

Proceso para la obtención de Biodiesel de Higuierilla

Sandoval-Salas Fabiola, Méndez-Carretero Carlos, Solano-Rentería Isabel, Cuevas Suárez Carlos, Cortés Mariano Nayeli y Hernández Ochoa León Raúl.

Instituto Tecnológico Superior de Perote

investiga.itspe@gmail.com

Resumen

Se determinaron las condiciones de extracción de aceite, transesterificación y separación de glicerina durante el proceso de producción de biodiesel a partir de semillas de higuierilla (*Ricinus communis*). Los resultados obtenidos mostraron que las condiciones apropiadas para la producción de biodiesel a partir de semillas de higuierilla son: extracción con hexano empleando una proporción sólidos/solvente de 1/6, durante 6 horas; proporción de metanol y catalizador durante la transesterificación de 40% y 1.5%, respectivamente y, la adición de 18% de glicerina para facilitar la separación de las fases.

Con los datos obtenidos se propone el proceso completo para la obtención de biodiesel a partir de semillas de higuierilla.

Palabras clave: Biodiesel, *Ricinus communis*, biocombustibles, transesterificación.

Abstract

Biodiesel is considered a viable alternative to replace fossil fuels, because it has low toxicity resulting from the absence of sulfur and aromatic compounds (De Lima, 2006). Its manufacturing process is based on the trans-esterification of vegetable oils and/or animal fats preferably having low molecular weight alcohols. Castor seed is considered as a suitable raw material for the production of this biofuel for its high oil content and its high solubility in alcohol, at room temperature (Barnes, 2009). In this work, we determined the conditions of oil extraction, trans-esterification and glycerin separation during biodiesel production from castor seeds (*Ricinus communis*).

The extraction was assessed using a 2² factorial effect. The factors were solid / solvent (hexane) ratio and extraction time. Once the oil was gotten, we determined the effect of the ratio of methanol and the concentration of catalyst on the yields of biodiesel in a factorial experiment 2³. To facilitate the phase separation after the trans-esterification, we evaluated the effect of adding different proportions of industrial glycerin to the mixture.

The results showed that the appropriate conditions for the production of biodiesel from castor seeds are extracted with hexane using a ratio solid/solvent ratio of 1/6, for 6 hours; proportion of methanol and catalyst for the trans-esterification of 40 % and 1.5 %, respectively, and adding 18% glycerol to facilitate phase separation. Finally, we proposed the complete process for the production of biodiesel based on our results.

Keywords: Biodiesel, *Ricinus communis*, biofuels, trans-esterification.

Introducción

El biodiesel se considera una alternativa viable para reemplazar a los combustibles fósiles, debido a que tiene baja toxicidad derivada de la ausencia de compuestos de azufre y aromáticos (Conceicao *et al.*, 2007; De Lima *et al.*, 2006). Su proceso de elaboración se basa en la transesterificación de aceites vegetales y/o grasas animales preferentemente con alcoholes de bajo peso molecular (De Lima *et al.*, 2006).

Uno de los factores a considerar en la producción de biodiesel es el tipo de materias prima que se utilizará. El reto para cualquier país o región es la implementación de procesos de producción basados en materias primas con disponibilidad local (García-Cota *et al.*, 2009). La semilla de higuierilla se considera como una materia prima apropiada para la elaboración de este biocombustible por su alto contenido de aceite y las características del mismo, entre las que se destaca su alta solubilidad en alcohol a temperatura ambiente (Barnes *et al.*, 2009; Scholz y Nogueira, 2008).

En México, la especie *Ricinus communis*, se encuentra ampliamente distribuida de forma silvestre (Goytia-Jiménez *et al.*, 2011) y se han realizado diferentes estudios para evaluar el establecimiento del cultivo en forma comercial (Rico-Ponce *et al.*, 2011; Solis-Bonilla, *et al.*, 2011). Sin embargo, aún falta desarrollar algunas etapas del proceso de obtención del biodiesel a partir de esta semilla, que sean adaptables a las condiciones del país.

