

## Biodiesel en el laboratorio escolar

**Autores: Dra. Silvia Cerdeira y Dra. Liliana Haim de la Fundación de Escuelas San Juan**

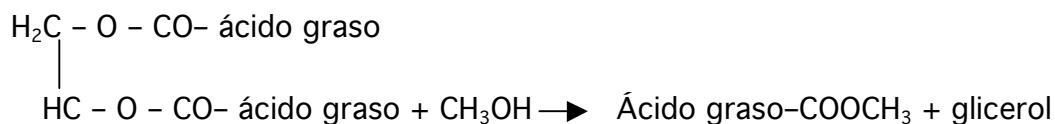
### Introducción

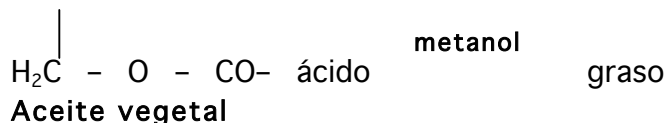
El uso global de la energía ha ido aumentando desde la Revolución Industrial en forma creciente. Las fuentes principales de energía son los combustibles fósiles: carbón, gas natural y petróleo que aportan entre el 75% y el 85% del total de la energía utilizada. Las reservas de combustibles fósiles son limitadas y, a corto o mediano plazo, se necesitarán fuentes alternativas de combustible. Entre ellos los combustibles producidos biológicamente como **biogás, biomasa, etanol y biodiesel**. La energía para la generación de electricidad puede ser provista por biomasa y etanol; el hidrógeno y el biodiesel pueden proveer combustibles líquidos más adecuados para alimentar los vehículos de transporte.

Tanto en el transporte como en la industria está muy difundido el uso de motores Diesel. Se trata de un motor térmico de combustión interna en el cual el encendido se logra por la temperatura elevada, producto de la compresión del aire en el interior del cilindro. El combustible más utilizado por estos motores es una fracción de destilación del petróleo crudo que se recoge en el rango de 175 – 370 °C denominada gasóleo. Esta fracción contiene hidrocarburos como parafina, naftalenos, olefinas y compuestos aromáticos conteniendo moléculas de 20 carbonos.

Sin embargo, el motor inventado y patentado por Rudolf Diesel en 1892, utilizaba originalmente un biocombustible: aceite de Palma, o de coco. El biodiesel es el monoalquil éster de un ácido graso de cadena larga derivado de aceites vegetales o de grasas animales que se utilice en motores de ignición por compresión (llamados Diesel). Se obtiene por **transesterificación** de aceites vegetales. La transesterificación consiste en la conversión de los triglicéridos, ésteres de ácidos grasos y glicerol, que conforman los aceites vegetales en metil o etil ésteres de los mismos ácidos grasos. Esto se puede lograr tratando los aceites vegetales con metanol o etanol en medio ácido o alcalino y la mezcla obtenida corresponde al biodiesel)

Los aceites vegetales más utilizados provienen de soja, girasol y de colza.





El **biodiesel** produce una cantidad de energía similar al diesel de petróleo pero es un combustible más limpio que el diesel regular y puede ser utilizado por cualquier tipo de vehículo diesel (vehículos de transporte, embarcaciones, naves turísticas y lanchas), solo o en solución con aditivos para mejorar la lubricidad del motor. Actualmente en varios países el biodiesel es utilizado en mezclas con porcentajes diversos.

El producto de la transesterificación es una mezcla de ésteres, glicerol, alcohol, catalizador (ácido o álcali) y mono-, di- triglicéridos. Otro de los subproductos que se obtiene junto con los mencionados son jabones.

El uso de lipasas como catalizador tiene la ventaja de poder llevar a cabo este proceso a temperatura ambiente en medio neutro y además permite una purificación más sencilla ya que no se requiere la eliminación del catalizador ni de las sales de sodio o potasio (jabones) al final del proceso.

