establecido por la norma europea y por tanto todos los biocombustibles pueden considerarse biodiesel cuando se consideran estos parámetros.

Contenido en FAME's

El contenido en metilésteres (FAME's) es el parámetro más importante para considerar un biocombustible como biodiesel.

Según la Norma EN 14214, el valor mínimo se establece en 96,5%, por tanto, los biocombustibles con valores por debajo de este valor no son considerados biodiesel.

En el gráfico que se muestra posteriormente (Figura 5.11), se presentan los porcentajes en FAME's de cada muestra.

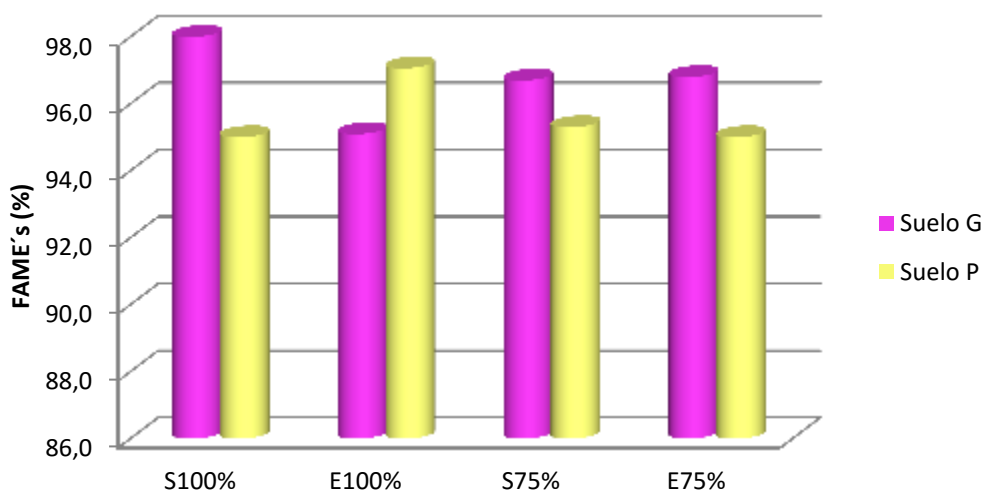


Figura 5.11.- Contenido en FAME's.

Como se puede observar en el gráfico, en el suelo G, todas las variables de cultivo dan biocombustibles que logran éste mínimo exceptuando el riego enterrado al 100% de ETP. Por el contrario, en el suelo de Fondo de Barranco, solo alcanza este valor el riego enterrado al 100% de ETP.

El mayor contenido en metilésteres lo presenta la variedad CVGRS100 con un valor de 98,2%, por tanto, éste será el biodiesel con mayor calidad.

Además, la muestra CVGRE75, que también entra en Norma, tiene el valor más bajo de índice de acidez.

Por tanto, solo cuatro de los biocombustibles obtenidos pueden considerarse biodiesel cuando se considera su contenido en FAME's.

Para las muestras que han entrado en Norma en los anteriores parámetros, se les procede a medir otros parámetros como el índice de yodo, número de peróxido y periodo de inducción.

Estos parámetros se midieron según se comentó en el Capítulo 4 (técnica experimental). En la Tabla 5.4 se muestran los valores obtenidos para los cuatro biocombustibles seleccionados.

Muestra	I.Y (g de yodo/100g FAMES)	N.P. (mE/kg)	P.I. (h)
CVGS100	90,89	1,98	11,27
CVGS75	98,73	1,04	12,91
CVGE75	108,61	2,33	6,24
CVPE100	104,25	0,57	16,25
NORMA	<140	-----	>6

Tabla 5.4.- Índice de yodo, número de peróxido y período de inducción.

El índice de yodo nos indica el número de insaturaciones de los ácidos grasos en el biocombustible. El valor máximo establecido en la Norma de comercialización de biodiesel es de 140 $\text{g}_{\text{iodo}}/100\text{g}_{\text{FAME}}$, por lo que todos los biocombustibles analizados entran en norma.

En lo que respecta al número de peróxidos, éste indica el grado de oxidación del biodiesel y la Norma UNE EN 14214 no establece valores de referencia para este parámetro, pero se encuentra dentro de los encontrados en la bibliografía para un buen biodiesel.

