

**Método de Destilación Simple para Caracterización de Aceites Vegetales y
Combustibles Líquidos**

**Lina Estefannia Peña Cortes
Yenny Carolina Guasca Rodriguez**

**Universidad ECCI
Dirección de Ingeniería Química
Tecnología en Procesos Químicos Industriales
Bogotá D.C.
2023**

Método de Destilación Simple para Caracterización de Aceites Vegetales y Combustibles
Líquidos

Lina Estefannia Peña Cortes
Yenny Carolina Guasca Rodriguez

Trabajo de investigación presentado como requisito para optar al título:
Tecnólogo en procesos químicos industriales

Tutor:
JOSE MATEO MARTINEZ SAAVEDRA
PhD en Ingeniería Química

Universidad ECCI
Dirección de Ingeniería Química
Tecnología en Procesos Químicos Industriales
Bogotá D.C.
2023

Agradecimientos

Las autoras del proyecto expresan su profundo agradecimiento a todas aquellas personas que han colaborado en el desarrollo del presente proyecto. En primer lugar, queremos destacar a nuestros padres, quienes han sido los principales promotores de todo lo que hemos logrado hasta el momento.

De igual manera agradecemos a nuestro asesor de tesis el profesor Jose Mateo Martinez Saavedra por su valiosa orientación, apoyo y paciencia además de brindarnos todas las herramientas que tuvo a su alcance para permitirnos obtener un espacio que se adecuara a las exigencias de la parte experimental del proyecto, también queremos resaltar su colaboración en la resolución de los problemas planteados durante este proceso integral de formación que deja como producto esta tesis, la cual esperamos sea de utilidad para el desarrollo de conocimientos y generaciones pertenecientes a la comunidad que comprende la universidad ECCI.

Así mismo expresamos nuestra gratitud a los miembros del jurado por sus acertadas observaciones y sugerencias, las cuales tenían como propósito mejorar la calidad de esta investigación

Resumen

El rápido avance del cambio climático en ambientes urbanos ha forzado a todos los países a buscar alternativas para los combustibles de origen fósil con el fin de disminuir las emisiones de dióxido de carbono (CO_2). Una alternativa es la implementación del hidrotreatmento de aceites vegetales que da paso a la formación de bio-keroseno, bio-jet-fuel, bio-diésel y bio-gas. A partir de la captura del dióxido de carbono procedente de las plantas, que permite la obtención del aceite vegetal, generando de este modo un ciclo de origen renovable. Sin embargo, el estudio del hidrotreatmento requiere la implementación de una prueba de reacción catalítica que permita estudiar las condiciones de operación y los diferentes tipos de catalizador. La prueba de reacción química requiere de una técnica de caracterización de aceites y productos de reacción. El presente trabajo presenta la validación del método de destilación simple para la caracterización de aceites vegetales y combustibles líquidos obtenidos de pruebas catalíticas. La validación requirió la calibración de la temperatura, el flujo de nitrógeno, y la temperatura del fluido de control en el condensador. La calibración de la temperatura necesitó de tres sensores y un controlador de tipo proporcional integral derivativo (PID), mientras que el flujo de nitrógeno se fijó constante. Para el fluido de control dispuesto en el condensador se empleó una variación en su temperatura de acuerdo al estado de la muestra a condiciones de temperatura ambiente no superior a 40°C esto con el objetivo de retardar la solidificación del aceite destilado. La técnica permitió caracterizar por punto de ebullición el aceite vegetal de palma y soya, además de combustibles líquidos convencionales como gasolina y diésel.

índice de contenido

Objetivos	9
Objetivo General:	9
Objetivos Específicos:.....	9
Capítulo 1- Aspectos generales.....	10
1.1. Contexto de los biocombustibles	10
1.1.1. Clasificación de los biocombustibles.....	11
1.1.1.1. Biocombustibles de Primera generación	11
1.1.1.2. Biocombustibles de segunda generación	12
1.1.1.3. Biocombustibles de Tercera generación.....	12
1.1.1.4. Biocombustibles de Cuarta generación	12
1.2. Hidrotratamiento	13
1.3. Documentos de interés relacionados a la destilación para caracterización de aceites vegetales, petróleo e hidrocarburos.	13
Capítulo 2 – Desarrollo Experimental	15
2.1. Equipo de destilación	15
2.2. Variables consideradas durante la destilación	16
2.2.1. Control de temperatura	16
2.2.1.1. Registro de temperaturas en el montaje.....	16
2.2.1.2. Temperatura del condensador y cilindro receptor	16
2.2.2. Aislamiento térmico.....	16
2.2.3. Flujo de nitrógeno	16
2.2.4. Presión de vacío en los aceites vegetales.....	16
2.2.5. Propiedades medibles en la operación	17
2.2.5.1. Corrección de las temperaturas de destilación registradas	17
2.2.5.2. Corrección del Volumen total de pérdida a la presión atmosférica normal (101.3 kPa).....	17
2.2.5.3. Corrección del Volumen recuperado a la presión atmosférica normal (101.3 kPa)	17
2.2.5.4. Volumen de carga	18
2.2.5.5. Volumen evaporado.....	18
2.2.5.6. Volumen recuperado.....	18
2.2.5.7. Volumen de residuo	18
2.2.5.8. Volumen de pérdida.....	18
2.2.5.9. Punto de descomposición	18
2.2.5.10. Punto de ebullición inicial (IBP).....	19
2.2.5.11. Punto de ebullición final (EP o FBP).....	19

2.2.5.12. Pendiente de cambio de temperatura.....	19
2.2.5.13. Punto seco	19
2.3. Descripción destilación de aceites vegetales y combustibles líquidos	19
2.4. Condiciones de operación y propiedades medibles del proceso.....	20
2.4.1. Muestras de calibración y estandarización.....	20
2.4.2. Muestras para caracterización de Aceites vegetales	22
Capítulo 3 – Curvas de destilación programadas.....	24
3.1. Curva de destilación programada del agua	24
3.2. Curva de destilación programada de combustibles líquidos.....	24
Capítulo 4 – Destilación de Aceites vegetales	27
4.1. Curva de destilación del Aceite de palma refinado.	27
4.2. Curva de destilación del Aceite de soya	28
Capítulo 5.....	29
5.1. Conclusiones	29
5.2. Recomendaciones	29
Anexos	30
Capítulo 6.....	31
Referencias.....	31

Índice de figuras

<i>Figura 1. Variación Interanual, porcentual, tendencia y producción total de biocombustibles líquidos en el mundo [10].</i>	11
<i>Figura 2. Distribución porcentual de la producción de biocombustibles líquidos en el mundo en 2020 [10].</i>	11
<i>Figura 3. Reacciones de formación en el HDT de aceites vegetales.</i>	13
<i>Figura 4. Montaje equipo de destilación [25].</i>	15
<i>Figura 5. Curva de destilación del Agua.</i>	24
<i>Figura 6. Curva de destilación de la Gasolina.</i>	25
<i>Figura 7. Curva de destilación del Diesel.</i>	26
<i>Figura 8. Curva de destilación del aceite de palma refinada.</i>	27
<i>Figura 9. Curva de destilación del aceite de soya.</i>	28
<i>Figura 10. Certificado del IV ENITEQ 2023 [38].</i>	30

Índice de tablas

Tabla 1. Documentos de interés relacionados a la técnica de destilación	14
Tabla 2. Variables iniciales de operación para las curvas de estandarización.....	21
Tabla 3. Propiedades medibles de las muestras de calibración.	21
Tabla 4. Rangos de ebullición experimentales de la gasolina y diésel.	22
Tabla 5. Rangos de ebullición teóricos de la gasolina y diésel [33].	22
Tabla 6. Variables iniciales de operación para las curvas de los aceites vegetales.	22
Tabla 7. Propiedades medibles de los Aceites vegetales destilados.	23

Introducción

El estilo de vida contemporáneo requiere de fuentes de energía seguras y sostenibles, capaces de crecer con la población mundial y la demanda energética [1]. En la actualidad, las energías provenientes del crudo de petróleo abastecen hasta el 33% de la demanda energética mundial, pero a su vez es responsable del 75% total con respecto a las emisiones de gases a nivel global de efecto invernadero y cerca del 90% de las emisiones que comprende el dióxido de carbono. Sin embargo, de acuerdo a las proyecciones realizadas para el año 2050 se denota que el abastecimiento energético solo podrá ser soportado mediante la implementación de fuentes de energía renovables, que a su vez tengan como propósito contribuir al desligamiento de un sistema limitado al uso del petróleo como fuente de energía [2, 3].

Para alcanzar esta meta es necesario invertir en el desarrollo tecnológico de procesos que permitan el escalamiento industrial para la producción de combustibles líquidos provenientes de fuentes renovables, tal como lo es la síntesis de biocombustibles a partir de aceites vegetales ya que debido a la evolución de procesos como lo es el Hidrotratamiento, cuando se emplea una grasa o un aceite da paso a la obtención de una mezcla de parafinas e isoparafinas aptas para la sustitución del diésel el cual recibe el nombre de diésel renovable y es considerado una alternativa de calidad superior en comparación a la del biodiésel convencional [4].

El presente proyecto de investigación comprende los resultados obtenidos durante el desarrollo experimental para la caracterización de aceites vegetales y combustibles líquidos mediante la técnica de destilación simple fundamentada bajo la norma ASTM D86, que permite caracterizar de manera práctica y sencilla la muestra de acuerdo a sus puntos de ebullición, a su vez la literatura reporta la cromatografía de gases, espectrometría de masas, espectroscopía infrarroja para la caracterización de los productos de reacción provenientes del hidrotratamiento.

El primer capítulo comprende una revisión en función de la producción de biocombustibles con respecto a la última década (2012-2012), en el cual se menciona la variación interanual que supone su producción, así como también la participación porcentual de los principales países productores. Posteriormente se plantea el concepto de hidrotratamiento y en que consiste el proceso, por último, se propone una revisión bibliográfica asociada a la destilación para la caracterización de aceites, petróleo e hidrocarburos.

El segundo capítulo describe el montaje del equipo de destilación en donde se mencionan algunos parámetros de control sobre el acondicionamiento del balón de destilación, los indicadores de temperatura y las variables del agua con respecto a la temperatura del condensador. Posteriormente se mencionan las variables medibles a considerar durante la destilación y los cálculos necesarios para analizar los resultados, según lo indicado por la norma ASTM D86.