La calidad del biodiesel obtenido se determina según las siguientes propiedades:

- § El calor calorífico: es una medida de la energía disponible en el combustible.
- § La viscosidad: es importante ya que afecta el flujo del combustible en las tuberías y el inyector.
- § La densidad.
- § Punto de nube: es la temperatura a la cual el biodiesel forma una nube cuando es enfriado, es una medida del punto de congelación.
- § El "flash point": es una medida de la volatilidad del combustible
- § El número de cetano: es una medida de la calidad de ignición del combustible.

Existe interés en utilizar biodiesel donde los trabajadores son expuestos a gases de escape de diesel, en aeronaves, para controlar la polución en el área de los aeropuertos y en locomotoras que enfrentan restricciones en su uso debido a sus emisiones. El uso de biodiesel presenta ciertas ventajas:

- § No contiene azufre y, por ende, no genera emanaciones de este elemento, las cuales son responsables de las lluvias ácidas.
- § Mejor combustión, que reduce el humo visible en el arranque en un 30%.
- § Reduce las emanaciones de CO<sub>2</sub>, CO, partículas e hidrocarburos aromáticos.



- § Los derrames de este combustible en las aguas de ríos y mares resultan menos contaminantes y letales para la flora y fauna marina que los combustibles fósiles.
- § Volcados al medio ambiente se degradan más rápidamente que los petrocombustibles.
- § Su combustión genera menos elementos nocivos que los combustibles tradicionales.
- § Es menos irritante para la piel humana.
- § Actúa como lubricante de los motores prolongando su vida útil.
- § Su transporte y almacenamiento resulta más seguro que el de los petroderivados ya que posee un punto de ignición más elevado. El biodiesel puro posee un punto de ignición de 148°C contra los escasos 51°C del gasoil.

En este cuaderno presentaremos una serie de experimentos diseñados y realizados por alumnos de la escuela media para sintetizar biodiesel por transesterificación a partir de aceite de cocina usado con metanol, o isopropanol. Como catalizador de la reacción se usó tanto un álcali (hidróxido de sodio) como lipasa obtenida de polvo de lavar. La caracterización de los biodiesel obtenidos se hizo midiendo el calor de combustión, la viscosidad, la densidad y el punto de nube.

También se estudió la contaminación ambiental evaluando la cantidad de particulado (hollín) liberado durante la combustión de biodiesel comparada con la de diesel.

Para todas estas determinaciones, los alumnos diseñaron métodos sencillos con material básico del laboratorio escolar.

### **Actividad N° 1: Síntesis de Biodiesel y determinación de la densidad del producto**

#### **Materiales:**

- Diferentes alcoholes para la transesterificación
- Aceite de girasol sin usar y usado en la cocina de la escuela
- Dos catalizadores: NaOH y lipasas provenientes de jabón en polvo
- Balón y tubo refrigerante
- Agitador magnético
- Ampolla de decantación
- Probetas, pipetas, balanza, vasos de precipitados

## Experimento 1 – Síntesis de Biodiesel a partir de aceite de girasol sin usar y usado utilizando metanol e hidróxido de sodio

### Procedimiento:

1. Colocar 130 g de aceite de girasol en un balón de destilación de 250 cm<sup>3</sup>
2. Pesar 37,5 g de metanol y 1,3 g de hidróxido de sodio sólido en un vaso de precipitados, mezclar con un agitador magnético hasta obtener una solución.
3. Agregar la solución al aceite de girasol en el balón.
4. Calentar a reflujo en baño de agua a 65 °C y agitando continuamente durante 1 hora.
5. Luego de este intervalo de tiempo se retira el glicerol formado utilizando una pipeta y se calienta durante una hora más.
6. Transferir la mezcla de reacción a una ampolla de decantación donde se deja por un día.
7. Separar la capa de glicerol de la de Biodiesel, midiendo el volumen de ambas con una probeta.
8. Colocar la capa de Biodiesel en la ampolla de decantación y lavar con agua destilada hasta que el agua de lavado esté neutra (se controla esta etapa utilizando papel pH universal).
9. Romper la emulsión formada agregando a la ampolla de decantación 75 cm<sup>3</sup> de solución saturada de cloruro de sodio y dejando la mezcla por 5 días.
10. Separar ambas capas y lavar la capa de Biodiesel con pequeñas porciones de agua (se puede utilizar nitrato de plata para comprobar que no quedó nada de cloruro de sodio).
11. Guardar la muestra de Biodiesel en una botella oscura tapada.
12. Determinar la densidad de las muestras, midiendo 5 cm<sup>3</sup> de Biodiesel en una probeta del mismo volumen previamente pesada. Pesar nuevamente la probeta con Biodiesel y calcular la densidad.
13. Medir la densidad de todos los reactivos utilizados.
14. Repetir el experimento en iguales condiciones pero utilizando aceite de girasol usado.