La estabilidad a la oxidación de los ésteres metílicos de los ácidos grasos se determina a partir del periodo de inducción, cuyos gráficos se encuentran en Anexo II. Todos los valores encontrados se encuentran por encima de 6 horas que es el tope mínimo de la Norma, por lo que todos ellos la cumplen.

En una etapa posterior se deberá comprobar el cumplimiento del resto de los parámetros de la norma.

5.2.4. Variables de cultivos seleccionadas

A partir de los datos obtenidos se deduce que para la variedad Cabo Verde de *Jatropha Curcas* regada con agua regenerada, en el suelo de **Fondo de Barranco** el cultivo seleccionado es el riego enterrado con un porcentaje de Evotranspiración del 100%, pero que es que da lugar a una menor producción, por lo que se sugiere a estudiar cómo influye otras condiciones de reacción en la calidad del biocombustible obtenido o comprobar en cosechas sucesivas si se aumenta la producción de semillas que es la que determina esta baja producción de biodiesel.

Para el caso de suelo de **Gavia** el cultivo seleccionado es el riego superficial con un porcentaje de Evotranspiración del 100%, que es el da lugar a un mayor contenido en FAME's y la mayor producción de biodiesel 0,5 t/ha.

VI. CONCLUSIONES



Como resultado de este estudio se ha llegado a las siguientes conclusiones:

1. Se ha comprobado la viabilidad de obtención de biocombustible a partir de semillas de *Jatropha Curcas* procedentes de Cabo Verde regadas con agua regenerada.
2. **Extracción de aceite:**
 - 2.1. El rendimiento en semilla blanca es, mayor para un 100% de evotranspiración para cultivos en los dos suelos (Gavia y Fondo de Barranco), y los dos tipos de riego (enterrado y superficial), exceptuando el suelo de Gavia con riego superficial al 75%.
 - 2.2. El rendimiento máximo en aceite relativo a semillas con cáscara, para suelo de Fondo de Barranco, 38,3%, pertenece a semillas cultivadas con riego enterrado y un 100% de ETP. Para el suelo de Gavia, 33,0%, corresponde a riego superficial y 75% de ETP.
 - 2.3. Las producciones de aceite más elevadas son para cultivos en ambos suelos utilizando riegos superficiales con un 75% de ETP. Corresponden a 0,57 t/ha para el suelo de Gavia y 0,52 t/ha para el de Fondo de Barranco.
 - 2.4. Los cultivos que dan lugar a aceite con menor acidez son: para el suelo de Fondo de Barranco riego enterrado con una ETP del 100%, y para Gavia los dos riegos superficiales.
 - 2.5. La viscosidad cinemática y densidad son independientes de las condiciones de cultivo.
 - 2.6. La acidez del aceite extraído, superior a 1 (mg KOH/g aceite) obliga a una reacción de obtención de biodiesel en dos etapas: una primera de esterificación y la segunda de transesterificación.
3. **Obtención de biocombustible:**
 - 3.1. Todos los aceites esterificado presentan un índice de acidez inferior a 1 (mg KOH/g aceite).
 - 3.2. En general, el suelo de Fondo de Barranco produce semillas con mejores rendimientos de transesterificación. Estos rendimientos son altos y oscilan entre 95,1 y 99,4%.

- 3.3. Los rendimientos en biocombustible referido a semilla con cáscara oscilan entre un 24% y un 32%, y son más altos para aceites procedentes de cultivos en Fondo de Barranco, exceptuando para el riego superficial con dosis del 75%.
 - 3.4. Las mayores producciones, 0,47 t/ha, corresponden a suelos de Gavia con riego superficial para ambas dosis. La producción óptima para suelo de Fondo de Barranco, 0,45 t/ha, es para el cultivo regado superficialmente al 100% de ETP.
 - 3.5. Prácticamente todos los biocombustibles obtenidos cumplen la Norma UNE respecto al índice de acidez.
 - 3.6. La densidad de todos los biocombustibles obtenidos están en el rango de $876,05 \pm 4,03 \text{ kg/m}^3$, y la viscosidad cinemática en el de $4,47 \pm 0,11 \text{ cSt}$. Ambos dentro de los límites establecidos por la Norma UNE-EN 14214.
 - 3.7. Los cultivos que cumplen la Norma UNE-EN 14214 respecto al contenido en FAME's son: en suelo de Gavia todos excepto el de riego enterrado con 100% de ETP y en Fondo de Barranco solo el riego enterrado con 100% de ETP.
 - 3.8. Para los biocombustibles obtenidos de los cultivos anteriores, los valores del índice de yodo, número de peróxidos y el periodo de inducción, se encuentran dentro de la Norma UNE-EN 14214.
- 4. Variables de cultivo óptimas:**
- 4.1. Para el suelo de Fondo de Barranco el cultivo seleccionado es el riego enterrado al 100% de ETP, ya que ha sido el único que ha sido considerado biodiesel.
 - 4.2. Para el suelo de Gavia el cultivo óptimo seleccionado es el riego superficial al 100% de evotranspiración, el cual da mayor contenido en FAME's y mayor producción de biodiesel.