El capítulo tres muestra las curvas de destilación de las mezclas estándar empleadas en la investigación, con el propósito de evaluar el comportamiento de los parámetros de operación previos a la destilación del aceite vegetal y darle validez a la prueba de destilación. En este capítulo, también se presentan las variables corregidas en función de la presión atmosférica exigida por la norma y la proyección de las gráficas que evidencian el comportamiento del perfil de temperatura con respecto al porcentaje del volumen destilado.

Finalmente, en el capítulo cuatro se concluye la parte experimental de la caracterización de los aceites vegetales comúnmente empleados en el hidrotratamiento, como lo son el aceite de soya

y palmiste para los cuales se realiza el correspondiente análisis relacionado con las condiciones de operación implementando una variación en la técnica de destilación con respecto al uso de una corriente inicial de nitrógeno o al vacío. Además, se evalúa el punto de descomposición de las mezclas y el rendimiento de la destilación a el ensayo más óptimo con respecto al volumen recuperado de la muestra.

Objetivos

Objetivo General:

Implementar la técnica de destilación simple para aceites vegetales y combustibles líquidos, de acuerdo con la norma ASTM D-86, para el estudio de productos de reacción de HDT de aceites vegetales.

Objetivos Específicos:

- Realizar el montaje de destilación simple de aceites vegetales y combustibles líquidos de acuerdo con la norma ASTM-D86
- Caracterizar los aceites vegetales y grasas más empleadas para el HDT de acuerdo con la bibliografía actual.
- Caracterizaciones combustibles líquidos, de acuerdo con la norma ASTM-D86

En este capítulo se presenta en primer lugar el contexto a nivel mundial que supone la producción de los biocombustibles durante el transcurso de la última década, así como también se expone de manera porcentual los cinco países productores que se destacan del resto del mundo, seguido a esto se describe el modo en el que se clasifican los biocombustibles a partir de la materia prima que se utiliza, así como también el proceso que permite su conversión.

Teniendo en cuenta la relación que establece nuestro proyecto de investigación y a modo de complementación se establece el hidrotreamiento como un factor clave a considerar. Finalmente, el capítulo concluye con una revisión de tres documentos que emplean la técnica de destilación para la caracterización de aceites vegetales, petróleo e hidrocarburos

1.1.Contexto de los biocombustibles

El creciente interés por el desarrollo de diversas fuentes de energía que permitan contrarrestar los efectos ambientales limitados al uso del petróleo como combustible para motores de combustión interna y de compresión, se fundamenta principalmente en dos razones: La primera radica en el aumento desahogado de las emisiones de los gases de efecto invernadero que se relacionan con el dióxido de carbono (CO₂), y la segunda considera el escenario en el que se presenta una crisis energética, derivada del aumento en la demanda de los combustibles fósiles y de la escasez a nivel mundial de las reservas de petróleo [5, 6].

El panorama actual revela que los biocombustibles son considerados como un precursor para contribuir a la tendencia actual de la descarbonización, partiendo de considerar el aceite vegetal hidrotreadado (AVH) como también el bioetanol y los biocombustibles sintéticos para ser implementados como sustitutos en motores de combustión interna. En todos los escenarios, se espera que los biocombustibles desempeñen un papel que sea capaz de crecer con la población mundial y se adapte a la demanda energética, desempeñándose en los sectores que suponen una mayor dificultad al abordar la reducción de emisiones que corresponden a el sector de la aviación y el transporte pesado por carretera.

Se espera que para el año 2050 la fracción que corresponde a la demanda energética de biocombustibles pueda situarse entre el 7% y el 37% dependiendo de los niveles de ambición que comprende el cero neto en todos los países. Sin embargo, dado que la disponibilidad de materia prima para la producción de aceites vegetales puede llegar a ser limitada se prevé una conversión orientada al uso de cultivos de bajo cambio directo en el suelo ya que para satisfacer esta demanda será necesario considerar el uso de otras materias primas además de los aceites y los azúcares incluidos en los biocombustibles renovables de origen no biológico y materiales lignocelulósicos [7].

Cerca del 77% de los biocombustibles se basan en aceites vegetales, siendo el 37% aceite de canola, 27% aceite de soya y 9% aceite de palma y solo el 23% corresponde a aceites vegetales residuales. Con respecto a la última década (2012-2021) de acuerdo con la gráfica, que corresponde a la Figura 1, se expresa en color verde la producción de bioetanol y de igual manera el color amarillo refiere a la producción del biodiesel, también se puede observar como indica la línea azul la variación interanual de los biocombustibles durante este periodo. En donde a su vez se evidencio un crecimiento acumulado del 41% con una variación interanual del -7 % y 8% interpretando una producción que se ubicó en torno a los 151.000.00 m³ debido

a los efectos de la pandemia. En el año 2021 la producción mostró un incremento interanual del 4 %, ubicándose en torno a los 157 000 000 m³ [8, 9, 10].

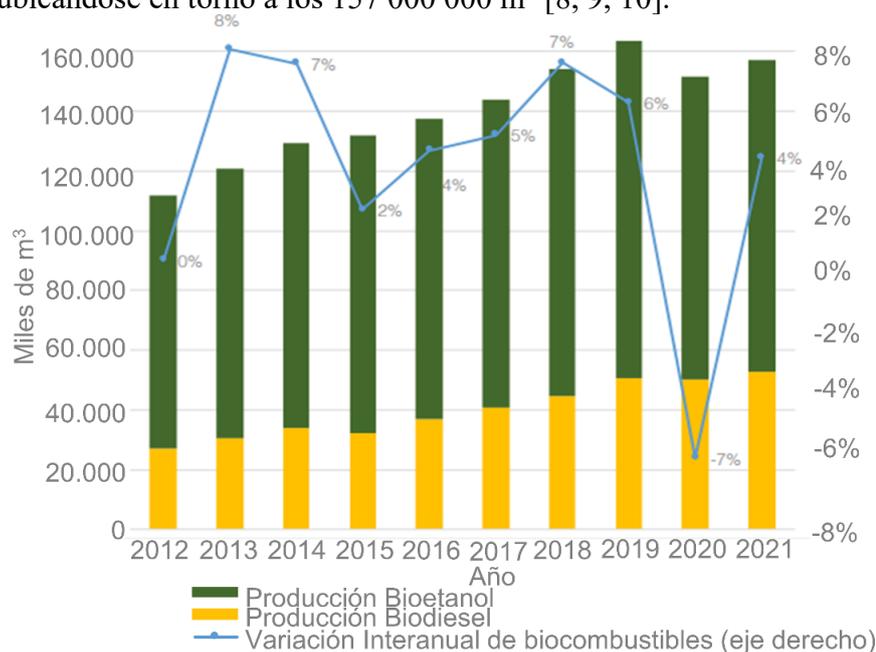


Figura 1. Variación Interanual, porcentual, tendencia y producción total de biocombustibles líquidos en el mundo [10].

Para esta misma década (2011-2020) de acuerdo con el gráfico expresado en la Figura 2, se destaca Estados Unidos (41%), Brasil (26%), Indonesia (5%), China (3%) y Alemania (3%) en ser los cinco países productores de biocombustibles líquidos. El 22% restante se distribuye entre los demás países del mundo con una participación destacada de Tailandia, Francia, India, Canadá y Argentina [10].

■ Estados Unidos ■ Brasil ■ Indonesia ■ Alemania ■ China ■ Resto del mundo

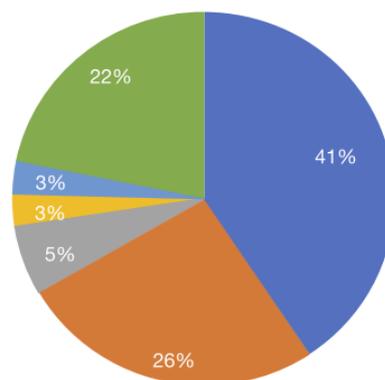


Figura 2. Distribución porcentual de la producción de biocombustibles líquidos en el mundo en 2020 [10].

1.1.1. Clasificación de los biocombustibles

1.1.1.1. Biocombustibles de Primera generación

Los biocombustibles de primera generación son aquellos que carecen de complejidad tecnológica, derivados a partir de la biomasa designada para la producción de cultivos agrícolas los cuales se caracterizan por tener un alto contenido de almidón, azúcares y aceites de origen

vegetal, animal o residual. A su vez estos parámetros representan una limitación asociada a la disponibilidad de tierras para su obtención.

La producción de este tipo de biocombustibles se lleva a cabo mediante la técnica de transesterificación o esterificación de muestras con un alto contenido de almidón, azúcares y triglicéridos siendo un ejemplo de esto, la caña de azúcar, la soja, el maíz. Es una reacción de tres pasos sucesivos que se da entre una grasa-aceite y un alcohol, dando paso a la formación de esteres metálicos pertenecientes ácidos grasos que componen el biodiésel y la formación de glicerina como subproducto. Es una reacción reversible que requiere de la adición en exceso de un alcohol para desplazar el equilibrio hacia la formación de los productos, permitiendo la conversión de los triglicéridos. A nivel general implementa un alcohol de cadena corta (etanol / metanol), y su vez entre los distintos catalizadores estos pueden ser homogéneos tal como los son el hidróxido de potasio (KOH) o el hidróxido de sodio (NaOH), ya que sus condiciones de operación son más moderadas al ser menos corrosivos [11, 12, 13].

1.1.1.2. Biocombustibles de segunda generación

Los biocombustibles de segunda generación se derivan de desechos agroindustriales y residuos sólidos urbanos con un alto contenido de biomasa lignocelulósica, a su vez no compiten con la producción de alimentos y su conversión supone una alta complejidad tecnológica en comparación a los biocombustibles de primera generación. A modo de ejemplo se destacan procesos como la fermentación y Fischer-Tropsch, los cuales consisten en la gasificación del carbón y de la materia lignocelulósica para posteriormente dar paso a la síntesis de algún combustible líquido como lo es el etanol o metanol a partir de la intersección del monóxido de carbono (CO) y el hidrogeno (H) en donde se espera que no existan componentes como el metano (CH₄) o hidrocarburos (alquitranes) que suelen formarse en procesos de gasificación a baja temperatura (900°C). Ante esta situación es necesario transformar el gas producido a uno de síntesis que sea de utilidad en el proceso [14, 15].

