

ESTANDARIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIOLES A PARTIR  
DE ACEITES VEGETALES MEDIANTE GLICERÓLISIS

Presentado Por:

KAROL DAYANA DIAZ HOLGUIN

DIRECTORES:

Ing. Qco, Ph.D. DIONISIO HUMBERTO MALAGÓN ROMERO

Ing. Qca, M.Sc. DIANA CATALINA MORENO

UNIVERSIDAD ECCI

FACULTAD DE INGENIERIA

PROGRAMA GESTION DE PROCESOS INDUSTRIALES

BOGOTÁ, D.C.

AÑO 2017

ESTANDARIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIOLES A PARTIR  
DE ACEITES VEGETALES MEDIANTE GLICERÓLISIS

Presentado Por:

KAROL DAYANA DIAZ HOLGUIN

Proyecto de Investigación

Trabajo de investigación presentado como requisito parcial para optar al título de:  
Tecnología en gestión de procesos industriales

Directores:

Dionisio Humberto Malagón Romero, Ing. Qco, Ph.D. Ingeniería Química

Diana Catalina Moreno, Ing. Qca, M.Sc. Ingeniería Química

Línea de investigación: polímeros

Grupo de investigación:

GIDMYM

Universidad ECCI

Facultad de ingeniería industrial

Bogotá D.C., Colombia

2017

## Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

Firma del presidente del jurado

---

Firma del jurado

---

Firma del jurado

Bogotá D.C. Mayo de 2017

## TABLA DE CONTENIDO

1.	LISTA DE TABLAS.....	6
2.	LISTA DE GRAFICAS .....	6
3.	LISTA DE FIGURAS .....	7
4.	RESUMEN .....	8
5.	ABSTRACT .....	8
5.1	PALABRAS CLAVES .....	8
6.	INTRODUCCION .....	9
7.	TITULO.....	11
8.	PROBLEMA DE INVESTIGACION .....	11
a.	DESCRIPCION DEL PROBLEMA .....	11
b.	FORMULACION DEL PROBLEMA .....	12
9.	OBJETIVOS DE LA INVESTIGACION .....	13
a.	OBJETIVO GENERAL.....	13
b.	OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	13
10.	JUSTIFICACION .....	13
11.	DELIMITACION DE LA INVESTIGACION .....	15
12.	MARCO DE REFERENCIA DE LA INVESTIGACION .....	15
a.	ACEITES VEGETALES .....	15
b.	ACEITE USADO DE COCINA .....	16
c.	ACEITE DE HIGUERILLA O ACEITE DE CASTOR .....	17
d.	GLICEROL.....	18
e.	GLICERÓLISIS.....	19
f.	POLIOL .....	21
13.	TIPO DE INVESTIGACION.....	22
14.	DISEÑO METODOLOGICO.....	22
a.	SINTESIS POLIOL .....	23
b.	CARACTERIZACION DE POLIOLES .....	25
15.	RESULTADOS DISEÑO EXPERIMENTAL .....	26
a.	POLIOLES OBTENIDOS.....	27
b.	CARACTERIZACIÓN POR INFRARROJO.....	28

16.	CONCLUSIONES .....	30
17.	REFERENCIAS.....	31
18.	ANEXOS .....	37
18.1	PROTOCOLOS .....	37
18.2	CARACTERIZACIÓN POR INFRARROJO .....	39

## 1. LISTA DE TABLAS

<i>Tabla 1. Diseño Metodológico</i> .....	22
<i>Tabla 2. Variables de análisis de datos</i> .....	24
<i>Tabla 3 . Caracterización Índices del Aceite</i> .....	24
<i>Tabla 4. Rendimiento polirol de aceite de Higuierilla.</i> .....	26
<i>Tabla 5. Rendimiento polirol de Aceite Usado.</i> .....	26

## 2. LISTA DE GRAFICAS

<i>Grafica 1 Rendimiento polioles con respecto al tiempo</i> .....	26
<i>Grafica 2. Señal de Infrarrojo Aceite usado 4:1 80 min</i> .....	28
<i>Grafica 3. Señal de Infrarrojo Aceite usado 4:1 80 min</i> .....	29
<i>Grafica 4. Señal de Infrarrojo Aceite usado 3:1 40 min</i> .....	39
<i>Grafica 5. Señal de Infrarrojo Aceite usado 3:1 60 min</i> .....	40
<i>Grafica 6. Señal de Infrarrojo Aceite usado 4:1 40 min</i> .....	40
<i>Grafica 7. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 3:1 60 min</i> .....	40
<i>Grafica 8. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 3:1 80 min</i> .....	40
<i>Grafica 9. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 4:1 40 min</i> .....	40
<i>Grafica 10. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 4:1 60 min</i> .....	40
<i>Grafica 11. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 4:1 80 min</i> .....	40

### 3. LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1. Equipo de Espectroscopia .....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 2. Polirol Aceite de Higuerrilla .....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 3 Polirol Aceite Usado.....</i>	<i>27</i>

#### **4. RESUMEN**

El presente documento de investigación tiene como objetivo principal dar a conocer ciertas consideraciones esenciales en el proceso de producción de polioles a base de aceites vegetales y aceite usado de cocina mediante el método de glicerolisis, a partir de la obtención de materia prima de recursos renovables.