English versión

As a result of this study the following conclusions have been reached:

1. It has been proven the feasibility of obtaining biofuel from *Jatropha Curcas* seeds from Cabo Verde irrigated with recycled water.

2. Oil Extraction:

- 2.1. The white seed yield is higher for crop with 100% ETP irrigation for both soils (“Fondo de Barranco” and “Gavia”), and the two types of irrigation (surface and subsurface), except “Gavia” soil with surface irrigation 75%.
- 2.2. The maximum oil yield related to seeds with shell for “Fondo de Barranco”, 38.3%, belongs to seeds cultured by subsurface irrigation and 100% of ETP. “Gavia”, 33.0%, corresponds to a surface irrigation and 75% of ETP.
- 2.3. Yields are higher for oil crops in both soils using surface irrigation with 75% of ETP. They are 0.57 t/ha for “Gvia” soil and 0.52 t/ha for “Fondo de Barranco”.
- 2.4. Cultures giving rise to oil with less acidity are: subsurface irrigation with 100% ETP for the “Fondo de Barranco”, and for the “Gavia” the two surface irrigations.
- 2.5. The kinematic viscosity and density are independent of the culture conditions.
- 2.6. The acidity of the extracted oil, greater than 1 (mg KOH/g oil), forces to run the biodiesel reaction in two stages: a first one of esterification and the second of transesterification.

3. Production of biofuel:

- 3.1. All esterified oils have an acid number less than 1 (mg KOH/g oil).
- 3.2. Overall, the “Fondo de Barranco” soil produce seeds with higher transesterification yields. These yields are high, ranging between 95.1 and 99.4%.
- 3.3. Fuel yields referred to seed shell range between 24% and 32%, and are higher for oils from “Fondo de Barranco” crops, except for surface irrigation with doses of 75%.
- 3.4. The higher yields, 0.47 t/ha, that correspond to “Fondo de Barranco” soil with surface irrigation for both doses. The optimal production for “Gavia” soil, 0.45 t/ha, is for crop with surface irrigation with 100% ETP.
- 3.5. Practically, all biofuels obtained follow the UNE Norm relative to the acid number.
- 3.6. The density of all biofuels obtained is in the range of $876.05 \pm 4.03 \text{ kg/m}^3$, and the kinematic viscosity in $4.47 \pm 0.11 \text{ cSt}$ both within the limits established by the UNE-EN 14214 norm.
- 3.7. The crops that fulfill the standard UNE-EN 14214 in respect the FAME’s are: in “Gavia” soil all except subsurface irrigation with 100% of ETP and in “Fondo de Barranco” only subsurface irrigation with 100% of ETP does it.

3.8. Biofuels obtained from the selected crops, show a iodine values, number of peroxides and the induction period within UNE_EN 14214 Standard.

4. Variables for optimal culture:

4.1. For “Fondo de Barranco” soil the selected crop is: subsurface irrigation with 100% ETP, because it is the only one who can be considered biodiesel.

4.2. For “Gavia” soil the selected optimum crop is: surface irrigation with 100% of evapotranspiration, which gives a greater FAME´s content and higher production of biodiesel.

VII. BIBLIOGRAFÍA



Abbaszaadeh A., Ghobadian B., Omidkhah M. R., Najafi G., (2012). *Current biodiesel production technologies: A comparative review. Energy Conversion and Management*, 63 (0), 138-148.

Agronomía y Genética de la Jatropha, (2007). Seminario FACT.

Achten W. M. J., Verchot L., Franken Y. L., Mathijs E., Singh V. P., Aerts R., Muys B., (2008). *Jatropha biodiesel production and use. Biomass and Bioenergy*, 32 (12), 1063-1084.

