**Evaluación de parámetros de operación del reactor BIO100 para la producción de biodiesel a partir de aceite de *Jatropha curcas*.**

**Evaluation of operation parameters of the reactor BIO100 for the biodiesel production from *Jatropha curcas* oil.**

Luis Cepero Casas1, Alberto Luis Rodríguez Díaz2, Nancy Altunaga Pérez1, Yudit Lugo Morales1, Mario YII Lavín2 y Ariel García Cru2.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 *1Estación Experimental de Pastos y Forrajes Indio Hatuey. Universidad de Matanzas. Cuba.* cepero@ihatuey.cu

*2Universidad de Matanzas. Ministerio de Educación Superior.* \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**RESUMEN**

*Jatropha curcas* es una planta oleaginosa con un alto grado de proteína, pero contiene sustancias tóxicas como los phorbol-ésteres que imposibilitan su utilización como alimento animal. El empleo del aceite de esta planta en la elaboración de biodiesel es una opción económicamente factible para sustituir las necesidades energéticas del medio rural cubano y los combustibles fósiles que tanto afectan el medio ambiente. La EEPIH cuenta con un reactor de la serie BIO, de 100 litros, adquirido por el proyecto internacional Biomas-Cuba, que opera en condiciones de temperatura y presión para obtener rendimientos óptimos de conversión de aceite en biodiesel. El objetivo de este trabajo fue determinar de forma preliminar los parámetros fundamentales de operación para el reactor BIO100 utilizando aceite de *Jatropa curcas* de calidad, metanol al 99,9 % y como catalizador hidróxido de sodio anhidro con una pureza de 99.9%, con el fin de alcanzar volúmenes de biodiesel superiores a los ya obtenidos mediante una reacción de transesterificación. Para la determinación de estos parámetros se realiza un diseño de experimento factorial de 22 para calcular la significación entre las variables: temperatura de reacción, relación molar alcohol: aceite y tiempo de residencia en el reactor. Como resultado se obtiene que los mejores rendimientos se alcanzan con los siguientes parámetros de operación: relación molar alcohol: aceite 12:1, temperatura 60ºC para volumen de catalizador constante y que a medida que aumenta el tiempo aumenta la conversión de la reacción.

**Palabras clave**: *Jatropha curcas*, biodiesel, temperatura, relación molar alcohol: aceite y tiempo de residencia en el reactor

**ABSTRACT**

*Jatropha curcas* is an oil plant with a high degree of protein, but contains toxic substances such as phorbol esters, which prevent its use as feedstuff. The use of the oil from this plant in the elaboration of biodiesel is an economically feasible option to substitute the energy needs of the Cuban rural areas and fossil fuels that affect the environment so much. The EEPFIH has a 100-liter BIO-series reactor, purchased by the international project Biomas-Cuba, which operates under temperature and pressure conditions to obtain optimum yields of oil conversion into diesel. The objective of this work was to determine preliminarily the fundamental operation parameters for the BIO100 reactor using quality *Jatropa curcas* oil, 99,9 % methanol and as catalyst, anhydrous sodium hydroxide with a purity of 99,9 %, in order to reach biodiesel volumes higher than those obtained through a transesterification reaction. For the determination of these parameters, a 22 factorial experimental design was carried out to calculate the significance among the variables: reaction temperature, alcohol:oil molar reaction and residence time in the reactor. As a result it is obtained that the best yields are reached with the following operation parameters: alcohol:oil molar reaction 12:1, temperature 60 ºC for volume of constant catalyst and as the time increases the reaction conversion increases.