En este trabajo se presentan los resultados de la evaluación y optimización de las condiciones para la obtención de biodiesel a partir de semillas de higuierilla cultivadas en el Estado de Veracruz. Los resultados obtenidos permitieron sugerir el proceso completo para la extracción y la transesterificación del aceite de higuierilla con la finalidad de obtener biodiesel.

Materiales y métodos

Material vegetal

Las semillas de higuierilla que se usaron en este trabajo se cosecharon de forma manual durante el periodo agosto 2012-agosto 2013 del cultivo de higuierilla *Ricinus communis* (fenotipo 3, Zavaleta, 2013), establecido en una parcela ubicada a 19°39' de Latitud Norte y a 96°56' de longitud Oeste, localidad de Coacoatzintla en el Estado de Veracruz (Landa, 2013). Las muestras (frutos) se transportaron al laboratorio en bolsas de papel dentro de sacos de plástico. Para promover la dehiscencia, los frutos se secaron al sol dentro de sacos de tul y posteriormente se eliminó la cascarilla con ayuda de un ventilador.

Optimización de Extracción con Solvente.

Para optimizar la extracción de aceite se utilizó un diseño factorial 2² usando hexano como solvente en un equipo Soxhlet. Los tratamientos fueron: factor 1: tiempo de extracción (6 y 8 h) y factor 2: relación muestra/solvente (1/16 y 1/6.4). El experimento se realizó por triplicado y como variable de respuesta se consideró rendimiento de aceite en la semilla en base húmeda (bh).

Determinación de las condiciones de transesterificación.

Con objeto de definir las condiciones de transesterificación se utilizó un diseño factorial completo 3² donde el factor 1 fue el porcentaje de metanol respecto al volumen de aceite empleado (10, 25 y 40 %) y el factor 2, la concentración de catalizador (0.5, 1.0 y 1.5 % de

KOH). Las mezclas se mantuvieron a 65°C, durante 2 h, con agitación mecánica de 100 rpm. El experimento se realizó por triplicado. Las muestras se analizaron por cromatografía de gases en un Cromatógrafo Perkin Elmer Instruments Autosystem XL, acoplado a un espectrómetro de masas Perkin Elmer Instruments (Turbo Mass Gold). Las condiciones de operación del equipo fueron las siguientes: temperatura del inyector 150 °C, Temperatura del detector 150 °C. Columna Perkin Elmer de mediana polaridad Elite Wax ETR 9316549 (polietilén glicol) 30 mX0.25 mm, 0.25 µm; temperatura del horno 150 °C con una rampa 5°C/min hasta 215 °C, He 1 ml/min, inyección de 1 µl en modo Split 1/100.

Separación de fases después de la transesterificación.

Se realizó un experimento empleando un arreglo experimental de DCA con 5 tratamientos en el que se varió la concentración de glicerina industrial adicionada a la mezcla para promover la separación de las fases. Después de homogenizar las mezclas se mantuvieron en reposo en un embudo de separación durante 30 min y se separó por decantación la glicerina y se midió su volumen. El biodiesel obtenido se lavó tres veces con agua y se centrifugo a 5000 rpm, durante 5 min. Los experimentos se realizaron por duplicado.

Propuesta de proceso para la obtención de biodiesel.

Los datos obtenidos en cada una de las etapas se usaron como base para proponer el proceso completo para la obtención de biodiesel a partir de semillas de higuera (*Ricinus communis*).

Resultados y Discusión

Optimización de la extracción.

Los rendimientos de aceite obtenidos en los diferentes tratamientos de extracción fueron cercanos al 50% (Cuadro 1). La comparación de las medias mostró que no hay diferencia significativa entre los 4 tratamientos, por lo que es posible usar cualquiera de los tratamientos evaluados para la extracción del aceite. Debido a que es posible procesar mayor cantidad de muestra y en menor tiempo se seleccionó el tratamiento de 6 horas con una relación aceite solvente de 1/6.4.

Cuadro 1: Rendimiento de aceite de higuera obtenido bajo diferentes condiciones de extracción.

Tratamiento		
Relación aceite/solvente	Tiempo (h)	% de aceite
1/6.4	6	50.8 ^a
	8	51.4 ^a
1/16	6	50.5 ^a
	8	52.0 ^a

+ Valores promedio de 3 repeticiones

+ Letras iguales significan que no hay diferencia significativa

Condiciones de transesterificación.