1.1.1.3. Biocombustibles de Tercera generación

Los biocombustibles de tercera generación son aquellos que proceden del aprovechamiento de los carbohidratos presentes en el aceite de las algas y microalgas de origen acuático. Se caracterizan por tener un crecimiento acelerado y su potencial energético, su interés radica en que presenta una alta fijación del CO₂ en comparación con los cultivos terrestres convencionales, lo que permite la conversión del carbono en forma de lípidos y carbohidratos que permiten la síntesis de biodiesel y bioetanol respectivamente de manera similar a los procesos empleados en los biocombustibles de primera y segunda generación [16].

1.1.1.4. Biocombustibles de Cuarta generación

Simbolizan el concepto de bioenergía mediante el almacenamiento de CO₂ o alguna otra fuente de carbono a partir de bacterias modificadas genéticamente implementando ingeniería metabólica, con el propósito de evitarla inhibición de la síntesis de la biomasa con la captura y almacenamiento del CO₂, siendo estas las encargadas en su totalidad de llevar a cabo en su totalidad el procesamiento de los biocombustibles. Se encuentran principalmente limitados por la disponibilidad de la biomasa y la tecnología que restringe su aplicación a escala industrial [17, 18].

1.2. Hidrotratamiento

El hidrotratamiento (HDT) comprende la eliminación de impurezas a partir de la interacción del hidrógeno con heteroátomos siendo el azufre (S), nitrógeno (N) y oxígeno (O) presentes en el refinado de petróleo, aceites vegetales o grasas, en presencia de un catalizador heterogéneo, bajo condiciones elevadas de temperatura y presión [19]. El HDT que comprende a los triglicéridos se efectúa a partir de tres rutas simultáneas tal como se evidencia en la Figura 3. En donde se lleva a cabo la saturación de los dobles enlaces contenidos en las cadenas del ácido graso mediante la adición del hidrogeno, el cual posteriormente fractura el triglicérido saturado produciendo tres cadenas de ácidos grasos y una molécula de propileno que se hidrogena y se convierte a propano finalmente los ácidos grasos son hidroconvertidos dando paso a la formación de la reacción de descarboxilación, en donde una molécula de CO₂ se libera por cada enlace éster del triglicérido hidrogenado, seguido a esto está la descarbonilación que produce una molécula de CO₂ y agua (H₂O) por cada molécula de parafina formada y la tercera reacción corresponde a la hidrodesoxigenación (HDO) en donde dos moléculas de agua se liberan por cada enlace éster formado manteniendo el número de carbonos que posee el ácido graso previo a su conversión [20, 21].

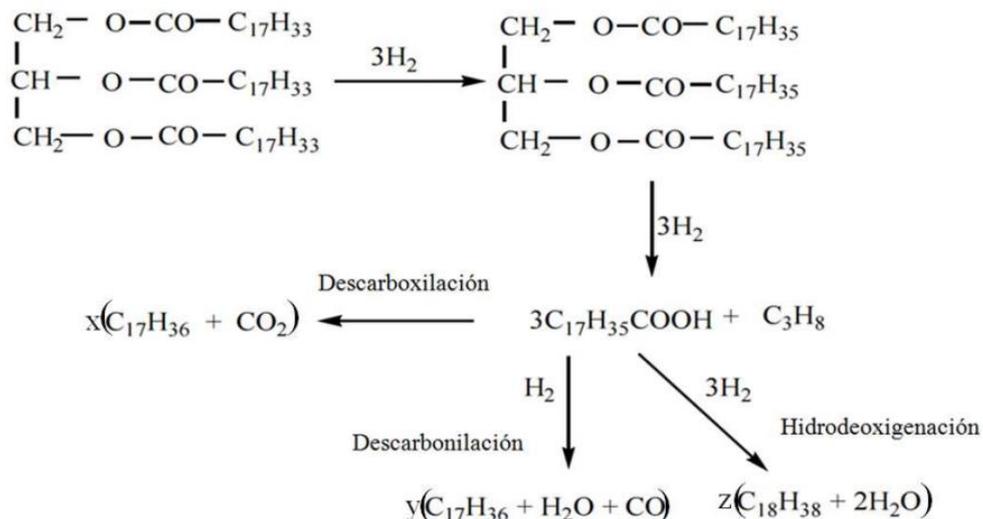


Figura 3. Reacciones de formación en el HDT de aceites vegetales

1.3. Documentos de interés relacionados a la destilación para caracterización de aceites vegetales, petróleo e hidrocarburos.

El presente apartado corresponde a tres documentos tomados de diversas fuentes de información los cuales se relacionan a la implementación de la técnica de destilación para caracterizar aceites vegetales, petróleo e hidrocarburos evidenciados en la Tabla 1.

Tabla 1. Documentos de interés relacionados a la técnica de destilación

Titulo	Entidad/revista	Autor	Año	Resumen
Efecto pirolítico de los sólidos en suspensión de destilados primarios en representación de crudo maya por moléculas modelo.	Universidad Autónoma Metropolitana - Azcapotzalco	Jesús Noriega, Lorena Ramírez, Pavel Rizo Acosta, José Ángel Dávila Gómez	2019	Se establece una representación de los destilados primarios provenientes del crudo Maya empleando la técnica de destilación diferencial, el análisis de las muestras se llevó a cabo mediante el método PIONA (Análisis de iso-y n-Parafinas, Naftenos, iso- y n-Olefinas y Aromáticos), el cual requirió de la adición de reactivos y solidos en suspensión cuyo propósito era dar paso a la formación de una mezcla modelo. El desarrollo de las curvas de destilación, se realizó mediante una variación en la recirculación de las fracciones, esto con el objetivo de establecer una comparación entre las mismas, orientadas en la información que proporciona el craqueo térmico, cuando se alcanza el punto de pirolisis bajo la influencia de los sólidos en suspensión presentes en la muestra [22].
Cortes de destilación estrechos para una mejor caracterización del crudo de petróleo: Una visión sobre los heteroátomos en las moléculas de fracción pesada	Revista Internacional de Tecnología del Gas y del Carbón	Muller Hendrik Saleem, Qasim	2019	Un crudo árabe ligero fue separado mediante la técnica de destilación en 27 fracciones dando como resultado la formación de 25 cortes estrechos, los cuales fueron caracterizados implementando métodos estándar y en donde las propiedades obtenidas coincidían por las indicadas por el software H/CAMS (Gestión integral del ensayo de crudo) interpretando de este modo que la operación de destilación fue éxitos, seguido a esto también se implementó la Espectroscopia de RMN de 13C como información de apoyo para identificar las estructuras de los compuestos que contienen azufre y nitrógeno en todo el rango que involucro la temperatura de ebullición del petróleo crudo [23].
Esterificación, destilación y caracterización química de aceites biológicos y sus fracciones	Combustibles Energéticos	Maria J. Suota, Edesio L. Simionatto, Vinicyus	2019	A partir de un estudio previo en donde se obtuvo una muestra de Bio-petróleo crudo (CBO) de pirolisis rápida mediante la acción del aceite de cocina residual (WCO), el cual fue sometido a diferentes temperaturas y tiempos de residencia durante el proceso. Las muestras obtenidas se caracterizaron en función de métodos fisicoquímicos, dando como resultado un material acido, viscoso y aromático, al cual fue sometido a la reacción de esterificación con el propósito de reducir la acidez del CBO en un 95%. Posteriormente el CBO fue destilado por puntos de ebullición de acuerdo a las muestras de gasolina y diésel, dando como resultado la obtención de fracciones más ligeras y pesadas con un rendimiento que comprende el 30% y 50% [24].

El capítulo dos comprende una revisión de la Norma ASTM D86 con el objetivo de identificar los parámetros que influyeron durante la operación. En primer lugar, se establece de manera grafica los equipos que comprende el montaje con su correspondiente definición, seguido a esto se describen las variables que se consideraron para la interpretación de los datos, así como también se detalla en que consistió la metodología para cada muestra que se destilo y por último se mencionan las condiciones de operación.

2.1. Equipo de destilación

En la Figura 4, se presenta de manera grafica los equipos que comprenden el montaje de destilación en función de la norma ASTM D86.

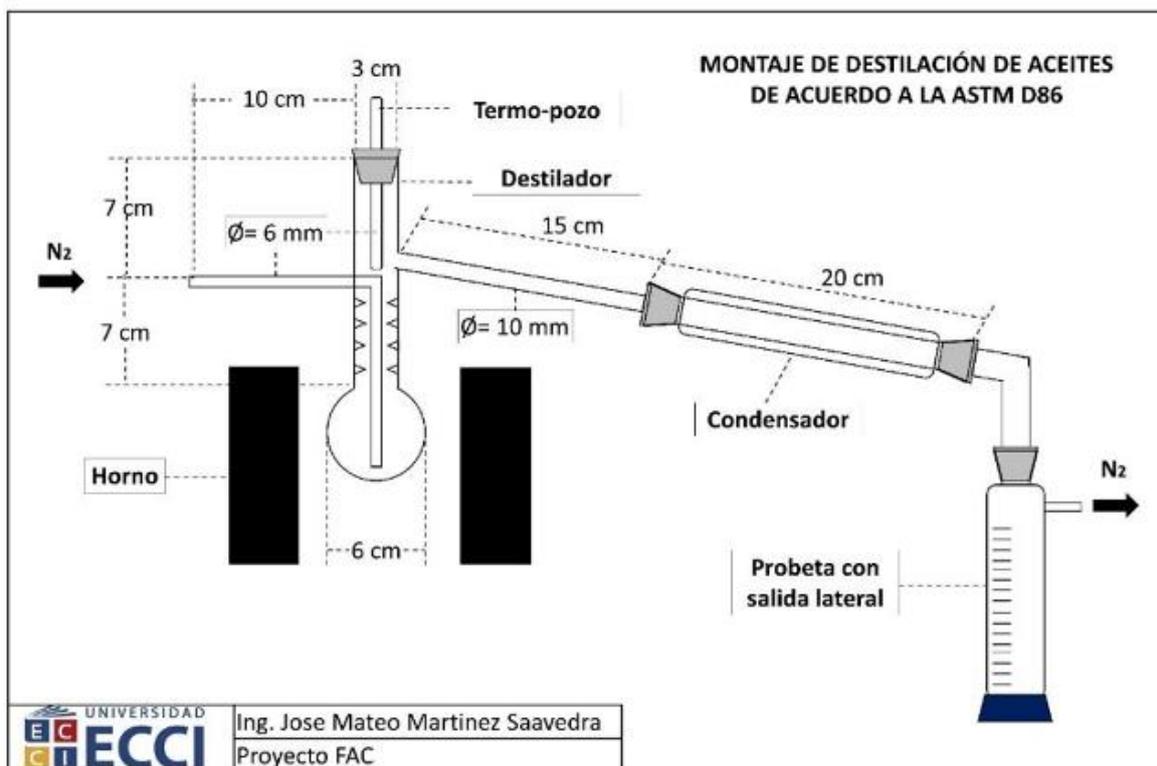


Figura 4. Montaje equipo de destilación [25].