El método de glicerolisis como se evidencio es una reacción de transesterificación de triglicéridos utilizando glicerol como alcohol, obteniendo así monoglicéridos y diglicéridos.

#### **5. ABSTRACT**

The present document of investigation has as the principal aim announce certain essential considerations in the process of production of polioles based on vegetable oils and the secondhand oil of kitchen, by means of the method of glicerolisis, of the raw material of obtaining of renewable resources.

The method of glicerolisis since I demonstrate it is a reaction of transesterificación of triglicéridos using glycerol as alcohol. Obtaining like that monoglycerides and diglicéridos

##### **5.1 PALABRAS CLAVES**

- Aceite usado
- Glicerina
- Aceites Higuera
- Poliol



## 6. INTRODUCCION

La producción de Biodiesel ha ido en aumento en los últimos años en Colombia. Por ejemplo, en 2015 en Colombia, 513.354 toneladas de biodiesel fueron producidas a partir de aceite de palma en 12 plantas productoras de biodiesel que operan en el país (Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia, 2015). Esta producción llevó a la generación de aproximadamente 51.335 toneladas de glicerina, que requieren procesos de purificación por destilación para ser comercializados y utilizados en la industria farmacéutica (Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia, 2015), (Montoya, 2010). Esto ha llevado a una disminución en el precio del glicerol debido a un exceso de glicerol en bruto en el mercado (D. a. Echeverri L. a., 2015).

Tradicionalmente, la producción de biodiesel implica una reacción de transesterificación entre un triglicérido y un alcohol en condiciones alcalinas (Yamin, 2014). La obtención de glicerol a partir de la producción de biodiesel tiene diferente grado de pureza dependiendo del tratamiento posterior a la separación del glicerol y del biodiesel crudo. Existen tres grados de glicerol, según su pureza (M. M. Nobrega, 2012) crudo (pureza: 80,71%), técnico (pureza: 81,90%) y bi-destilado (99,7% superior). El glicerol bruto puede tener una composición de 84,7% de glicerol, 12,1% de agua, 0,46% de metanol y el resto 2,74% de impurezas según el estudio de Hájek y Skopal (Skopal, 2010). La glicerina de grado técnico se obtiene por destilación en una sola etapa (utilizando sólo una columna de destilación), y finalmente el glicerol bi-destilado se obtiene a partir de la doble destilación y representa la pureza más alta (M. M. Nobrega, 2012). Muchas de las plantas de producción de biodiesel hacen destilación de glicerol con el objetivo de venderlo por productos farmacéuticos propone con pureza superior al 95% (M. M. Nobrega, 2012). El uso de las columnas de destilación para obtener glicerol con alta pureza representa altos costos de factibilidad debido a los costos operativos para el uso de alta presión y temperaturas y altos costos de equipo de acuerdo con Apostolakou (A. A. Apostolakou, 2009).

Otras aplicaciones del glicerol están relacionadas con su uso como aditivo o materia prima en productos alimenticios (piensos), tabaco, síntesis de trinitroglicerina, resinas alquídicas y síntesis de poliuretano (Cardona Alzate, 2010). Globalmente el exceso de glicerina se ha convertido en un problema y es necesario el desarrollo de varias alternativas para el uso como materia prima. De acuerdo con el concepto de biorrefinería, el glicerol podría ser utilizado para la preparación de diversos compuestos (Cardona Alzate, 2010). Una posibilidad para el uso de glicerol es en la síntesis de polímeros (P. S. Kong, 2016).

Inicialmente, los materiales poliméricos se obtuvieron casi exclusivamente a partir de derivados del petróleo. Sin embargo, tras integrar conceptos como la biodegradabilidad y la biocompatibilidad, se hizo necesario buscar otras fuentes de materias primas que permitieran el desarrollo de nuevos materiales. Uno de los materiales poliméricos que se obtendrían del glicerol es el poliuretano. Tradicionalmente, las espumas de poliuretano se obtienen ya sea de poliéter o poliéster polioliol y poliisocianato en presencia de un agente de soplado, tensioactivos y catalizadores (M. Zieleniewska, 2015). Pero en un nuevo proceso alternativo es posible reemplazar el polioliol por algunos aceites como aceite de ricino (R. de Vasconcelos Vieira Lopes, 2013), (Petrovic, 2008), debido a la presencia de un grupo hidroxilo en su estructura molecular (A. Gil, 2007). Cuando se utilizan otros aceites vegetales, e incluso para mejorar las cualidades del poliuretano obtenido, normalmente se realiza una modificación de la estructura oleosa para añadir hidroxilo a los dobles enlaces obteniendo un polioliol (S. Gryglewicz, 2003.). Esta reacción se denomina glicerólisis (S. M. Cardona, 2010).