Los principales componentes que se detectaron por cromatografía de gases en las muestras de biodiesel de higuerrilla fueron: éster de ácido ricinoleico, éster de ácido oleico y éster de ácido linoleico (Figura 1).

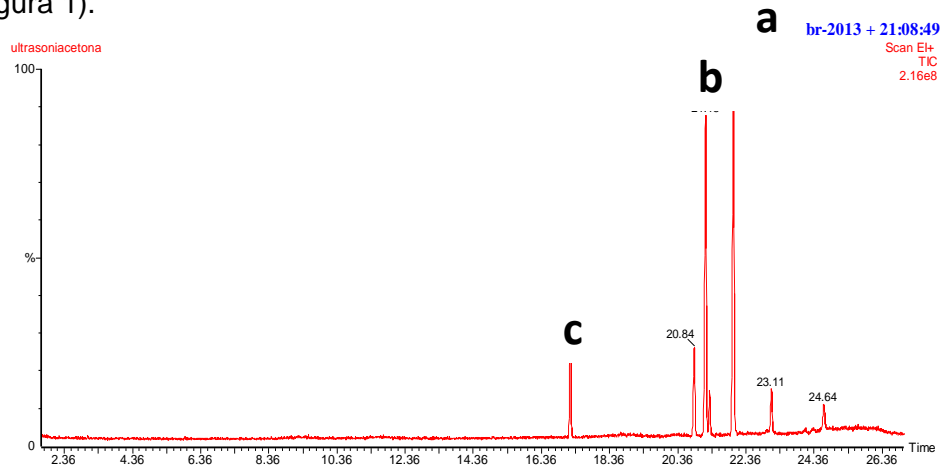


Figura 1. Cromatograma por CG/MS de una muestra procesada con 1.5% de catalizador y 40 mL de metanol. (a) Éster de ácido ricinoleico, (b) éster de ácido oleico, (c) éster de ácido linoleico.

Se tomó como variable de respuesta la presencia de los ésteres de ácido ricinoleico debido a que son los más abundantes en las muestras. Mediante un ANOVA y una comparación de medias ($\alpha=0.05$) de la proporción relativa de este componente en las muestras (el 100% corresponde a la muestra que contiene la mayor cantidad de ésteres de ácido ricinoleico) se determinó que hay efecto significativo de la proporción aceite/solvente y de la concentración de catalizador sobre la eficiencia de transesterificación. Los mejores resultados se obtuvieron cuando se utilizó el 40% de metanol en las mezclas y 1.5% de metóxido (Figura 2).

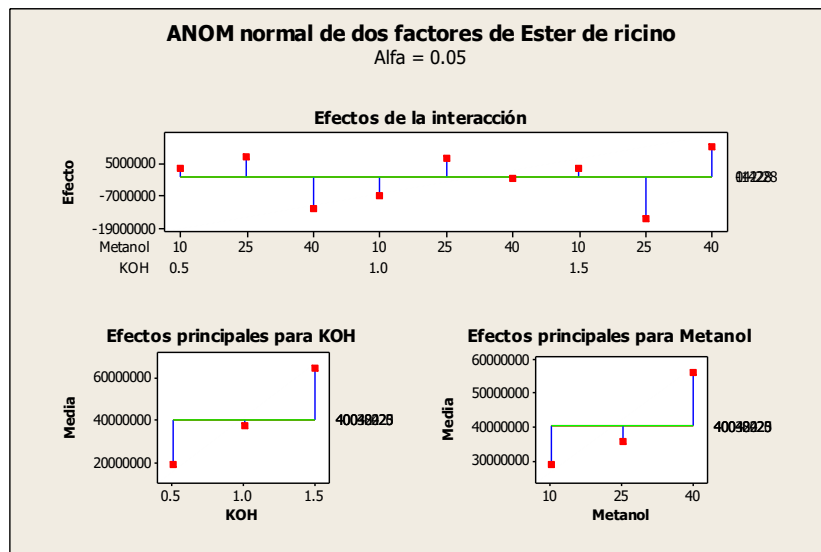


Figura 2. Comparación de medias del efecto del tratamiento de esterificación sobre la cantidad de esteres de ac. ricinoleico provenientes del aceite de higuera.