En primer lugar, se establece un horno conectado a un controlador tipo PID de temperatura que registra la temperatura del horno y la del termopar ubicado al interior del balón. El uso simultáneo de dos indicadores de temperatura permite establecer un límite en el incremento de la temperatura en función del punto de ebullición del aceite siendo esta no superior a 400 °C. También se cuenta con un termopar tipo K que registra la temperatura de los vapores generados durante la condensación ubicado en el termo pozo del balón de destilación.

El condensador funcionó con agua que era impulsada por una bomba de agua pequeña de acuario lo cual permitió el intercambio de calor mediante la circulación del agua. Dependiendo del estado a condiciones de temperatura ambiente para la muestra a emplear el fluido de control deberá mantenerse a temperaturas menores a 40°C esto con el objetivo de retardar la posible solidificación del destilado durante su fase de condensación.

2.2. Variables consideradas durante la destilación

2.2.1. Control de temperatura

2.2.1.1. Registro de temperaturas en el montaje

Durante el proceso de prueba, la temperatura se registra en tres zonas diferentes del equipo de destilación. La primera ubicada en las paredes internas del horno permite el control de la temperatura de calentamiento del horno. La segunda ubicada en la superficie externa de la base del balón medía la temperatura del líquido a destilar, y la última ubicada en la parte superior de la muestra líquida en el balón registraba la temperatura de los vapores generados.

2.2.1.2. Temperatura del condensador y cilindro receptor

La temperatura del líquido refrigerante en el condensador es una variable crítica que si no se controla puede llevar al taponamiento del sistema por aceites vegetales que se solidifican. También, estos aceites se deben someter a un precalentamiento para que cambien a fase líquida. Adicionalmente, es importante sumergir el cilindro receptor por encima de la línea de escala de 100 mL en un baño refrigerante a temperatura aproximada de 40°C. Esto evita convertir la muestra en estado sólido en cualquier zona del equipo de destilación y obtener un mayor porcentaje de volumen recuperado [26].

2.2.2. Aislamiento térmico

Es importante cubrir el balón de destilación, en compañía del medidor de temperatura termopar tipo K y el horno con tela de fibra de vidrio para evitar la mayor cantidad de transferencia de calor hacia el exterior y mantener la temperatura en el proceso de evaporación [27].

2.2.3. Flujo de nitrógeno

El flujo de nitrógeno es medido con una bureta de 50 mL, donde mediante burbujas de jabón se puede medir la velocidad transversal del nitrógeno pasando a través de la bureta. Entonces, con la velocidad y el área transversales de la bureta se determinó el flujo volumétrico usando la siguiente ecuación:

$$\frac{\dot{Q}}{A} = \bar{v}$$
$$\frac{1.1156 * 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}}{\pi * \left(\frac{0.01\text{m}}{2}\right)^2} = 0.0142\text{m/s}$$

Ecuación (1)

2.2.4. Presión de vacío en los aceites vegetales

Durante las diferentes pruebas experimentales se evidenció que con la velocidad de flujo inicial de nitrógeno no es suficiente el arrastre del vapor de la muestra y por consiguiente no se obtiene un volumen total recuperado de destilado cercano al 100%. Para mejorar la destilación, se cerró el suministro de nitrógeno y se decidió trabajar en vacío lo que permitió aumentar el porcentaje de volumen final en la probeta y disminuir el tiempo de residencia del aceite vegetal en calentamiento, lo cual evitó la pirolisis de los aceites a destilar.

2.2.5. Propiedades medibles en la operación

La norma ASTM-D86 describe el procedimiento de la destilación simple de aceites y combustibles líquidos. En ella se consigna que hay propiedades que deben ser corregidas debido a los cambios de presión en el interior del sistema, a medida que la temperatura al interior del balón aumenta. Entre estas variables se encuentran: el volumen total de pérdida, el volumen recuperado, el volumen de carga entre otras variables del proceso, deben ser corregidas. Esto es debido a que durante la experimentación hay algunas variables cuya medición no es correcta por la naturaleza del equipo [26]. A continuación, se muestra una descripción detallada de las variables a corregir según la norma ASTM-D86.

2.2.5.1. Corrección de las temperaturas de destilación registradas

El punto de ebullición de los líquidos corresponde a su cambio de fase a gas y ocurre cuando la presión de vapor de la muestra que se escapa del líquido es igual a la presión atmosférica del ambiente, por lo cual es necesaria la corrección de temperatura después de su registro para obtener la lectura correcta de su “temperatura de ebullición normal” cuando el equipo de destilación no opera en condiciones de presión correspondiente a 1 atm [28].

Por esta razón, se debe realizar la corrección de presión para llevar las lecturas de temperatura de ebullición a condiciones atmosféricas de 101.3kPa; mediante la expresión algebraica de Sidney Young [26].

$$C_c = 0.0009(101.3 - P_k)(273 + t_c)$$

T_c : Temperatura observada (°C)
 P_k : Presión del lugar de la Prueba (kPa)

Ecuación (2)

2.2.5.2. Corrección del Volumen total de pérdida a la presión atmosférica normal (101.3 kPa)

Este volumen corresponde a la diferencia entre el volumen de carga inicial y el volumen recuperado o destilación obtenido en el cilindro receptor.

Debido a que la presión exterior del ambiente altera el punto de ebullición de la mezcla; se debe modificar el volumen de pérdida una vez se haya corregido las lecturas de temperatura a la presión atmosférica; mediante la siguiente ecuación [26].

$$L_c = 0.5 + (L - 0.5) / \{1 + (101.3 - P_k) / 8.00\}$$

L : Volumen de pérdida observado (mL)
 P_k : Presión del lugar de la Prueba (kPa)

Ecuación (3)

2.2.5.3. Corrección del Volumen recuperado a la presión atmosférica normal (101.3 kPa)

Es el volumen condensado, que se obtiene una vez finalizado el proceso de destilación y que está asociado a un registro de temperatura en simultaneo que se realiza por cada mililitro destilado.

A razón de que la propiedad sobre el punto de ebullición de la mezcla se afecta por la presión del lugar, las temperaturas deben estar corregidas a una presión atmosférica de 101.3 kPa; con el propósito de obtener los valores necesarios para su cálculo; mediante la ecuación 4 que

comprende la diferencia entre el volumen de pérdida y su cálculo corregido; sumado a él volumen recuperado [26].

$$R_c = R + (L - L_c)$$

R=Volumen recuperado (mL)
L=Volumen de pérdida (mL)
L_c=Volumen de pérdida corregido (mL)

Ecuación (4)

2.2.5.4. Volumen de carga

En el proceso de la caracterización de los aceites vegetales y combustibles líquidos se manejó un volumen de carga inicial de 30 mL.

2.2.5.5. Volumen evaporado

Este corresponde a la suma del volumen recuperado y el volumen de pérdida; los cuales se obtienen una vez finalizado el proceso de destilación [26].

2.2.5.6. Volumen recuperado

Volumen de condensado que se observa en el cilindro receptor una vez registrada la última gota de destilación [26].

2.2.5.7. Volumen de residuo

Es una pequeña porción del volumen de la muestra de aceite vegetal que se observa en el balón de destilación una vez finalizada la operación. Esto debido al fenómeno del punto de descomposición de la mezcla que ocurre experimentalmente cuando se evidencia una variación irregular en el descenso de la temperatura; es allí en donde no se observa más volumen destilado [26].

2.2.5.8. Volumen de pérdida

Este hace referencia a las consideraciones de retención dinámica y pérdida frontal que suceden en la operación. Esto se evidencia cuando una parte del volumen de la muestra líquida se encuentra estancado entre la intersección del brazo del balón y el condensador o también es el vapor presente en el matraz de destilación que no se alcanza a condensar, una vez finalizada la operación [26]. Su cálculo depende del volumen inicial alimentado restado a la sumatoria del volumen recuperado y el residuo observado en el balón de destilación.

2.2.5.9. Punto de descomposición

También denominado descomposición química; es la pirolisis de los aceites vegetales que se origina ante la ausencia de oxígeno y por función de la temperatura hay un craqueo de la molécula original que producen moléculas más pequeñas con menores puntos de ebullición [29].

Es así como durante el proceso experimental se evidencia una variación irregular en el registro de la temperatura de los vapores cuando esta empieza a descender.

2.2.5.10. Punto de ebullición inicial (IBP)

Es el inicio de la lectura de temperatura cuando cae la primera gota de destilación de la muestra en el cilindro receptor [26].

2.2.5.11. Punto de ebullición final (EP o FBP)

Es la finalización de la lectura de temperatura cuando se obtiene la última gota de destilación de la muestra en la probeta [26].

2.2.5.12. Pendiente de cambio de temperatura

Es el cambio de la lectura de temperatura correspondiente al porcentaje de volumen recuperado identificado con unidades de °C/%. Esta variable representa la derivada de la temperatura de ebullición según el cambio sobre el porcentaje de volumen destilado. Entonces su comportamiento muestra los picos donde hay ebullición de algún componente de la mezcla. Estos picos hacen referencia a la tasa a la que cambia la temperatura entre su punto más frío al más caliente en relación con su respectivo porcentaje de volumen recuperado.

Para el cálculo de la pendiente de cambio de temperatura se realiza con la ecuación 5, la cual relaciona la diferencia de la temperatura más alta a la más baja registrada entre la diferencia del porcentaje de volumen destilado a dichas temperaturas [29].

$$S_c(\text{or } S_F) = (T_U - T_L)/(V_U - V_L)$$

T_U = Es la temperatura más alta (°C)

Ecuación (5)

T_L = Es la temperatura más baja (°C)

V_U = es el % de volumen recuperado o evaporado correspondiente a T_U

V_L = es el % de volumen recuperado o evaporado correspondiente a T_L

2.2.5.13. Punto seco

Es la lectura de temperatura corregida a la presión atmosférica normal de ebullición de la muestra que pertenece a la última gota de destilación que se recolecta en el cilindro receptor.