**Keywords:** *Jatropha curcas*, biodiesel, temperature, alcohol:oil molar reaction, residence time in the reactor

1. **INTRODUCCIÓN**

La producción y el consumo de biodiesel en el mundo han crecido notablemente en los últimos años, impulsado por la búsqueda de nuevas fuentes de energía para disminuir la dependencia del petróleo y la creciente preocupación por el calentamiento global del planeta (De Corato, U., *et al*, 2015). *Jatropha curcas* L. es una oleaginosa que pertenece a la familia Euphorbiaceae, originaria de México y Centroamérica, aunque actualmente es cultivada en América del Sur, el Caribe y países de África, Asia y Oceanía (Heller 1996). En diferentes países *J. curcas* se ha utilizado en cercas vivas, para control de la erosión del suelo, como tutores de plantas escandentes, en la medicina tradicional y veterinaria, en la producción de energía y combustibles diesel (Machado y Suárez 2009). El cultivo de *J. curcas* en los últimos años ha sido una importante alternativa para la producción de biodiesel, ya que presenta un alto rendimiento de aceite a partir de las semillas. Además, se caracteriza por su fácil adaptabilidad a diferentes tipos de suelos y su baja exigencia en nutrientes y agua (King *et al*., 2009). Otra de las ventajas de la *J. curcas* como cultivo es que no tiene finalidad alimentaria, por lo tanto, no compite con la demanda de otros cultivos alimentarios (Devappa, R.K., *et al*., 2010). No es un cultivo comestible debido a que sus semillas contiene compuestos anti-nutricionales tóxicos como formol ésteres y curricinas (Martínez, J *et al*.,2006). En Cuba la *J. curcas* y otras especies ha sido utilizada por los agricultores como cercas vivas, como linderos para protección de espacios cultivados y/o con ganado, ya que actúan minimizando el impacto del viento y recientemente se han iniciado investigaciones para la producción de biodiesel a partir del aceite de sus semillas. La EE Indio Hatuey cuenta con un reactor de fabricación costarricense de la serie BIO100 de 100 litros de capacidad. Este trabajo tiene como objetivo determinar los parámetros fundamentales de operación del reactor bajo las condiciones de Cuba utilizando aceite de *Jatropa curcas* para producir biodiesel mediante una reacción de transesterificación.

1. **MATERIALES Y MÉTODOS**

**Extracción del aceite** Se utilizaron frutos de *Jatropha curcas* L de procedencia Cabo Verde, colectados en la finca de producción de la Estación Experimental de Pastos y Forrajes Indio Hatuey, extraído a partir del prensado de la semilla en una máquina expeler con potencia de 7.5 kW, velocidad de 1400 rpm y capacidad de 200 kg de semillas por hora.

**Filtrado del aceite**: El aceite en bruto obtenido es filtrado a través de una electrobomba móvil que suministra el aceite al filtro prensa el cual garantiza un filtrado de 25 micrones. Posteriormente ocurre un calentamiento a 105ºC para extraer todas las impurezas solubles y volátiles, incluyendo el agua.

**Evaluación de parámetros de calidad del aceite y biodiesel**:

-Índice de acidez; Se determinó por titulación volumétrica con hidróxido de sodio al 0.1M como agente valorante y fenolftaleína como indicador.

-Viscosidad. Se utilizó un viscosímetro NDJ-5S.

-Humedad: Se utilizó una balanza de humedad de la marca Sartorius MA-150, la cual en un tiempo determinado se encarga de deshumidificar una muestra de aproximadamente 10 gramos.

-Densidad: Utilizando densímetro para aceite que por flotación arroja el valor en kilogramos por metros cúbicos (kg/m3).

-Rendimiento del proceso: Se definió como la relación entre la masa de biodiesel obtenida y la masa de aceite utilizada.

**Obtención de biodiesel:** Para el estudio de los parámetros de operación se utilizó un reactor experimental con un volumen de 600 mL y se seleccionaron los factores que más influencia tienen en la conversión de triglicéridos: temperatura de reacción, relación molar alcohol: aceite y tiempo de reacción para realizar posteriormente un escalado al reactor Bio100.

**Reacción de Transesterificación en reactor experimental**: El proceso ocurrió a través de una reacción entre el aceite y el metanol (CH4O) con una pureza de 99.9%. Esta reacción es catalizada por hidróxido de sodio (NaOH) al 99.9% de pureza, anhidro. Se incorporó primeramente una cantidad de metanol del 14 al 20 % del aceite procesado en una relación de volumen/volumen, a una temperatura entre un rango de 10 a 40 ºC. Antes de agregar el hidróxido de sodio el alcohol previamente adicionado se calentó a una temperatura entre los 40 y 45 ºC; para lograr así que el tiempo de formación del metóxido de sodio (CH3ONa) sea el menor posible y así poder disminuir el tiempo de producción del biodiesel. La cantidad de catalizador se determinó por el titulado del aceite oscilo entre 4 y 10 gramos de hidróxido por litro de aceite usado. Posteriormente se añadió el aceite de *Jatropha* previamente calentado a una temperatura que se mueve dentro de los 55 y 65 ºC. A partir de que la reacción alcance los 90 ºC de temperatura se continúa agitando durante 15 minutos más. El ciclo completo consumirá de 40 a 55 minutos.

Se realizaron 8 bacth empleando dos niveles (bajo y alto), con dos temperaturas 50 y 60 0C y dos relaciones molares 6:1 y 12:1 respectivamente con la siguiente configuración de los experimentos (tabla 1) y los volúmenes de reactivos referidos en la tabla 2.