Adición de glicerina para promover la separación de fases después de la transesterificación.

Cuando se usaron proporciones bajas de glicerina en la mezcla no se logró separación de fases, las muestras mostraban turbidez y se mantenían emulsificadas aún después de 24 h de reposo. La separación de fases se logró a proporciones de glicerina industrial mayores al 15% (Cuadro 2).

Cuadro 2. Separación de glicerina en las mezclas de reacción de transesterificación de aceite de higuera mediante la adición de glicerina grado industrial.

N°	Proporción de glicerina (%)	Cantidad de glicerina adicionada a la mezcla (mL)	Cantidad de glicerina obtenida	Cantidad de glicerina separada	Cantidad de biodiesel obtenida
1	7	2.45	0	-2.45	0
2	13	4.55	3.00	1.55	0
3	15	5.25	18.00	12.75	18.5
4	18	6.3	21.00	14.7	20.5
5	23	8.05	17.00	8.95	20.0

La comparación de medias ($\alpha=0.05$) mostró que existe diferencia significativa en cuanto a la obtención de biodiesel de los dos últimos tratamientos (18 y 23%) y tomando en cuenta que el balance de materiales da como resultado una recuperación del 100% del biodiesel y glicerina, se considera que la mejor proporción es la que corresponde a 18% de glicerina adicionada.

Proceso propuesto para la obtención de biodiesel a partir de aceite de higuera.

En las Figuras 3 se describe el diagrama de proceso propuesto para la obtención de biodiesel a partir de semillas de higuera. Todas las operaciones se probaron durante el desarrollo del proyecto (aunque algunos datos no se presentan).

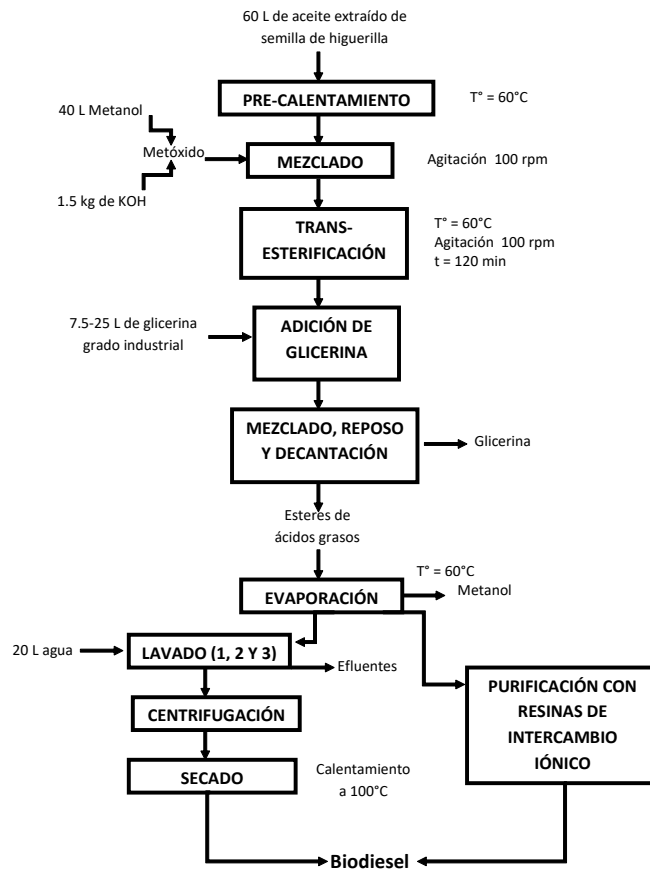


Figura 4. Proceso propuesto para la elaboración de biodiesel proveniente del aceite de higuera.

Conclusiones

Se desarrolló el proceso para la obtención de biodiesel a partir de semillas de higuera, este proceso tiene la ventaja de que es aplicable a las características de la materia prima disponible en el país. La extracción se realiza mediante el empleo de solvente (hexano). Las mejores condiciones para la transesterificación fueron: relación de aceite/solvente de 6.4 y concentración de catalizador de 1.5%.