2.3. Descripción destilación de aceites vegetales y combustibles líquidos

El método de destilación simple empleado en la presente investigación se fundamentó en la norma ASTM D86, la cual comprende la destilación atmosférica para productos derivados del petróleo y combustibles líquidos con el objetivo de determinar cuantitativamente las características implícitas en los intervalos de temperatura asociados a los puntos de ebullición presentes en las muestras a emplear.

Con el propósito de evitar la dispersión de la temperatura proveniente de la fuente de calor se efectuó un aislamiento térmico, empleando una capa moderada de fibra de vidrio. De igual manera, se aisló el balón, y el termo pozo. Seguido a esto, fueron ubicados los correspondientes indicadores de temperatura de tal manera que establecieran contacto directo sobre los tres puntos a monitorear (termo pozo, balón y horno).

Previo a la operación de destilación se llevó a cabo la determinación del flujo de nitrógeno a emplear. El flujo de nitrógeno se midió usando una bureta graduada de 50 mL llena en la parte inferior con una mezcla espumosa de agua con jabón. El paso del nitrógeno a través del jabón formara burbujas que se desplazarán en dirección al flujo, permitiendo registrar el tiempo y volumen que le toma a la burbuja circular antes de que se disperse.

Una vez configurado el flujo, una muestra líquida de aceite a destilar de 30 mL se añadió al balón junto con perlas de ebullición que sirven para mejorar la distribución de calor en su interior. Después, se ubicó la termocupla en el termopozo del interior del balón, se conectó al indicador, y se inició la operación. Debido a que la toma de muestras fue manual, fue importante considerar las temperaturas de ebullición esperadas según la literatura, ya que a esas temperaturas deberían empezar a acumularse las primeras gotas de destilado. La temperatura de ebullición se registraba por cada mililitro de aceite destilado. El volumen se registró en función de la temperatura de ebullición de los aceites con ayuda de una probeta de 50 mL que recibía el aceite destilado. Algunos aceites al ser sólidos a condiciones ambiente deben ser precalentados a temperaturas alrededor de los 40 °C en el orden de poder manipularlos con mayor facilidad. Cuando el volumen inicial no es igual al recolectado y se registra un descenso abrupto en la temperatura de destilado, es porque la muestra empezó a descomponerse térmicamente.

Algunas observaciones que se pudieron identificar en cuanto a la descomposición térmica de la muestra radican en primer lugar en la carbonización del aceite, operación que se le atribuye al punto de inflamación y combustión al soportar elevadas temperaturas por debajo de su punto de ebullición [30], brindándole a la muestra residual contenida en el balón una tonalidad oscura. Durante esta etapa se pudo observar el desprendimiento de un gas que contenía agua, hidrocarburos, dióxido de carbono y demás sustancias orgánicas [31].

Como segunda observación se establece que al haber efectuado una variación en la medición de la muestra da como resultado la presencia de una incertidumbre que repercute en el manejo inadecuado del instrumento implementado que sobrepasa o difiere del volumen necesario para realizar la operación. El tercer factor comprende los puntos de ebullición para los compuestos volátiles del aceite que se encuentran a una menor concentración y son los que mayor afectación provocan en el aroma del aceite [32].

Si al final de la destilación se evidencia muestra retenida en el condensador, este deberá maniobrase de tal forma que caiga en la probeta para poder complementar la interpretación del volumen. Finalmente se apagan los controladores y se cierra el flujo de nitrógeno.

2.4. Condiciones de operación y propiedades medibles del proceso

2.4.1. Muestras de calibración y estandarización

La calibración del método de destilación se llevó a cabo con el objetivo de tener certeza de los datos obtenidos de los instrumentos de medición de temperatura. Para esto se utilizó como sustancia patrón el agua. La calibración se llevó a cabo usando las mismas condiciones de presión (50.65 kPa) y la velocidad de flujo de nitrógeno (0.0142 m/s) medidos previamente. Además, el agua de condensación se trabajó a temperatura ambiente y se usó un volumen inicial de carga de la muestra en el balón de 30 mL junto con las perlas de ebullición.

En la Tabla 2 se presentan todas las variables iniciales de operación para las curvas de estandarización relacionadas con el agua y a las muestras de combustibles líquidos; que se trabajaron según las condiciones requeridas de presión, temperatura del lugar y variables de operación del equipo.

Tabla 2. Variables iniciales de operación para las curvas de estandarización

Variables	Muestras
	Agua -Diesel -Gasolina
Presión ambiente (kPa)	50.65
Temperatura ambiente (°C)	17
Velocidad Flujo nitrógeno (m/s)	0.0142
Temperatura condensador (°C)	14
Temperatura Probeta (°C)	17

En la Tabla 3 se describe los datos experimentales obtenidos en la destilación de las tres muestras de calibración y estandarización (Agua, Diesel, Gasolina). Donde en el apartado de destilaciones programadas se verá a más detalle su análisis.

Tabla 3. Propiedades medibles de las muestras de calibración.

Propiedades medibles	Muestras y N° de ensayos								
	Agua		Diesel			Gasolina			
	1	2	1	2	3	1	2	3	
V. Carga (mL)	30	30	30	30	30	30	30	30	
P. Descomposición (°C)	100.0	100.0	221.6	261.3	221.6	123.3	122.2	114.9	
Punto seco (°C)	100.0	100.0	216.3	243.5	221.6	131.6	125.4	119.1	
EP (°C)	100.0	100.0	216.3	243.5	221.6	131.6	125.4	119.1	
IBP (°C)	90.9	91.9	96.0	67.9	85.6	52.2	48.0	44.9	
Evaporado (mL)	30	30	30	30	30	30	30	30	
Recuperado (mL)	30	30	27	30	27	25	25	25	
Recuperado corregido (mL)	29.6	29.6	29.2	29.6	29.2	28.9	28.9	28.9	
Residuo (mL)	0	0	0	0	0	0	0	0	
Recuperación total (mL)	30	30	27	30	27	25	25	25	
Perdida Corregida (mL)	0.4	0.4	0.8	0.4	0.8	1.1	1.1	1.1	
Tasa de cambio (°C/%)	8.2	7.8	162.1	196.7	223.3	99.3	91.6	91.5	

Por otro lado, debido a que las muestras utilizadas de gasolina y diésel provienen de una estación de combustible colombiana. Estas muestras son mezclas de compuestos orgánicos derivados de la refinación del petróleo con 10% de etanol en volumen; esto quiere decir que no tienen un punto de ebullición fijo, sino más bien un rango de ebullición que varía en cuatro diferentes porcentajes de volumen recuperado mediante el método de caracterización por destilación simple de la norma ASTM-D86. A continuación, en la Tabla 4 se presentan los rangos de temperatura de ebullición de las mezclas obtenidas experimentalmente en relación con su punto de ebullición inicial, final y los respectivos porcentajes de volumen destilado. Además, en la Tabla 5 se representa las temperaturas de ebullición teóricas de las mezclas según el Informe final para caracterización de combustibles de la Universidad Nacional de Colombia. Esto con el objetivo de comparar y analizar sus datos en el capítulo 3 [33].

Tabla 4. Rangos de ebullición experimentales de la gasolina y diésel.

		Muestras	
		Gasolina corriente	Diesel
Código		PCML – 022	PCML – 026
Norma destilación		ASTM D 86	
Análisis	IBP (°C)	44.9 – 52.2	67.0 – 96.09
	10% recobrado (°C)	50.1 – 59.5	120.14 – 130.6
	50% recobrado (°C)	84.6 – 98.2	205.88 – 215.3
	70% recobrado (°C)	103.4 – 109.7	219.47 – 245.6
	90% recobrado (°C)	-	216.33 – 243.5
	FBP (°C)	119.1 - 131.6	216.33 – 243.5

Tabla 5. Rangos de ebullición teóricos de la gasolina y diésel [33].

		Muestras	
		Gasolina corriente	Diesel
Código		PCML – 022	PCML – 026
Norma destilación		ASTM D 86	
Análisis	IBP (°C)	43.9	100.7
	10% recobrado (°C)	56.1 – 70.0	-
	50% recobrado (°C)	77.0 – 121.0	285.6 – 300.0
	70% recobrado (°C)	119.0	-
	90% recobrado (°C)	159.6 – 190.0	350.6 – 360.0
	FBP (°C)	200.3 – 225.0	369.9 – 390.0

2.4.2. Muestras para caracterización de Aceites vegetales

El uso de perlas de ebullición ayudo a distribuir mejor el flujo del nitrógeno en el interior del balón y a mantener constante la temperatura en el volumen de carga y las temperaturas correspondientes al agua del condensador y de la superficie externa de la probeta. Estas variaciones alteran significativamente el resultado de las curvas de destilación de los aceites vegetales. En la Tabla 6 se presentan las variables iniciales de operación para las curvas de destilación de los aceites vegetales; resaltando que en la caracterización del aceite de palma refinado se realizó bajo tres condiciones de presión, con el objetivo de determinar la variable más efectiva que permita obtener la mayor cantidad de volumen destilado y con respecto al aceite de soya este se realizó bajo las mismas condiciones de las muestras de calibración y estandarización.

Tabla 6. Variables iniciales de operación para las curvas de los aceites vegetales.

Variables	Muestras	
	Palma refinado	Soya
Presión ambiente (kPa)	50.65 - 101.5 - 152.15	50.65
Temperatura ambiente (°C)	17	17
Velocidad Flujo nitrógeno (m/s)	0.0142	0.0142
Temperatura condensador (°C)	40	14
Temperatura Probeta (°C)	40	17

En la Tabla 7 se describe los datos experimentales obtenidos en la destilación de las tres muestras de aceites vegetales (Soya y Palma Refinado). Con él objetivo de estudiar sus propiedades fisicoquímicas con respecto a su comportamiento con la temperatura y de esta manera definir si es factible su uso como materia prima en las reacciones de HDO para la producción de biocombustibles.

Tabla 7. Propiedades medibles de los Aceites vegetales destilados.