Arpel, (2009). (asociación regional de empresas de petróleo y gas natural del caribe y Latinoamérica). Manual de biocombustibles, 8.

Azhari Faiz M., Yunus R., Mohd Ghazi T. I., Yaw T. C. S., (2008). *Reduction of free fatty acids in crude Jatropha curcas oil via an esterification process. International Journal of Engineering and Technology*, 5 (2), 92-98.

Berchmans H. J. and Hirata S., (2008). *Biodiesel production from crude Jatropha Curcas L. seed oil with a high content of free fatty acids. Bioresource technology*, 99 (6), 1716-1721.

Bozbas, K., (2008). *Biodiesel as an alternative motor fuel: Production and policies in the European Union. Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 12 (2), 542-552.

Cardona C., Gutiérrez L. y Orrego C., (2009). *Tesis doctoral: Biodiesel*. Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales.

Ermacora A., and Hncirik K., (2011). *Evaluation of an Improved Indirect Method for the Analysis of 3-MCPD Esters Base don Acid Transesterification. Journal of the American Oil Chemists Society*, 1-7.

Farag H. A., El-Maghraby A., Taha N. A., (2011). *Optimization of factors affecting esterification of mixed oil with high percentage of free fatty acid. Fuel Processing Technology*, 92 (3), 507-510.

Ficha técnica *Jatropha Curcas* [consulta en Marzo 2007] Disponible en: <http://www.jatrophacurcasweb.com>.

Gerpen J., Pruszko R., Knothe G., Shanks B. y Clements D., (2006). *Building a Successful Biodiesel Business*. Estados Unidos: *Biodiesel Basics*. American Oil Chemists Society *Biodiesel Handbook*.

Giraldo H., Velásquez J., Cuartas P., (2010). *Extracción con solventes y purificación de aceite a partir de semillas de Jatropha Curcas*. *Revista Investigaciones Aplicadas*, (8), 15-24.

Heller, J., (1996). Physic nut (*Jatropha curcas* L.). Promoting the conservation and use of underutilization and neglected crops. Plants Genetics Resources Institute (IPGRI). Rome, Italy. Disponible en: <http://www.ipgri.cgiar.org/publications/pdf/161.pdf>.

Juan J. C., Kartika D. A., Wu T. Y., Hin T. Y., (2011). *Biodiesel production from Jatropha oil by catalytic and non-catalytic approaches: An overview*. *Bioresource technology*, 102 (2), 452-460.

Karaj S. and Muller J., (2011). *Optimizing mechanical oil extraction of Jatropha Curcas L. seeds with respect to press capacity, oil recovery and energy efficiency*. *Industrial Crops and Products*, 34 (1), 1010-1016.

Koh, M. Y., & Mohd Ghazi, T.I. (2011). *A review of biodiesel production from Jatropha Curcas L. oil*. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15 (5), 2240-2251.

Kumar, S., Gupta, A.K. and Naik, S.N. (2003). *Conversion of non-edible oil into biodiesel*. *Journal Sci. Ind. Res.*, 62, 124-132.

Kumar, A. and Sharma, S., (2008). *An evaluation of multipurpose oil seed crop for industrial uses (Jatropha curcas L.): a review*. *Industrial Crops and Products*, 28, 1-10.

Lam, M. K., Lee, K. T., Mohamed, A. R., (2010). *Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel: A review*. *Biotechnology Advances*, 28, 500-518.

Leung D. Y. C., Wu X., Leung M. K. H., (2010). *A review on biodiesel production using catalyzed transesterification*. *Applied Energy*, 87 (4), 1083-1095.

Liu, X., He, H., Wang, Y., Zhu, S., Piao, X., (2008). *Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst*. *Fuel*, 87, 216-221.