Por otro lado, se encontró que el uso de glicerina industrial a concentración del 18% en la separación de las fases permite la recuperación del biodiesel, después de la transesterificación.

Agradecimientos

El presente proyecto se realizó con apoyo del “Fondo Sectorial SAGARPA-CONACYT”, subcuenta de Bioenergéticos, Energía Renovable, Eficiencia Energética y Energías Alternas.

“Este programa es carácter público no es patrocinado ni promovido por partido político alguno y sus recursos provienen de los impuestos que pagan todos los contribuyentes. Está prohibido el uso de este programa con fines políticos, electorales, de lucro y

otros distintos a los establecidos. Quien haga uso indebido de los recursos de este programa deberá ser denunciado y sancionado de acuerdo con la ley aplicable y ante la autoridad competente”.

Referencias

Barnes, D. J., Baldwin, B.S., Braascha, D. A. 2009. Ricin accumulation and degradation during castor seed development and late germination. *Industrial Crops and Products* 30, pp. 254–258.

Conceição, M. M., Candeia, R. A., Silva, F. C., Bezerra, A. F., Fernandes, V.J., Souza, A.G., 2007. Thermoanalytical characterization of castor oil biodiesel. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11, pp. 964–975.

De Lima-Da Silva, N., Wolf-Maciel, M.R., Benedito-Batistella, C., Maciel-Filho, R. 2006. Optimization of Biodiesel Production. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 129-132, pp 405-414.

García-Cota, T. del N. J., De la Cruz-Gonzalez, V. M., Nájera-Martínez, I., Sanchez-Daza O. 2009. Purificación de biodiesel obtenido de aceite de ricinus. *Superficies y Vacío*, 22 (3), pp. 20-23.

Goytia-Jiménez, M. A., Gallegos-Goytia, C. H., Núñez-Colín, C. A. 2011. Relación entre variables climáticas con la morfología y contenido de aceite de semillas de higuierilla (*Ricinus communis* L.) de Chiapas. *Revista Chapingo. Serie ciencias forestales y del ambiente*, 17 (1), pp. 41-48.

Landa L.R. 2013. Establecimiento de una plantación para análisis fenológico de *Ricinus communis* L. para la producción de biodiesel. Tesis de Licenciatura. Ingeniería Forestal. Instituto Tecnológico Superior de Perote. Perote, Ver. 82 p.

Rico-Ponce, H. R., Tapia-Vargas. L. M., Teniente-Oviedo. R., González-Ávila. A., Hernández-Martínez. M., Solís-Bonilla. J.L., Zamarripa-Colmenero. A. 2011. Guía para cultivar higuierilla (*Ricinus communis* L.) en Michoacán. Folleto Técnico Núm. 1. INIFAP CIRPAC Campo Experimental Valle de Apatzingán.

Scholz, V., Nogueira-Da Silva, J. 2008. Prospects and risks of the use of castor oil as a fuel. *Biomass and Bioenergy*, 32, pp. 95–100.

Solís-Bonilla, J.L., Zamarripa-Colmenero, A., González-Ávila, A., Rico-Ponce, H. R., Tapia-Vargas, L.M., Teniente-Oviedo R., Zacarías-Gutiérrez, M., Izapa-Cirpas, C.E.R., Cruz Ramírez, J.R., Hernández Martínez, M. 2011. Guía técnica para la producción de higuierilla (*Ricinus communis* L.) en Chiapas. Folleto Técnico Núm. 25. Instituto Nacional de Investigaciones Forestales Agrícolas y Pecuarias. Campo Experimental Rosario Izapa, Tuxtla Chico, Chiapas. México, p. 59.

Zavaleta G.L. 2013. Evaluación de la composición y la toxicidad de diferentes fenotipos de higuierilla, colectados en el Estado de Veracruz. Tesis de Licenciatura. Ingeniería en Industrias Alimentarias. Instituto Tecnológico Superior de Perote. Perote, Ver. 82 p.