### Resultados

Tabla 1- Resultados de los experimentos realizados con aceite de girasol sin usar y usado con metanol e hidróxido de sodio como catalizador

Compuesto	Masa (g) Balanza +/- 0,01g	Volumen (cm <sup>3</sup> , +/- 0,1 cm <sup>3</sup> )	Densidad (g/ cm <sup>3</sup> )
Glicerina pura	6,30	5	1,260
Glicerina obtenida con el aceite sin usar	5,13	5	1,026

"El Cuaderno de Por Qué Biotecnología" es una herramienta didáctica creada y desarrollada por el equipo pedagógico del Programa Educativo Por Qué Biotecnología. Su reproducción está autorizada bajo la condición de que se aclare la autoría y propiedad de este recurso pedagógico por parte del Programa Educativo Por Qué Biotecnología. 4

Glicerina obtenida con el aceite usado	4,81	5	0,982
Metanol puro	4,27	5	0,864
Aceite de girasol sin usar	5,11	5	1,022
Aceite de girasol usado	4,45	5	0,890
Biodiesel 1 (aceite sin usar)	4,32	5	0,864
Biodiesel 2 (aceite usado)	4,24	5	0,848
Biodiesel (bibliografía)	-	-	0,87 +/- 0,02
Diesel (bibliografía)	-	-	0,87 +/- 0,02
Diesel de la escuela	4,21	5	0,842

### Observaciones

El aceite sin usar es amarillo ámbar y la composición encontrada es la mostrada en la tabla 2.

Tabla 2 - Composición de ácidos grasos del aceite de girasol (densidad = 0,953 g/ cm<sup>3</sup>)

Ácido graso	Porcentaje (%)	Fórmula molecular
Linoleico	64	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>
Oleico	14	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>
Palmitico	4	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>
Estearico	7	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>

En ambos casos los lavados con agua producen mucha espuma demostrando la formación de jabón como producto secundario.

### Experimento 2 - Síntesis de Biodiesel a partir de aceite de girasol sin usar utilizando isopropanol e hidróxido de sodio

Se repitió el Experimento 1 en iguales condiciones pero se utilizó isopropanol como alcohol para la transesterificación. Se utilizó la misma relación de moles aceite: alcohol.

### Resultados

Tabla 3 - Resultados de los experimentos realizados con aceite de girasol sin usar y usado con isopropanol e hidróxido de sodio como catalizador

Compuesto	Masa (g) Balanza +/- 0,01g	Volumen (cm <sup>3</sup> , +/- 0,1 cm <sup>3</sup> )	Densidad (g/ cm <sup>3</sup> )
Isopropanol	3,83	5	0,766

Isopropanol (bibliografía)	-	-	0,780
Fase superior	4,17	5	0,834
Fase intermedia	4,34	5	0,868
Biodiesel 3* (inferior)	4,44	5	0,888
Biodiesel 3* (superior)	4,38	5	0,876

\* Se dejó decantar por una semana más en la que disminuyó notablemente el olor a isopropanol y se separaron las dos 3 fases formadas. Se determinó la densidad de ambas.

### Observaciones

El hidróxido de sodio no se disolvió en isopropanol, a medida que transcurrió la reacción las lentejas de este álcali aumentaron de volumen. No se separó ninguna capa de glicerol luego de una hora de calentamiento y el producto final es transparente y límpido. Luego de los lavados con agua se obtuvo una suspensión lechosa y con mucha espuma en la fase acuosa.