- Lu H., Liu Y., Zhou H., Yang Y., Chen M. and Liang B., (2009). *Production of biodiesel from Jatropha Curcas L. oil. Computer & Chemical Engineering*, 33 (5), 1091-1096.
- Makkar, H. P. S., Becker, K., Schmook, B. (1998). *Edible provenances of Jatropha Curcas from Quintana Roo state of Mexico and effect of roasting on antinutrient and toxic factors in seeds. Plant Foods for Human Nutrition*, 53, 183-192.
- Manual de Jatropha Curcas*, (2009). 58. Versión en Español, FACT.
- Martínez, J. (2005). El Piñón, una planta nativa de México con potencial alimentario y agroindustrial. Disponible en: <http://hypatia.morelos.gob.mx/No12/pinon.html>.
- Martínez, J. (2007). Experiencia con *Jatropha Curcas* en México. Disponible en: http://www.inecc.gob.mx/descargas/cclimatico/taller_ener_ren_09.pdf
- Ofori-Boateng C., Keat Teong L., Jitkang L., (2012). *Comparative exergy analyses of Jatropha Curcas oil extraction methods: Solvent and mechanical extraction processes. Energy Conversion and Management*. (55), 164-171.
- Otadi M., Shahraki A., Goharrokhi M., Bandarchian F., (2011). *Reduction of Free Fatty Acids of Waste Oil by Acid-Catalyzed Esterification. Procedia Engineering*, 18, 168-174.
- Piloto Rodríguez R., Goyos Pérez L., Alfonso M., Duarte M., Caro R., Galle J., Verhelst S., (2011). *Characterization of Jatropha curcas oils and their derived fatty acid ethyl esters obtained from two different plantations in Cuba. Biomass and Bioenergy*, 35 (9), 3737-4098.
- Sánchez Castellanos, F. J. (2006). *Extracción de aceites esenciales*. II Congreso Internacional de Plantas Medicinales y Aromáticas. Universidad Nacional de Colombia.
- Sayyar S., Abidin Z. Z., Yunus R., Muhammad A, (2009). *Extraction of oil from Jatropha seeds-Optimization and Kinetics. American Journal of Applied Sciences*, 6 (7), 1390-1395.
- Schuchardt U., Sercheli R., Vargas R. M., (1998). *Transesterification of Vegetable Oils: a Review. Journal of the Brazilian Chemical Society*. 9 (3), 199-210.
- Silitonga A. S., Masjuki H. H., Mahlia T. M. I., Ong H. C., Atabani A. E., Chong W. T., (2013). *A global comparative review of biodiesel production from jatropha curcas using different homogeneous acid and alkaline catalysts: Study of physical and chemical properties. Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 24, 514-533.

Sociedad Nacional de Minería, Petróleo y Energía, Informe quincenal de la snmpe (2006), 32.

Sulaiman S., Abdul Aziz A. R., Kheireddine Aroua M., (2013). *Optimization and modelin of extraction of solid coconut waste oil. Journal of Food Engineering.* 114 (2), 228-234.

Tewfik S. R., Hawash S. I., Atteya N. K., El Diwani G. I., & Farag I. H., (2012). *Techono-economic Appraisal of Biodiesel from Jatropha Curcas: An Egyptian Case Study. Journal of Agricultural Science and Technology.* 2 (3), 287.

Tiwari A. K., Kumar A., Raheman H., (2007). *Biodiesel production from Jatropha oil (Jatropha Curcas) with high free fatty acids: An optimized process. Biomass and Bioenergy,* 31 (8), 569-575.

Tominaga J., Marousek, J ; Itoh, S ; Higa, O ; Kondo, Y ; Ueno, M ; Suwa, R ; Komiya, Y; Kawamitsu, Y., (2007). *Pressure Shockwaves to Enhance Oil Extraction from Jatropha Curcas L. Journal of Biotechnology and Biotechnological Equipment.* 30-67.

Vicente Pardal, A. C. (2012). *Tesis doctoral: Obtención de biodiesel por transesterificación de aceites vegetales: nuevos métodos de síntesis.* Badajoz, España. Universidad de Extremadura.



VIII. ANEXOS

ANEXO I

En este anexo se presentan los datos de masas y de rendimiento de semilla blanca, de extracción de aceite referido a semilla con cáscara, así como los de producción del aceite y sus propiedades. Además, se muestran los datos de la reacción de transesterificación, de biodiesel referido a la semilla con cáscara, así como su producción y parámetros de calidad, ordenados por cosechas.

En la Tabla AI.1 se presentan los datos obtenidos en rendimiento, producción y calidad del aceite extraído.