Tabla 1**.** Configuración de los experimentos en reactor experimental.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Experimento-Réplica** | **1-1** | **1-2** | **2-1** | **2-2** | **3-1** | **3-2** | **4-1** | **4-2** |
| **Variables** | **Temperatura (ºC)** | 50 | 50 | 50 | 50 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| **Relación Molar** | 6:1 | 6:1 | 12:1 | 12:1 | 6:1 | 6:1 | 12:1 | 12:1 |

Tabla 2. Reactivos utilizados en reactor experimental.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Reactivos** | **Unidad** | **Relación Molar 6:1** | **Relación molar 12:1** |
| Aceite de *Jatropha* | mL | 118.96 | 118.96 |
| Hidróxido de Sodio | G | 1.1758 | 1.1758 |
| Metanol | mL | 30.35 | 60.69 |

**Reacción de Transesterificación en reactor BIO100**: Se realizaron cuatro bacht, utilizando para cada uno de ellos 90 litros de aceite de *J.curcas,* 1kg de hidróxido de sodio anhidro y el metanol necesario para cumplir con las relaciones molares de mejor conversión en el reactor experimental (alcohol: aceite 6:1 y 12:1) a una temperatura de 50 y 60ºC. Transcurrida la reacción con agitación continua por un tiempo de 50 minutos, se dejó reposar 24 horas hasta la separación de las dos fases: (inferior glicerol y superior biodiesel). Se determinaron los siguientes parámetros: contenido de agua, densidad, viscosidad, índice de acidez en el biodiesel, rendimiento y el % de conversión.

**ANÁLISIS ESTADÍSTICO**

Para el procesamiento de los datos se realizó un diseño de experimento factorial de 22 para calcular la significación entre las variables: temperatura de reacción, relación molar alcohol: aceite y tiempo de residencia en el reactor.

1. **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

En la tabla 3 se muestran los resultados de la caracterización del aceite de *Jatropha curcas.*

Tabla 3**.** Caracterización del aceite de *Jatropha curcas*.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Parámetros** | **Unidad** | **Resultados** |
| Masa específica a 20º C | kg/m3 | 0.910 |
| Viscosidad (40oC) | mm2/s | 34.5 |
| Índice de Acidez | gNaOH/g Aceite | 0.4 |
| Contenido de Água | % Vol | 0.01 |

Los valores de índices de acidez, densidad y humedad del aceite de *J. curcas* se encuentran dentro del rango permisible y se corresponde con lo reportados por Achtena *et al*., 2008; Sotolongo, *et al*., 2012. Se considera un aceite de calidad para ser utilizado en la reacción de transesterificación.

En la figura 1 se aprecia el comportamiento en el reactor de la conversión del aceite a biodiesel teniendo en cuenta la temperatura y la relación molar. Tanto la temperatura como la relación molar son parámetros que favorecen la formación de la conversión de aceite a biodiesel teniendo un mayor peso la relación molar en la formación de metiléster de ácidos grasos (biodiesel).



Figura 1. Influencia de la temperatura u la relación molar en la conversión del reactor.

En la tabla 4 se muestran los volúmenes de biodiesel obtenidos en el biorreactor experimental. Los mayores volúmenes son los obtenidos en las réplicas 1-1, la 2-1 y la 4-2, para el caso de la 1-1 que es la de mayor rendimiento se puede decir que estas condiciones bajo las cuales sucede la reacción son las más utilizadas en la industria química a presiones atmosféricas según Parawira 2010, y para los casos restante la relación molar (12:1) propicia la formación de ésteres metílicos de ácidos grasos por encima de la otra relación molar establecida (6:1). Para el caso del experimento 3-1 el bajo valor del volumen se debe a que parte del aceite se saponifica durante la reacción dando lugar a la formación de jabones y por tanto a un rendimiento inferior a los que se obtienen en los ensayos restantes.