Propiedades medibles	Muestras y N° de ensayos					
	Palma Refinado			Soya		
	1	2	3	1	2	3
V. Carga (mL)	30	30	30	30	25	30
P. Descomposición (°C)	221.6	197.9	211.8	235.2	241.4	250.8
Punto seco (°C)	169.3	189.9	141.1	182.9	204.8	194.4
EP (°C)	169.3	189.9	141.1	182.9	204.8	194.4
IBP (°C)	158.8	76.9	116.3	128.5	122.2	127.5
Evaporado (mL)	26	26	28	26	19	25
Recuperado (mL)	25	25	27	25	17	24
Recuperado corregido (mL)	25.4	25.0	27.6	25.4	18.3	24.4
Residuo (mL)	4	4	2	4	6	5
Recuperación total (mL)	29	29	29	29	23	29
Perdida Corregida (mL)	0.6	1	0.4	0.6	0.7	0.6
Tasa de cambio (°C/%)	108.0	174.0	170.1	255.8	270.9	214.0

El capítulo 3 presenta el análisis de las curvas y los datos medibles durante el proceso de destilación de las tres muestras para la calibración y estandarización de la operación, siendo el agua y los combustibles líquidos (gasolina y diésel). Con el objetivo de tener certeza de los datos obtenidos de los instrumentos de medición de temperatura.

Las destilaciones de cada muestra se realizaron por triplicado demostrando la repetibilidad del experimento y los datos experimentales obtenidos se ingresaron a un programa grafico (Origin Pro-2023); el cual arrojaba las curvas de destilación sobre un gráfico X-Y. Este relacionaba los diferentes puntos de ebullición de la mezcla frente al porcentaje de volumen destilado perteneciente a cada temperatura registrada [34].

3.1. Curva de destilación programada del agua

La Figura 5 muestra la curva de destilación programada del agua, la cual describe el punto de ebullición respecto al porcentaje de volumen destilado. La figura 5 muestra que el agua al ser una sustancia pura, su punto de ebullición es constante a medida que se va evaporando a presión constante. El aumento de temperatura que ocurre entre el 60% y el 100% del volumen recuperado es atribuido a cambios de presión en el interior del balón que es debido al vapor formado, y al calentamiento paulatino del balón en los minutos finales del proceso. La destilación se llevó a cabo por duplicado, demostrando la repetibilidad del experimento. Finalmente, el volumen recuperado en los dos ensayos fue de 29.6 mL y siendo la pérdida de 0.4 mL (Tabla 3).

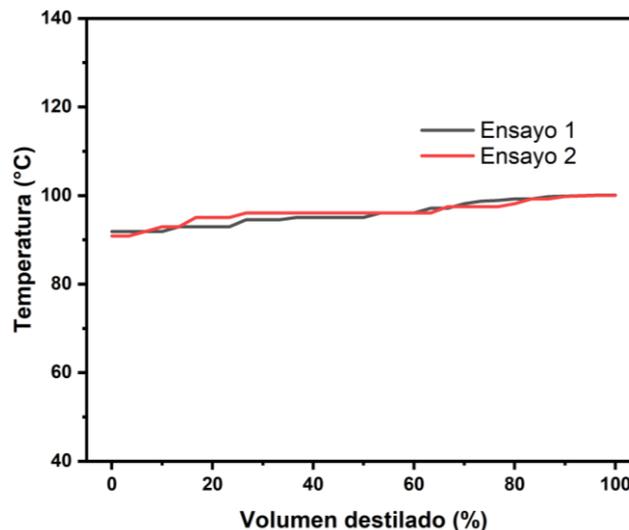


Figura 5. Curva de destilación del Agua.

3.2. Curva de destilación programada de combustibles líquidos

En orden de conocer el perfil de temperatura de los combustibles líquidos que se desean obtener durante las reacciones de HDO de aceites vegetales, se destiló gasolina y diésel.

La Figura 6 muestra la curva de destilación programada de temperatura de la gasolina. Esta curva presenta que, bajo nuestras condiciones de operación, el punto de ebullición inicial de la mezcla se encuentra entre 44.9 °C a 52.2 °C y su punto de ebullición final entre 119.1 °C a 131.6 °C; siendo estos rangos cercanos a los valores de punto de ebullición teóricos de la mezcla. Además, el perfil de temperatura de ebullición de la mezcla que se encuentra en el 50

% de volumen recuperado se comporta idealmente dentro de los intervalos teóricos, debido a que no sobrepasa la temperatura de 121.0 °C (Tabla 4 y 5). Más, sin embargo, se presenta un bajo punto de ebullición desde el 70% recobrado hasta las fracciones finales de destilación de la gasolina, esto indica que la mezcla empleada proviene de una fracción ligera del petróleo. Por último, según la Tabla 4 se evidencia que no se alcanzó a obtener el dato de temperatura de ebullición al 90% de volumen recobrado; esto debido a las pérdidas por arrastre de vapor de ebullición de la mezcla o a la retención o estancamiento de una fracción del volumen de la muestra en medio de las intersecciones del montaje de destilación lo que evito recuperarla en su totalidad dentro del cilindro receptor.

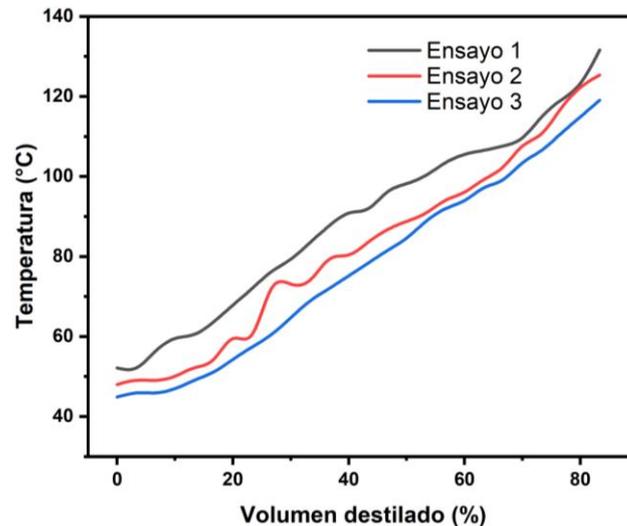


Figura 6. Curva de destilación de la Gasolina

Este experimento demostró que el equipo de destilación cumple curvas de destilación con resultados confiables, mediante el control de la temperatura del sistema, el uso de perlas de ebullición, la temperatura del refrigerante o la velocidad del flujo inicial de nitrógeno. Debido a que estas variables favorecen una distribución uniforme de la temperatura de calentamiento de la muestra y así poder evitar el sobrecalentamiento de esta y llevar a cabo un proceso de cambio de estado continuo, que permita caracterizar de manera eficiente la muestra [26].

El volumen corregido recuperado para la gasolina fue de 28.9 mL siendo la pérdida de 1.1 mL. La pérdida de volumen puede deberse a los sucesos de pérdida frontal y retención dinámica que suceden en la operación. Esto significa una fracción del volumen de la muestra líquida que se encontró estancado entre la intersección del brazo del balón y el condensador, o también por el vapor presente en el matraz sin condensar, cuando se da por finalizada la operación [26].

La Figura 7 muestra la curva de destilación del diésel. En el caso del diésel, se realizaron pruebas con y sin perlas de ebullición para poder diferenciar su efecto. Cuando la destilación se lleva a cabo sin perlas de ebullición (ensayo 1) el volumen recuperado corregido fue de 29.2 mL y con una temperatura de descomposición de 221.6 °C, siendo valores menores que cuando se usan perlas de ebullición (ensayo 2 y 3) correspondiente a un volumen destilado final de 29.6 mL a una temperatura de descomposición de 261.3 °C.

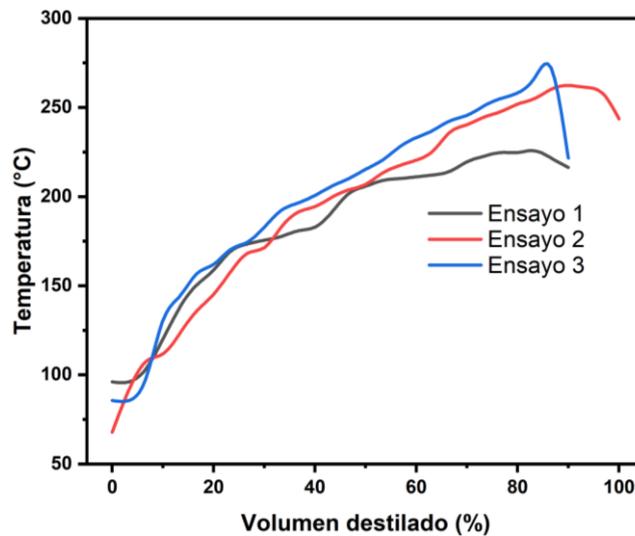


Figura 7. Curva de destilación del Diésel.

Además, según la Tabla 5 el perfil de temperatura de ebullición teórico inicial del diésel correspondiente a $100.7\text{ }^{\circ}\text{C}$ es un dato cercano al valor obtenido experimentalmente, el cual se encuentra entre los $67.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $96.09\text{ }^{\circ}\text{C}$, que bajo las condiciones de operación empleadas se pudo ver afectado el montaje de destilación por pérdidas de calor, debido a la influencia de la entrada del flujo inicial de nitrógeno que altera la lectura de temperatura del medidor termopar tipo K ubicado en la cubierta esmerilada del balón de destilación.

Así mismo, en conjunta relación entre la Tabla 4 y 5 se evidencia una variación irregular de temperatura, correspondiente a los datos de ebullición obtenidos en relación con el 10%, 50%, 70% y 90% de volumen recuperado, como además en el punto de ebullición final de la mezcla, debido a que en estos puntos su perfil de temperatura se expresa por debajo de los rangos teóricos de ebullición. Esto se debe a que la mezcla destilada se compone de hidrocarburos muy volátiles que presentan un cambio de fase gaseoso a muy bajas temperaturas; esto también con la influencia de arrastre que provoca el flujo inicial de nitrógeno sobre el vapor hacia el condensador generando un producto destilado a una temperatura menor de la esperada.

Según la figura 7 he de destacar la comparación entre los ensayos 2 y 3 los cuales se realizaron con perlas de ebullición, es importante deducir que el ensayo 3 (curva azul) presenta una caída de temperatura drástica a un volumen recuperado del 85%; que a diferencia del ensayo 2 (curva roja) cuyo volumen recuperado fue casi del 100%. Esto pudo deberse a que la muestra del ensayo 3 llegó a una temperatura superior a la de su punto de descomposición por efecto del tiempo de calentamiento. Esto provocó el craqueo de moléculas grandes, en moléculas más pequeñas con menores punto de ebullición, en la zona donde el proceso de destilación se acerca a su último registro de temperatura [29]. Una vez el líquido a destilar empieza a descomponerse, el volumen destilado deja aumentar en el cilindro receptor.