Tabla AI.1: EXTRACCIÓN DE ACEITE DE <i>JATROPHA</i>											
Muestra	m_{SB} (g)	m_{SCC} (g)	m_A (g)	P (t/ha)	η_{SB} (%)	η_{ACSCC} (%)	P_A (t/ha)	Índice de Acidez (mgKOH/g)	μ a 40°C (cp)	v a 40°C (cSt)	ρ a 40°C (g/cm³)
CVGS100	179,49	300,28	90,72	1,82	59,77	30,21	0,55	1,54	28,0	31,2	0,8968
CVGE100	183,72	300,30	93,35	0,65	61,18	31,09	0,20	3,54	28,3	31,6	0,8959
CVGS75	186,58	300,01	98,91	1,72	62,19	32,97	0,57	1,70	28,4	31,6	0,8980
CVGE75	177,00	300,23	94,50	1,14	58,95	31,48	0,36	2,41	29,3	32,6	0,8977
CVPS100	181,42	300,10	102,55	1,54	60,45	34,17	0,53	1,97	29,1	32,4	0,8970
CVPE100	187,68	300,47	114,25	0,75	62,46	38,02	0,29	1,65	29,1	32,5	0,8966
CVPS75	176,27	300,12	91,04	1,72	58,73	30,33	0,52	2,58	29,2	32,6	0,8967
CVPE75	177,53	300,40	99,16	1,29	59,10	33,01	0,43	1,97	29,3	32,7	0,8966

En la Tabla AI.2 se presentan los datos obtenidos en rendimiento y producción de biocombustible.

Tabla AI.2: OBTENCIÓN DE BIODIESEL									
Muestra	m_{AE} (g)	m_{BSP} (g)	P (t/ha)	η_{AE} (%)	η_{BIOT} (%)	η_{BIOGP} (%)	η_{BSB} (%)	η_{BSCC} (%)	P_B (t/ha)
CVGS100	45,20	39,92	1,82	100,00	99,35	84,62	42,77	25,57	0,47
CVGE100	45,99	39,43	0,65	100,00	96,24	80,69	41,00	25,08	0,16
CVGS75	46,31	39,26	1,72	100,00	95,06	83,29	44,16	27,46	0,47
CVGE75	44,64	37,80	1,14	97,62	95,38	83,18	44,41	26,18	0,30
CVPS100	45,04	38,97	1,54	99,93	97,33	84,86	47,97	29,00	0,45
CVPE100 1	45,68	43,71	0,75	100,00	100,00	81,56	49,65	31,01	0,23
CVPE100 2	55,33	47,98	0,75	100,00	95,39	84,10	51,19	31,98	0,24
CVPE100 medio	-	-	0,75	100,00	97,7	82,83	50,42	31,50	0,24
CVPS75	45,64	39,13	1,72	100,00	96,26	79,58	41,10	24,14	0,42
CVPE75	45,97	40,15	1,29	100,00	98,05	85,49	47,75	28,22	0,36

En la Tabla AI.3 se muestran los datos obtenidos durante la experimentación de la calidad del biocombustible.

Tabla AI.3: CALIDAD DEL BIOCMBUSTIBLE OBTENIDO						
Muestra	Índice de Acidez (mg_{KOH}/g)	ρ a 15°C (g/cm³)	ρ a 40°C (g/cm³)	μ a 40°C (cp)	μ a 40°C (cSt)	FAME's (%)
CVGS100	0,46	0,8788	0,8584	3,7	4,31	98,17
CVGE100	0,50	0,8768	0,8569	3,8	4,44	95,10
CVGS75	0,49	0,8745	0,8578	3,9	4,55	96,70
CVGE75	0,34	0,8788	0,8573	3,8	4,43	96,80
CVPS100	0,45	0,8773	0,8576	3,8	4,43	95,00
CVPE100 1	0,62	0,8799	0,8567	4,0	4,67	97,63
CVPE100 2	0,48	0,8754	0,8580	4,0	4,66	96,50
CVPE100 media	0,55	0,8777	0,8574	4,0	4,67	97,07
CVPS75	0,48	0,8671	0,8562	3,9	4,56	95,30
CVPE75	0,46	0,8797	0,8559	3,8	4,44	95,00

En la Tabla AI.4 se presentan los resultados de la calidad de aquellos biocombustibles obtenidos que entran en el rango normativo.

Tabla AI.4: CALIDAD DEL BIODIESEL OBTENIDO QUE ENTRA EN LA NORMA			
Muestra	I.Y. (g_{yodo}/100g_{FAMES})	N.P. (mE/kg)	P.I. (h)
CVGS100	90,89	1,98	11,27
CVGS75	98,73	1,04	12,91
CVGE75	108,61	2,33	6,24
CVPE100 1	103,92	0,64	19,22
CVPE100 2	104,57	0,49	13,28
CVPE100 media	104,25	0,57	16,25

ANEXO II

En el Anexo II se presentan los gráficos obtenidos en el cálculo de estabilidad a la oxidación.