Tabla 4. Volúmenes obtenidos de biodiesel en los ensayos experimentales laboratorio

|  |  |
| --- | --- |
| **Réplicas de experimentos** | **Volumen (mL)** |
| 1-1 | 95 |
| 1-2 | 80 |
| 2-1 | 93 |
| 2-2 | 88 |
| 3-1 | 69 |
| 3-2 | 88 |
| 4-1 | 90 |
| 4-2 | 94 |

La relación entre la viscosidad y el rendimiento en reactor experimental se muestra en la tabla 5. Para los experimentos 1-1 y 2-1 a igual temperatura (50ºC) y diferente relación molar, el mayor porciento de conversión lo tiene el 2-1, lo cual evidencia que la relación molar alcohol-aceite es un parámetro que influencia tanto en la conversión como en la velocidad de la reacción. Lo mismo ocurre para el 3-1 y el 4-1 se mantiene constante la temperatura (60ºC) y se varían las relaciones molares 6:1 y 12:1 respectivamente con resultados de conversión superiores para el caso del experimento 4-1. Para 1-1 y 3-1 con relación molar constante (6:1) y valores de temperatura diferentes la mayor conversión se obtiene para el 3-1, aunque su valor no difiere mucho del que se obtiene en el ensayo 1-1. Los resultados muestran que a pesar de tener un carácter significativo la temperatura tiene una influencia inferior a la de la relación molar. Igual pasa para el 2-1 y el 4-1 que a valores de relación molar constante (12:1) y temperaturas diferentes posibilitan que la mayor conversión se obtenga para el segundo caso, aunque la diferencia de los valores entre un experimento y otro no son tan significativos. Bajo las condiciones óptimas de los parámetros resultantes del diseño de experimento se alcanzan rendimientos medios de 75%.

Algunos autores reportan relaciones molares alcohol aceite de superiores (Wang, Y. *et al*. 2007) con el fin de garantizar una mejor conversión y mayor rendimiento.

Tabla 5. Relación viscosidad y rendimiento en reactor experimental.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Réplicas de Experimentos** | **Viscosidad****(Pa\*s)** | **Rendimiento****(%)** | **Medias****Rend.** |
| 1-1 | 0.08669 | 79.85 | 73.5 |
| 1-2 | 0.07615 | 67.25 |
| 2-1 | 0.06692 | 78.17 | 75.7 |
| 2-2 | 0.07904 | 73.97 |
| 3-1 | 0.07632 | 58.00 | 74.0 |
| 3-2 | 0.07583 | 73.97 |
| 4-1 | 0.06118 | 75.65 | 76.9 |
| 4-2 | 0.07163 | 78.18 |

La tabla 6 muestra cada uno de los efectos e interacciones estimados. Los valores numéricos de los efectos estudiados para determinar la influencia de ellos en la conversión del reactor experimental muestran que el de mayor influencia lo tiene la relación molar alcohol aceite.

Tabla 6. Efecto cuantitativo de los factores en la conversión del reactor experimental.

|  |  |
| --- | --- |
| **Efecto** | **Valor** |
| A: Temperatura | 0.28 |
| B: Relación molar | 0.435 |
| AB | 0.045 |

En el escalado realizado en el reactor BIO100, se obtuvo para las relaciones molares 6:1 y 12:1 a una temperatura de 50 0C un rendimiento de 84 y 86 % respectivamente, mientras que a la temperatura de 60 0C el rendimiento fue de 85 y 91 % respectivamente, como se muestra en la tabla 7.

Tabla 7. Rendimiento reactor BIO100 a diferentes relaciones molares y temperaturas

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Temperatura** | **50 ºC****50** | **60 ºC****60** |
| **Relación Molar** | **6:1** | **12:1** | **6:1** | **12:1** |
| **Rendimiento %** | 84 | 86 | 85 | 91 |

Los mayores rendimientos se obtuvieron utilizando una relación molar alcohol: aceite 12:1 a una temperatura 60ºC, lo cual evidencia que la relación molar alcohol-aceite es un parámetro que influye tanto en la conversión como en el rendimiento. Estos resultados se corresponden con lo reportado por Brittaine, R y Lutaladio, N., 2010, aunque OM, N.d.l.C 2008 asegura que la relación alcohol–aceite debe ser superior a seis, pero no debe sobrepasar los nueve moles, pues el aceite estaría diluido en el alcohol, lo que reduciría su concentración, y la velocidad de la reacción de transesterificación disminuiría.

El rendimiento obtenido en el BIO 100 bajo estas condiciones son inferiores a los obtenidos por Central biodiesel, fabricante de la tecnología, quien obtiene rendimientos por encima del 90 % bajo los parámetros operacionales establecidos para el funcionamiento del reactor.

Los parámetros evaluados para comprobar la calidad del biodiésel obtenido en el reactor BIO100 se muestran en la tabla 8.