Además, a partir de los datos obtenidos en los ensayos 2 y 3 se evidencia la importancia del uso de las perlas de ebullición en esta operación, ya que evitan que el combustible alcance el punto de descomposición y no se evapore a menores temperaturas. La razón es que ellas absorben calor y lo distribuyen al interior de la muestra líquida. De esta manera se obtiene un mayor volumen de destilado [26].

El capítulo 4 presenta el análisis de las curvas y los datos medibles durante el proceso de destilación de las dos muestras correspondiente a los aceites vegetales líquidos y sólidos (palma refinado y soya). Con él objetivo de estudiar sus propiedades fisicoquímicas con respecto a su comportamiento con la temperatura y de esta manera definir si es factible su uso como materia prima en las reacciones de HDO para la producción de biocombustibles.

Las destilaciones de cada muestra se realizaron por triplicado demostrando la repetibilidad del experimento y los datos experimentales obtenidos se ingresaron a un programa grafico (Origin Pro-2023); el cual arrojaba las curvas de destilación sobre un gráfico X-Y. Este relacionaba los diferentes puntos de ebullición de la mezcla frente al porcentaje de volumen destilado perteneciente a cada temperatura registrada [34].

4.1. Curva de destilación del Aceite de palma refinado.

La Figura 8 presenta la gráfica de las 3 curvas de destilación de la muestra (aceite de palma refinado) las cuales se llevaron a cabo a una temperatura del condensador y superficie de la probeta de 40°C. Esto debido a que este aceite vegetal se encuentra en estado sólido a temperatura ambiente y al realizar un cambio de temperatura brusco en la zona de condensación la muestra se puede solidificar antes de llegar a la probeta (Tabla 6).

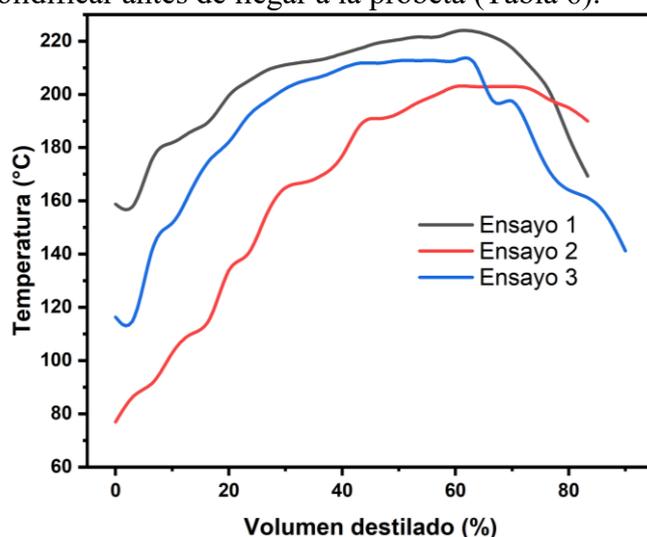


Figura 8. Curva de destilación del aceite de palma refinada.

El ensayo 1 se realizó con flujo inicial de nitrógeno correspondiente a una presión de 50.65 kPa, mientras el ensayo 2 se realizó a una atmósfera de vacío. En el último ensayo se utilizaron las dos variables de presión en conjunto, es decir la misma velocidad del flujo de nitrógeno en compañía con la bomba de vacío, que se conectó en el orificio tubular de salida de la probeta. Esto se realizó con el objetivo de comparar y confirmar si con las condiciones del último ensayo se obtendría mayor volumen recuperado.

Los puntos de descomposición de la muestra oscilaron entre 197.9 °C – 221.6 °C y sus puntos de ebullición se presentan desde 76.9 °C hasta 189.9 °C. Pero según la literatura el punto de ebullición del aceite de palma refinado oscila alrededor de los 350 °C [35].

Esta variación irregular de temperatura puede deberse a la pérdida de calor a razón de la entrada del flujo de nitrógeno y esto podría alterar la lectura del medidor termopar tipo K sobre la

temperatura interna del balón de destilación donde se encuentra el vapor de la muestra justo antes de entrar al condensador [36].

De acuerdo con lo anterior, según la Figura 8 y la Tabla 7 se evidencia que el ensayo más esperado fue el tercero con el mayor volumen recuperado corregido de 27.6 mL y pérdidas de 0.4 mL. Esto debido a que las variables de utilizar vacío en compañía de la entrada de flujo de nitrógeno favorecían el arrastre y la conducción de vapor de ebullición de la muestra hacia el condensador, generando así un mayor volumen condensado dentro del cilindro receptor.

4.2. Curva de destilación del Aceite de soya

La Figura 9 presenta el comportamiento de las 3 curvas de destilación del aceite de soya al variar el volumen de carga inicial. Estas se trabajan a las mismas condiciones con respecto a las pruebas de calibración y estandarización (Tabla 6).

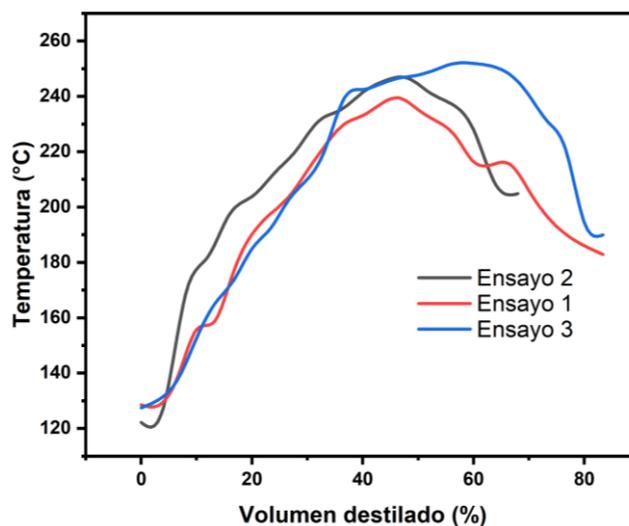


Figura 9. Curva de destilación del aceite de soya.

Debido a que los ensayos 1 y 3 se operan inicialmente con 30 mL se obtiene un volumen corregido de destilado entre 24.4 mL – 25.4 mL; que con respecto a el ensayo 2 con un volumen de carga inicial de 25 mL se recupera no más 18.3 mL. Esto quiere decir que se obtienen mayores pérdidas al trabajar con volúmenes de carga inicial más bajos.

Esto se debe a que existen fracciones de volumen de la muestra retenido entre las uniones del equipo que provocan que no toda la mezcla se recolecte en su totalidad en la probeta y también es el vapor de la muestra que no se alcanza a destilar una vez se da por terminada la operación de destilación [26].

Además, la Figura 9 y la Tabla 7 presenta que bajo nuestras condiciones de operación el aceite de soya es una mezcla que ebulle entre 125 °C - 240 °C; que en comparación con la ficha técnica de este aceite vegetal informa que su temperatura de ebullición teórico oscila por encima de los 200 °C [37]. Lo que quiere decir que los valores obtenidos en la práctica no se encuentran dentro del valor teórico, esto debido a las pérdidas por calor del montaje del equipo de destilación con su exterior, que no permitieron al medidor termopar tipo k leer y obtener con precisión las temperaturas de destilación de este aceite vegetal a las esperadas [36].

5.1. Conclusiones

El desarrollo experimental del presente trabajo de investigación permitió llevar a cabo una adaptación de los parámetros que expone la norma ASTM D86 para la destilación y caracterización de aceites vegetales y combustibles líquidos, con la cual se evaluó el comportamiento de cada una de las muestras ante los efectos de la temperatura previos a alcanzar su punto de ebullición. El montaje de destilación requirió una serie de acondicionamientos que tenían como propósito facilitar la operación entre los cuales se resalta el aislamiento térmico, la calibración de la temperatura y mantener el flujo de nitrógeno constante.

La bibliografía actual revela que los aceites vegetales comúnmente empleados en el HDT son el aceite de palma y el aceite de soya con un rendimiento del 99% en volumen para la producción de biocombustible. Bajo las condiciones de operación empleadas en el montaje de destilación se caracterizó un aceite vegetal sólido (aceite de palma refinado) y uno líquido (soya), en el que se estudiaron y analizaron sus propiedades fisicoquímicas (punto de descomposición, punto seco, punto de ebullición y tasa de cambio de temperatura) con respecto a su comportamiento con la temperatura definiendo su factibilidad en el uso como materia prima en las reacciones de HDO para la producción de combustibles verdes.

A partir de la interpretación de los datos recolectados, fue posible determinar que el montaje y la metodología propuesta en la investigación funcionó de manera adecuada para la caracterización de los combustibles líquidos en función de lo que proyectan las correspondientes curvas de destilación, ya que al comparar los ensayos realizados se evidencia que hay una repetitividad en el comportamiento de la curva factor que se le atribuye a la ausencia de una variación estadística en el registro de los datos.

5.2. Recomendaciones

- Al trabajar con bajos flujos de nitrógeno se reduce en gran parte las pérdidas del volumen para el aceite destilado ocasionadas por el arrastre de vapor en el condensador permitiendo una mejor interpretación del volumen recuperado al finalizar la operación.
- El uso de perlas de ebullición permite una mejor distribución del calor en el interior del balón de destilación reduciendo de este modo el sobre calentamiento del aceite, también es un factor clave que contribuye a la aceleración de la operación.
- Para evitar la dispersión del calor proveniente de la fuente de calor es necesario efectuar un aislamiento térmico preferiblemente sobre los puntos a monitorear.
- Al evidenciar un descenso abrupto de la temperatura y la formación en mayor parte de vapores de condensación, suspenda la operación ya que esto se interpreta como el punto de descomposición térmica que alcanza la muestra expresada como la sedimentación de los compuestos más pesados del aceite.