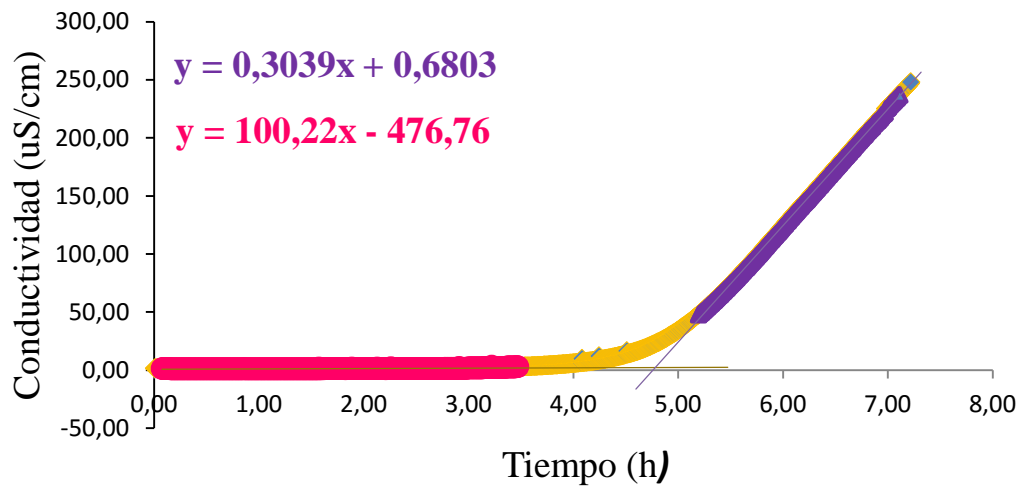


Figura AII.1: Muestra CVGS100.

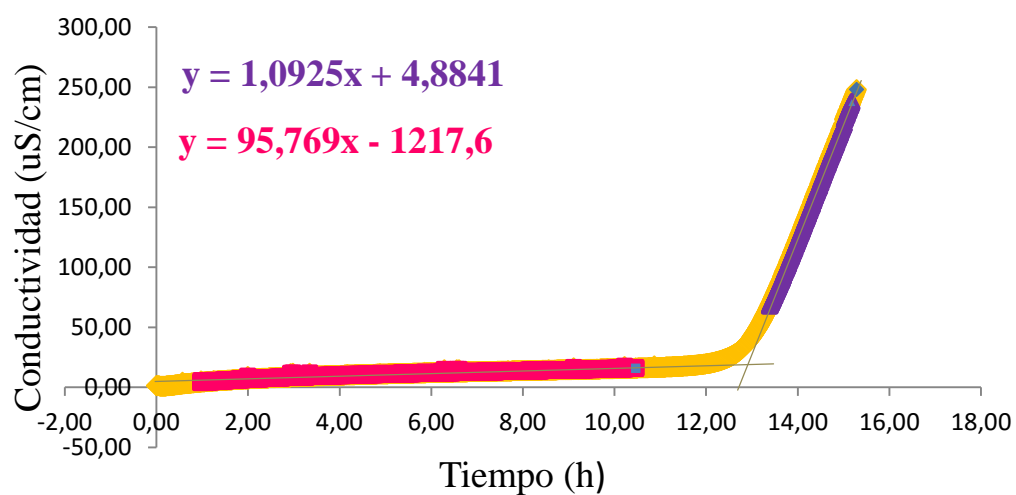


Figura AII.2: Muestra CVGS75.