Luego de una semana se obtuvieron 3 fases, la inferior y la superior son límpidas mientras que la intermedia es turbia. Las 3 son incoloras y las dos fases superiores tienen mucho olor a isopropanol. Se separó la fase inferior y se dejaron en reposo en la ampolla de decantación las otras dos para observar si se separan totalmente.

### Experimento 3 – Síntesis de Biodiesel a partir de aceite de girasol usado utilizando isopropanol e hidróxido de sodio

Tomando en cuenta los resultados obtenidos en el Experimento 2 se repitió el procedimiento anterior pero utilizando aceite usado y la misma relación en masa aceite: alcohol que en el experimento 1.

### Observaciones

En este caso el hidróxido de sodio se disolvió casi totalmente en el alcohol. A los 20 minutos la mezcla adquirió un color amarillo oscuro y al día siguiente se separó una capa grasosa, blanquecina y semisólida. Se colocó la mezcla en una ampolla de decantación hasta el día siguiente. El olor a isopropanol en la mezcla es mucho menor que en el experimento 2.

Al lavar el Biodiesel obtenido se formó un sólido blanco parecido a grasa o jabón blanco. Se hicieron muchos lavados con agua hasta obtener pH 7. Luego se lavó 3 veces con solución saturada de cloruro de sodio y se dejó 1 semana cada vez pero la emulsión no se destruyó del todo. Se denominó Biodiesel 4 y se calculó su densidad.

### Resultados

Tabla 4 - Resultados de los experimentos realizados con aceite de girasol usado con isopropanol e hidróxido de sodio como catalizador

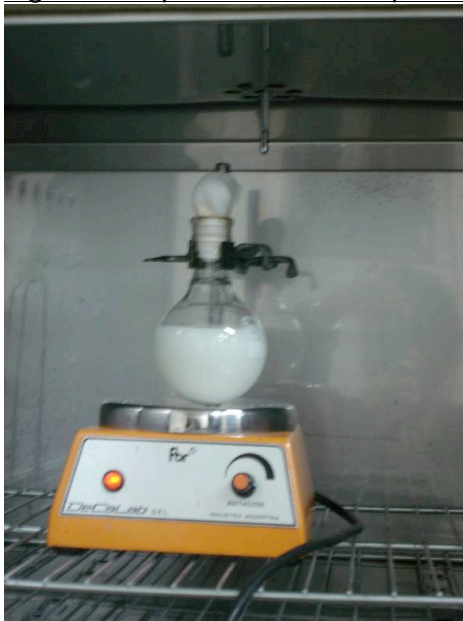
Compuesto	Masa (g) Balanza +/- 0,01g	Volumen (cm <sup>3</sup> , +/- 0,1 cm <sup>3</sup> )	Densidad (g/ cm <sup>3</sup> )
Biodiesel 4	4,75	5	0,95

Este valor es demasiado elevado comparado con los demás obtenidos y es más cercano al aceite de partida que a los demás biodiesels.

#### Experimento 4 – Síntesis de Biodiesel a partir de aceite de girasol sin usar utilizando metanol y jabón en polvo Skip que contiene lipasas

Se repitió el experimento 1 en iguales condiciones pero utilizando como catalizador 2 gramos de jabón en polvo skip como fuente de lipasas. Las cantidades de aceite sin usar (130 g) y de metanol (37,5 g) fueron las mismas que en el procedimiento original. Se colocó el balón con la mezcla en el agitador magnético y dentro de una estufa de incubación a 37 °C en lugar de calentar, se dejó reaccionar 40 horas.

Figura 1- Aparato utilizado para la obtención de biodiesel utilizando lipasas



#### Observaciones

Luego de reposar una hora, se separó una fase sólida blanca y dos fases líquidas, la inferior tiene las características de una emulsión y la superior es transparente y prácticamente incolora. Utilizando un filtro de gasa se trasvasó la mezcla (pH

9) a la ampolla de decantación y se agregaron 20 ml de agua destilada. Se dejó en reposo para favorecer la separación de ambas fases.

Se lavó con agua destilada hasta pH neutro y luego se trató de romper la emulsión utilizando una solución saturada de cloruro de sodio. La fase superior quedó traslúcida (126 cm<sup>3</sup>). La emulsión no pudo romperse totalmente, puede deberse a la presencia de jabón o tensioactivo.