Tabla 8.Caracterización del biodiesel obtenido a partir se aceite de *Jatropha curcas*.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **CARACTERÍSTICAS** | **UNIDAD** | **Biodiesel** |
| Masa específica a 20º C | kg/m3 | 0,8738 |
| Viscosidad a 40ºC | mm2/s | 4,189 |
| Contenido de Água  | % Vol | 0,034 |
| Índice de Acidez. | g NaOH/g | 0,78 |

Los valores obtenidos para cada parámetro están en correspondencia con los reportados por Sharp, C. A 1998. La viscosidad es una de las propiedades más importantes del biodiesel debido a que afecta la operación del sistema de inyección de combustible del vehículo, particularmente a bajas temperaturas cuando se ve afectada la fluidez del mismo. De igual manera, la densidad es otro parámetro de suma importancia en la calidad del biodiesel, debido a que los sistemas de inyección utilizan un sistema de medición volumétrico, por ende, el aumento de la densidad del combustible se traduce en un incremento de la masa de combustible suministrada al motor.

1. **CONCLUSIONES**

-Se determina la combinación adecuada de los parámetros de operación determinantes en el proceso que conducen a rendimientos superiores.

-Los parámetros de operación que más influencia manifiestan en el rendimiento del reactor son: relación molar alcohol: aceite, la temperatura y tiempo de reacción para cantidades constantes de catalizador.

-Los valores de los parámetros fundamentales de operación son: relación molar alcohol: aceite 12:1 y temperatura 60ºC para volumen de catalizador constante.

-Se comprueba que a medida que aumenta el tiempo de residencia en el reactor aumenta la conversión de la reacción y con ello su rendimiento.

**AGRADECIMIENTOS**

Agradecemos a la Agencia Suiza para la Cooperación y el Desarrollo (COSUDE) por el financiamiento del proyecto: “-La biomasa como fuente renovable de energía para el medio rural. BIOMAS Fase III. (2018-2021).

**referencIAS BIBLIOGRÁFICAS**

* Achten, W.M.J., Verchot, L., Franken, Y.J., Mathijs, E., Singh, V.P., Aerts, R., Muys, B., 2008. *Jatropha* biodiesel production and use. Biomass Bioenergy. 32(12), 1063-1084.
* Brittaine, R., Lutaladio, N., 2010. Jatropha: A smallholder bioenergy crop: The potential for pro-poor pevelopment. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), Rome, Italy.
* De Corato, U., Catello, P., Giovanni, L. B., Cancellara, F. A & Zaccardellib, M. 2015. Co-products from a biofuel production chain in crop disease management: A review. Crop Protection. 68(1):12-26
* Devappa, R.K., Makkar, H.P.S & Becker, K. 2010. *Jatropha* toxicity—a review. Journal of Toxicology and Environmental Health, Part B. Critical. 13(6):476–507.
* HELLER J. 1996. “Physic nut, *Jatropha curcas* Promoting the Conservation and Use of Underutilized and Neglected Crops”. International Plant Genetic Resources Institute (IPGRI), 66 p.
* King, A; He, W; Cuevas, J; Freudenberger, M.; Ramiaramanana, D; Graham, L. 2009. Potential of *Jatropha curcas* as a source of renewable oil and animal feed. Journal of Experimental Botany, Vol. 60, No 10, 2897-2905
* Machado, R; Suárez, J. 2009. Performance of three provenances of *Jatropha curcas* in the germoplasm bank of the EEPF “Indio Hatuey”. Pastos y Forrajes, Vol. 32, No 1. 29-37
* Martínez, J; Siddhuraju, P; Francis, G; Davila, G; Becker, K. Chemical compotition, toxic/antimetabolic constituents, and effects of different treatments on their levels, in four provenances of *Jatropha curcas* L. from México. Food Chemistry. 96:80-89, 2006.
* OM, N.d.l.C., 2008. Produção de biodiesel a partir da transesterificação de óleo de pinhão manso (jatropha curcas lin): estudo teórico e experimental, in Escola de Química. Universidad Federal de Rio de Janeiro: Rio de Janeiro. Págs. 216.
* Parawira, W. 2010. Biodiesel production from Jatropha Curcas: A review. Scientific Research and Essays.
* Sotolongo, J.A., Suárez, J., Martín, G.J., Cala, M., Vigil, M.C., Toral, Odalis., Reyes, F & Santana, H. 2012. Producción integrada de biodiesel y alimento: La concepción de una tecnología agroindustrial apropiada para Cuba. En: J. Suárez y G.J. Martín (eds.). La biomasa como fuente renovable de energía en el medio rural. EEPF Indio Hatuey, Central España Republicana, pp: 96-107.
* Wang, Y. et al. 2007. Preparación de biodiesel a partir de aceite de cocina usado, a través de un proceso catalizado de dos pasos. Energía Conversión y Gestión.