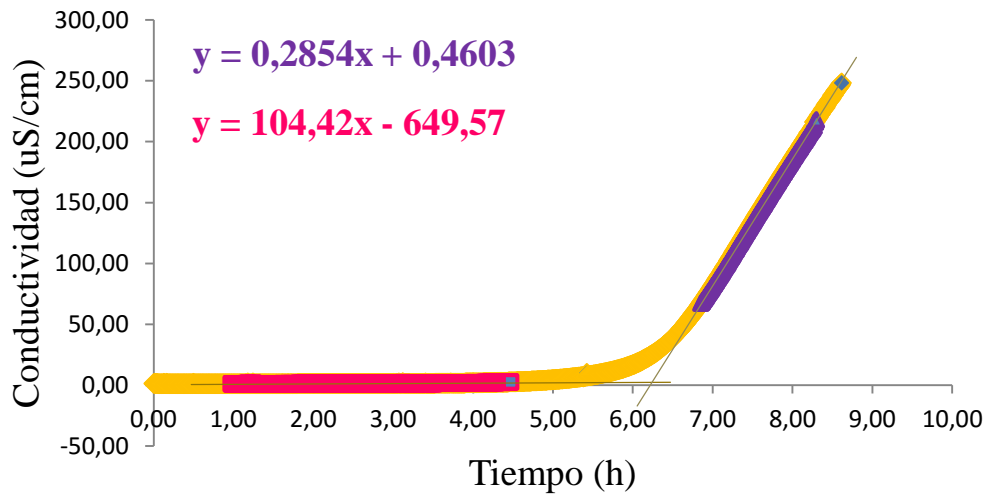


Figura AII.3: Muestra CVGE75.

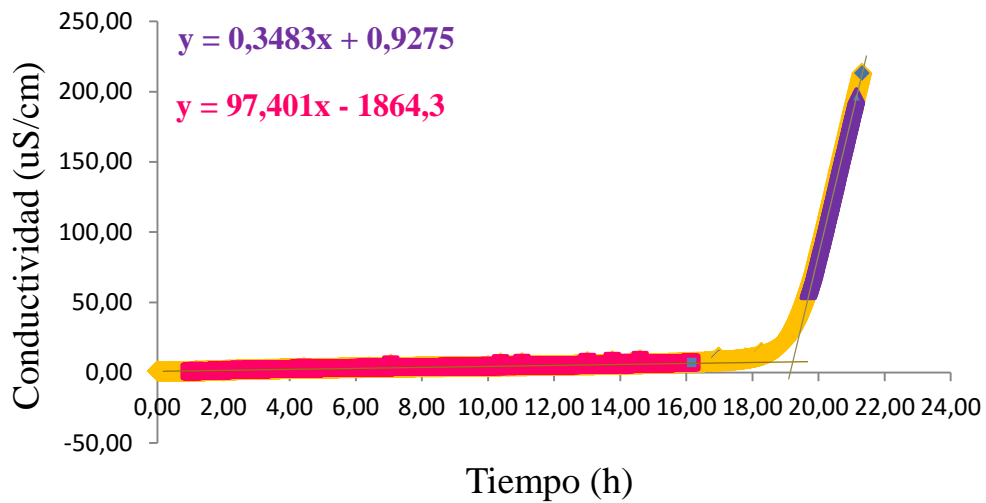


Figura AII.4: Muestra CVGE75 1.

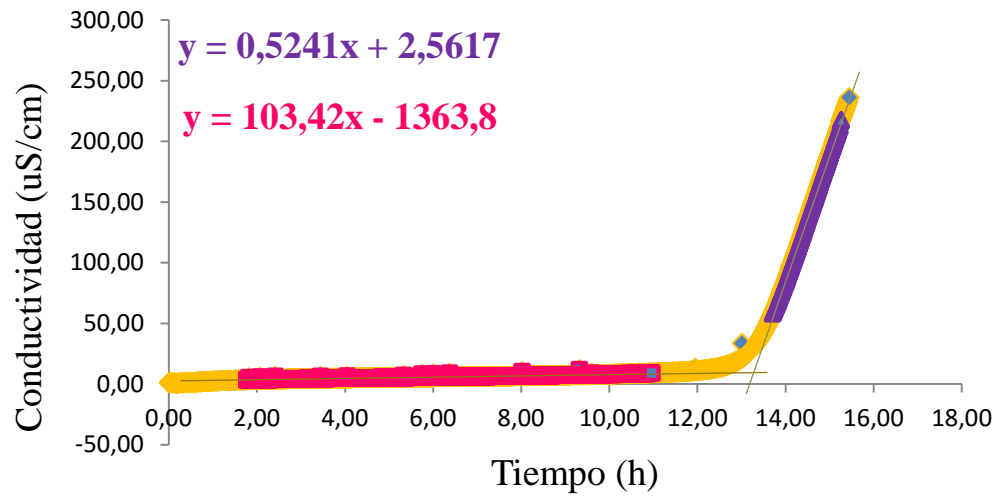


Figura AII.5: Muestra CVGE75 2.