Tabla 5 - Resultados de los experimentos realizados con aceite de girasol usado y usado con metanol y Skip como catalizador

Compuesto	Masa (g) Balanza +/- 0,01g	Volumen (cm <sup>3</sup> , +/- 0,1 cm <sup>3</sup> )	Densidad (g/ cm <sup>3</sup> )
Biodiesel 5	4,60	5	0,92

Este valor es demasiado elevado comparado con los demás obtenidos y es más cercano al aceite de partida que a los demás biodiesels salvo el último.

## Actividad N° 2: Medición de propiedades de los biodiesels obtenidos

### Materiales:

- Termómetro
- Freezer de heladera
- Tubos de ensayo y gradilla

### Experimento 1 - Punto de nube (cloud point)

#### Procedimiento

- Se colocó 1 cm<sup>3</sup> de cada Biodiesel, del diesel de la escuela y de los aceites de girasol en tubos de hemólisis
- Se colocaron en una gradilla en el freezer (-18 °C)
- Se midió con un termómetro la temperatura a la cual se observaba que se licuaban y en donde se mantenía constante.
- Se repitió el procedimiento 3 veces con cada muestra.

### Resultados

Tabla 6 – Punto de nube de los biodiesels

Compuesto	Punto de nube (°C)
Biodiesel 1	0
Biodiesel 2	2
Biodiesel 3 (inferior)	-2
Biodiesel 3 (superior)	No se solidificó totalmente a -18°C



Biodiesel 4	-10
Biodiesel 5	-6
Diesel del laboratorio	No se solidificó totalmente a $-18^{\circ}\text{C}$
Diesel (bibliografía)	-31,7
Biodiesel (bibliografía)	2,6
Aceite de girasol sin usar	-10
Aceite de girasol usado	-11

## Experimento 2 - Calor de combustión

### Materiales:

- Alcohol
- Tubos de ensayo, cuchara de postre de metal, pinza de metal, pipetas, fósforos, probetas, agarraderas y pie
- Termómetro
- Hisopos de algodón
- Cronometro

### Procedimiento

Se diseñó un método comparativo para evaluar el calor de combustión liberado por los diversos combustibles preparados.

Se determinó este valor transfiriendo el calor desprendido en dicha combustión a una cantidad medida de agua contenida en un tubo de ensayos. Se diseñaron dos métodos:

**Método A:** Utilizando una cuchara para quemar  $0,5\text{ cm}^3$  de combustible y agregando  $0,2\text{ cm}^3$  de etanol para comenzar la combustión dada la baja inflamabilidad de los combustibles de tipo diesel. Se utilizaron  $30\text{ cm}^3$  de agua destilada dentro del tubo de ensayos.

Figura 2- Aparato utilizado en la combustión de las muestras



Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 7.

Tabla 7- Resultados obtenidos para el calor de combustión utilizando una cuchara y etanol como iniciador

Combustible	Tinicial (°C)	Tfinal (°C)	$\Delta T$ (°C)	Masa combustible (g)	Calor transferido (J)	Calor por gramo de combustible (KJ/g)
Diesel	24	38	14	0,421	1764	4,2
Biodiesel 1	34	53	19	0,432	2394	5,6
Biodiesel 2	25	45	20	0,424	2520	6,0
Biodiesel 3	24	47	22	0,438	2772	6,3

De acuerdo con estos resultados el Biodiesel 3 sería el que libera mayor cantidad de calor por gramo de combustible. Todos los Biodiesel son más eficientes desde este punto de vista que el diesel proveniente de la destilación del petróleo crudo.