Anexos

- **Participación del proyecto en el evento ENITEQ**

El proyecto “Validación del método de destilación simple para caracterización de aceites vegetales y combustibles líquidos” perteneciente al grupo de investigación de Conversiones avanzadas de biomasa para biorrefinerías y biocombustibles - CA3B, fue sometido y aceptado a participar en el Quinto encuentro nacional e internacional de tecnología en química organizado por la Universidad Tecnológica de Pereira, el Consejo profesional de química colombiana y la Escuela de química. La ponencia del proyecto se llevó a cabo desde el día 26 de abril hasta el 28 de abril dentro de las instalaciones de la universidad en la ciudad de Pereira.

Durante el desarrollo de este congreso fue de gran agrado compartir conocimientos junto con profesores y estudiantes de diferentes países y ciudades enfocados en disciplinas como la gestión de seguridad y salud en el trabajo, la ingeniería ambiental, la química Industrial, la ingeniería química.



Figura 10. Certificado del IV ENITEQ 2023 [38].

Referencias

- [1] S. N. Naik, V. V. Goud, P. K. Rout y A. K. Dalai, «Production of first and second generation biofuels: A comprehensive review,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 14, pp. 578-597, 2010.
- [2] Center for Strategic and International Studies, *International Energy Outlook 2021 (IEO2021)*, Washington, DC, 2021.
- [3] «Energías renovables: energías para un futuro más seguro,» Naciones Unidas |Acción por el Clima, [En línea]. Available: <https://www.un.org/es/climatechange/raising-ambition/renewable-energy>.
- [4] E. Volonterio, J. Bussi, J. Castiglioni, I. Vieitez y I. Jachmanián, «Hidrotratamiento catalítico de aceites vegetales para la producción de biocombustibles líquidos,» *INNOTECH*, n° 14, pp. 37-43, 2017.
- [5] J. L. Coy, J. Vega Jurado, S. Herrera Velasquez y E. Britton Acevedo, «Análisis del sector biodiésel en Colombia y su cadena de suministro,» Universidad del Norte, 2015. [En línea]. Available: <https://editorial.uninorte.edu.co/gpd-analisis-del-sector-biodiesel-en-colombia-y-su-cadena-de-suministro.html>.
- [6] J. M. Amarís, D. A. Manrique y J. E. Jaramillo, «BIOCOMBUSTIBLES LÍQUIDOS EN COLOMBIA Y SU IMPACTO EN MOTORES DE COMBUSTIÓN INTERNA. UNA REVISIÓN,» *El Reventón Energético*, vol. 13, n° 2, pp. 23-34, 2015.
- [7] N. Lash, T. Melguin, A. M. Geppert y O. Rolser, «Trazando el panorama energético mundial hasta 2050: Los combustibles sostenibles,» McKinsey y Company, 7 06 2022. [En línea]. Available: <https://www.mckinsey.com/featured-insights/destacados/trazando-el-panorama-energetico-mundial-hasta-2050-los-combustibles-sostenibles/es>.
- [8] A. Torroba, C. B. Porras, R. Orozco y S. Vernazza, «Estado de los biocombustibles en las Americas 2022,» 2022. [En línea]. Available: https://repositorio.iica.int/bitstream/handle/11324/21279/BVE22118335e_compressed.pdf?sequence=5&isAllowed=y#:~:text=El%20consumo%20de%20biodi%C3%A9sel%20durante,2021%20fue%20de%20%2D8%20%25..
- [9] «OCDE-FAO Perspectivas Agrícolas 2020-2029,» Biocombustibles, [En línea]. Available: <https://www.oecd-ilibrary.org/sites/8d79647e-es/index.html?itemId=/content/component/8d79647e-es>.
- [10] A. torroba, «Atlas de los biocombustibles líquidos,» 2020-2021. [En línea]. Available: <https://repositorio.iica.int/bitstream/handle/11324/18661/BVE21097939e.pdf?sequence=1>.
- [11] «Biocombustibles, medio ambiente, tecnología y seguridad alimentaria | Palmas,» Fedepalma, [En línea]. Available: <https://publicaciones.fedepalma.org/index.php/palmas/article/view/1430>.
- [12] A. M. Rodrigo, «Estudio de la transesterificación de Aceite vegetal con metanol,» 03 2002. [En línea]. Available: [https://burjcdigital.urjc.es/bitstream/handle/10115/686/PFC%20ALISEDA%20MONTERO.pdf?sequence=1&isAllowed=y#:~:text=La%20reacci%C3%B3n%20de%20transesterificaci%C3%B3n%20\(o,%C3%A1cidos%20grasos%20y%20glicerina%20%5BSc huchardt](https://burjcdigital.urjc.es/bitstream/handle/10115/686/PFC%20ALISEDA%20MONTERO.pdf?sequence=1&isAllowed=y#:~:text=La%20reacci%C3%B3n%20de%20transesterificaci%C3%B3n%20(o,%C3%A1cidos%20grasos%20y%20glicerina%20%5BSc huchardt).
- [13] C. Aiello-Mazzarri, Y. Salazar, A. Urribarrí, E. Arenas-Dávila, J. Sánchez-Fuentes y F. Ysambertt, «Producción de biodiésel a partir de las grasas extraídas de la borra de

café: esterificación con H₂SO₄ y transesterificación con KOH,» *Ciencia e Ingeniería Neogranadina*, vol. 29, n° 1, pp. 53-66, 2019.

- [14] R. C. Vargas, «Biorefinerías para la producción de biocombustibles de segunda generación,» 2012. [En línea]. Available: <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/27803/tesisUPV9008.pdf>.
- [15] C. Á. Maciel, «Biocombustibles: desarrollo histórico-tecnológico, mercados actuales y comercio internacional,» 07 2015. [En línea]. Available: <http://www.economia.unam.mx/publicaciones/econinforma/pdfs/359/04carlosalvarez.pdf>.
- [16] D. Sinche, «BIOCOMBUSTIBLES DE TERCERA GENERACIÓN: EL POTENCIAL DE LAS MICROALGAS,» *PETROENERGIA*, 2022. [En línea]. Available: <https://www.petroenergia.info/post/biocombustibles-de-tercera-generaci%C3%B3n-el-potencial-de-las-microalgas#:~:text=Los%20biocombustibles%20de%20tercera%20generaci%C3%B3n,crecimiento%20r%C3%A1pido%20y%20potencial%20energ%C3%A9tico..>
- [17] C. Á. Maciel, «Biocombustibles: desarrollo histórico-tecnológico, mercados actuales y comercio internacional,» *Economía informa*, pp. 63-89, 2009.
- [18] M. J. Escobedo y A. C. Calderón, «Biomasa microalgal con alto potencial para la producción de biocombustibles,» *Scientia Agropecuaria*, 2021.
- [19] M. C. Álvarez Martínez, L. J. Hoyos Marín y L. G. Zambrano Camargo, «Modelado del proceso de hidrot ratamiento de diésel,» *ION*, vol. 25, n° 2, pp. 7-14, 2012.
- [20] F. F. C. Conde, «MODELAMIENTO Y SIMULACIÓN DE UN REACTOR DE HIDROTRATAMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE BIODIÉSEL NO-ÉSTER,» 2021. [En línea]. Available: <https://repositorio.unal.edu.co/bitstream/handle/unal/81095/1022345193.2022.pdf?sequence=3&isAllowed=y>.
- [21] H. Paz Carmona, «Co-procesamiento catalítico de aceite de fritura y gasoil en una planta piloto de Hidrodesulfuración de Gasoi,» [En línea]. Available: <https://riull.ull.es/xmlui/bitstream/handle/915/1383/Co-procesamiento+catalitico+de+aceite+de+fritura+y+gasoil+en+una+planta+piloto+de+Hidrodesulfuracion+de+Gasoil.pdf;jsessionid=8FD899B0A8E538B8D8085B69DB431E41?sequence=1>.
- [22] J. N. Daniel, L. R. Cossio, P. R. Acosta y J. Á. D. Gómez, «Efecto pirolítico de los sólidos en suspensión de destilados primarios en representación de crudo maya por moléculas modelo,» Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco, 2018. [En línea]. Available: https://www.researchgate.net/publication/335834284_Efecto_pirolitico_de_los_solidos_en_suspension_de_destilados_primarios_en_representacion_de_crudo_maya_por_moleculas_modelo.
- [23] H. Muller y Q. Saleem, «Narrow distillation cuts for an improved characterisation of crude oil: an insight on heteroatoms in heavy fraction molecules,» *International Journal of Oil Gas and Coal Technology*, pp. 26-40, 2021.
- [24] E. L. S. D. R. S. H. F. M. a. V. R. W. Maria J. Suota, «Esterification, Distillation, and Chemical Characterization of Bio-Oil and Its Fractions,» *Energy Fuels*, vol. 33, n° 10, pp. 9886-9894, 2019.
- [25] I. J. M. M. Saavedra, «MONTAJE DE DESTILACIÓN DE ACITES DE ACUERDO A LA NORMA ASTM-D86,» Bogotá D.C., 2023.

- [38] C. J. D. Vanegas, *Certificado del IV ENITEQ 2023.*, Pereira: Universidad Tecnológica de Pereira - Escuela de Química., 2023.
- [39] «Diesel. No2,» Gobierno de España, [En línea]. Available: https://www.ilo.org/dyn/icsc/showcard.display?p_lang=es&p_card_id=1561&p_version=2.
- [40] «HOJA DE SEGUERIDAD GASOLINA AUTOMOTOR,» CORPONOR, 25 02 2015. [En línea]. Available: <https://corponor.gov.co/corponor/sigescor2010/Hojas%20de%20Seguridad/HS%20Gasolina%202015.pdf>.
- [41] D. P. G. Pinzon y J. E. V. D. Armas, «ESTADO DEL CONOCIMIENTO DEL PROCESO DE HIDROTRATAMIENTO DE NAFTA DE COQUIZACION RETARDADA Y SU APLICABILIDAD EN LA REFINERIA DE CARTAGENA.,» 2016. [En línea]. Available: <https://bibliotecadigital.usb.edu.co/server/api/core/bitstreams/22c5d677-28ae-4aad-9f90-745e2f8bae1f/content>.
- [42] E. A. D. L. R. REYNA, «“HIDROTRATAMIENTO DE ACEITE VEGETAL JATROPHA CURCAS L. PARA LA PRODUCCIÓN DE COMBUSTIBLES VERDES”,» 10 Diciembre 2013. [En línea]. Available: <https://tesis.ipn.mx/jspui/bitstream/123456789/24853/1/De%20la%20Rosa%20Reyna%20%202013%20MC%20en%20IQ.pdf>. [Último acceso: 2023].