**Método B:** Utilizando hisopos de algodón embebidos en 0,3 cm<sup>3</sup> de combustible sin agregado de ninguna sustancia para comenzar la ignición. Se utilizaron 25 cm<sup>3</sup> de agua destilada. Los resultados obtenidos se resumen en la (Tabla 8)

Tabla 8- Resultados obtenidos para el calor de combustión utilizando hisopos embebidos en el combustible

Combustible	Tinicial (°C)	Tfinal (°C)	$\Delta T$ (°C)	Masa combustible (g)	Calor transferido (J)	Calor por gramo de combustible (KJ/g)
Diesel	22	62	40	0,2526	4200	17
Biodiesel 1	23	62	39	0,2592	4095	16
Biodiesel 2	23	66	43	0,2544	4515	18
Biodiesel 3 <sup>1</sup>	23	65	42	0,2628	4410	17
Biodiesel 5	25	65	40	0,2760	4180	15
Aceite de girasol sin usar <sup>2</sup>	23	56	33	0,3066	3465	12
Diesel <sup>3</sup>						47
Biodiesel <sup>3</sup>						42

<sup>1</sup>Tardó más en prender pero luego quemó mejor que los otros

<sup>2</sup>Tarda dos fósforos y más tiempo en encenderse y produce un olor desagradable al quemarse.

<sup>3</sup>Valores de bibliografía.

Figura 3 – Método N° 2 para la obtención de calores de combustión



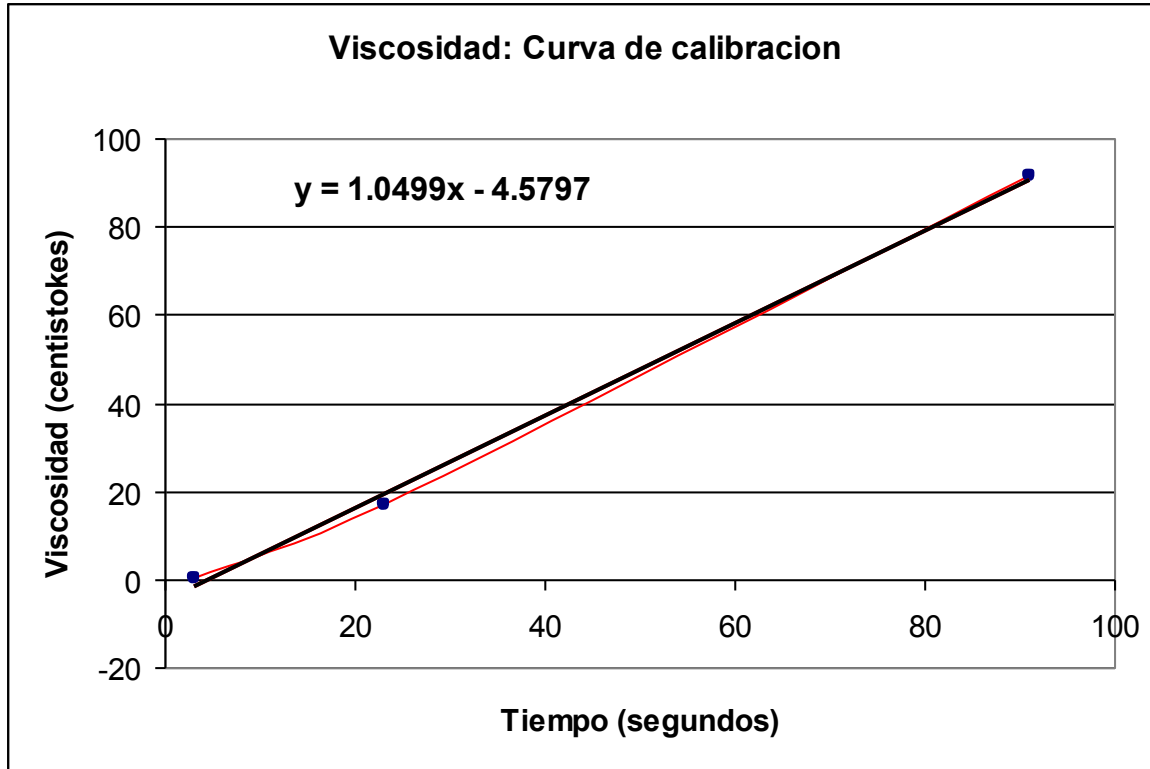
### Experimento 3 - Viscosidad

#### Procedimiento

- Se colocó un tubo de ensayos debajo de una pipeta de 1 cm<sup>3</sup>.
- Se cargó la pipeta con cada una de las sustancias cuya viscosidad se quería medir.
- Se tomó el tiempo necesario para vaciar la pipeta.
- Se repitió la determinación 3 veces y se calculó un promedio.
- Se calibró el aparato utilizando 3 sustancias de viscosidad conocida (hexano, dietilenglicol y aceite de oliva).

#### Resultados

##### Gráfico 1 - Curva de calibración para la medición de viscosidad



A partir de la ecuación de la recta de tendencia, se calcularon las viscosidades de los diferentes biodiesel y de los aceites de girasol usado y virgen.

Tabla 8 – Resultados de viscosidad obtenidos para los combustibles, los aceites vegetales, hexano y etilenglicol

Compuesto	Tiempo (seg)	Viscosidad (centistokes)
Hexano	3	0,4
Etilenglicol	23	17,2
Aceite de oliva	91	91,5
Diesel	9	4,9
Biodiesel 1	10	5,9
Biodiesel 2	11	7
Biod 3	50	47,9
Biod 4	84	83,6
Biod 5	60	58,4
Aceite de girasol usado	138	140,3
Aceite de girasol virgen	85	84,7

### Actividad N° 3: Medida de la contaminación por combustión a través del hollín producido durante la combustión del biodiesel

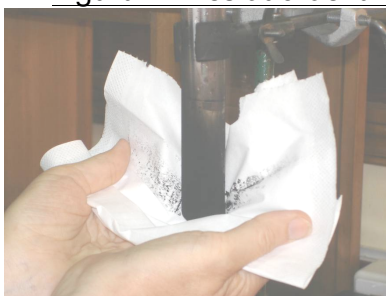
Materiales:

- Servilletas de papel
- Tubos de ensayo
- Balanza de precisión

Procedimiento:

1. Quemar 0,3 cm<sup>3</sup> de combustible.
2. Extraer todo el hollín producido con una servilleta de papel previamente pesada
3. Volver a pesar la servilleta con hollín y calcular el contenido de hollín
4. Comparar dicho contenido entre los distintos combustibles

Figura 4- Residuo de la combustión de biodiesel



Resultados

No se pudieron realizar las determinaciones porque se requería una balanza con una sensibilidad de 0,001 g. Sin embargo, durante la combustión el olor desprendido por el diesel era mucho más penetrante y desagradable que el liberado por los diferentes biodiesels.

Material de consulta:

1. Specification for biodiesel (b100) – astm d6751-06 en [http://www.biodiesel.org/pdf\\_files/fuelfactsheets/BDSpec.PDF](http://www.biodiesel.org/pdf_files/fuelfactsheets/BDSpec.PDF)
2. **Motor** diésel - Wikipedia, la enciclopedia libre [http://es.wikipedia.org/wiki/Motor\\_di%C3%A9sel](http://es.wikipedia.org/wiki/Motor_di%C3%A9sel)
3. Scragg, Alan. Environmental Biotechnology, 2nd. Edition, Oxford University Press, New York, USA, 2005.
4. Preparation and Viscosity of Biodiesel from New and Used Vegetable Oil. An Inquiry-Based Environmental Chemistry Laboratory, Clarke, Nathan R.; Casey, John Patrick; Brown, Earlene D.; Oneya, Ezenwa; Donaghy, Kelley, J.Chem. Education. **2006**, *83*, 257
5. Determination of the heat of combustion of biodiesel using bomb calorimetry, A multidisciplinary undergraduate chemistry experiment. Akers, Stephen M; Cankle,



Jeremy L.; Thomas, Stephanie N and Rider Keith B, J.Chem. Education.

2006, 83, 260

6. Fluid characteristics chart [http://www.engineersedge.com/fluid\\_flow/fluid\\_data.htm](http://www.engineersedge.com/fluid_flow/fluid_data.htm)
7. El hombre y la energía los biocombustibles [http://www.biodiesel-uruguay.com/noticias\\_de\\_biodiesel/el-hombre-y-la-energia--los-biocombustibles792.php](http://www.biodiesel-uruguay.com/noticias_de_biodiesel/el-hombre-y-la-energia--los-biocombustibles792.php)