El objetivo de este trabajo es obtener polioles mediante glicerólisis, el cual será un intermediario para la síntesis de poliuretano.

## **7. TITULO**

ESTANDARIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIOLES A PARTIR DE ACEITES VEGETALES MEDIANTE GLICERÓLISIS.

## **8. PROBLEMA DE INVESTIGACION**

### **a. DESCRIPCION DEL PROBLEMA**

El desarrollo de nuevos materiales siempre es un tema de continua investigación, debido a la posibilidad de desarrollar materiales con nuevas aplicaciones, que gracias a sus propiedades puedan satisfacer necesidades insatisfechas por amplios sectores de la población. Una de las propiedades que es ampliamente deseada es la biodegradabilidad, ya que la utilización de polímeros no biodegradables ha llevado a niveles de contaminación extremadamente grandes en los vertederos de basura. Inicialmente los materiales poliméricos fueron obtenidos, casi con exclusividad a partir de derivados del petróleo, sin embargo ante la posibilidad de su agotamiento y frente a una variación de precios como la actual, se ha buscado el desarrollo de nuevos procesos en los cuales no se dependa de esta materia prima y que puedan provenir de recursos naturales renovables.

Por otro lado, niveles muy altos de aceite usado de cocina se han venido generando en las ciudades debido a su utilización a nivel doméstico y a nivel de restaurantes, hoteles y en la industria. Este residuo ha sido arrojado a las alcantarillas, lo cual ocasiona alteración en el agua y lleva a un deterioro del ecosistema. Es por ello que se busca aprovechar este subproducto como materia prima para la fabricación de biomateriales que puedan ser utilizados a nivel industrial. Uno de los posibles materiales a obtener son los polioles los cuales pueden ser utilizados como surfactantes en la industria de alimentos o como intermediarios en la producción de poliuretano.

En los últimos años, ha venido en ascenso el interés de la industria en polioles derivados de fuentes renovables, ya que son ingredientes naturales pueden ser utilizados con éxito para obtener diferentes tipos de materiales incluyendo espumas de poliuretano. Adicionalmente, el bajo precio que alcanzó la glicerina cruda a finales del 2006 y mediados del 2007, época en la que llegó a 2 y 6-10 centavos de dólar por libra, respectivamente (Hofer, 1997) ha promovido a nivel global la utilización de esta sustancia en distintas aplicaciones.

En Colombia gracias al auge que ha tenido la producción de biodiesel urge plantear procesos que den origen a distintos productos empleando el exceso de glicerina, obteniendo productos de alto valor agregado y alta demanda (Abraham & Malsam, 2009). Aunque, por política gubernamental, los vehículos deberían funcionar hoy con una mezcla, mínimo, de 15 % de biodiésel de palma y 85 % Acpm; según los cálculos de Fedebicombustibles, el promedio de mezcla en Colombia es de 9,2 %.

Según Jorge Bendeck Olivella, presidente ejecutivo de Fedebiocombustibles dice, “se tiene disponible materia prima necesaria para las plantas productoras y la capacidad industrial para alcanzar una mezcla con biodiésel de más del 30 % en todo el territorio nacional. Las refinerías tienen la capacidad de generar unas 900.000 toneladas de biodiésel al año; sin embargo, actualmente solo producimos 500.000 toneladas” (Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia, 2015)

La producción de Biodiesel ha ido en aumento en los últimos años en Colombia. Por ejemplo, en 2015 en Colombia, 513.354 toneladas de biodiesel fueron producidas a partir de aceite de palma en 12 plantas productoras de biodiesel que operan en el país (Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia, 2015). Esta producción llevó a la generación de aproximadamente 51.335 toneladas de glicerina, que requieren procesos de purificación por destilación para ser comercializados y utilizados en la industria farmacéutica (Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia, 2015), (Montoya, 2010). Esto ha llevado a una disminución en el precio del glicerol debido a un exceso de glicerol en bruto en el mercado (D. a. Echeverri L. a., 2015).

## b. FORMULACION DEL PROBLEMA

¿Cuáles son las condiciones experimentales necesarias para la obtención de polioles a partir de aceites vegetales mediante glicerólisis?

## 9. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACION

### a. OBJETIVO GENERAL

Estandarizar el proceso de obtención de polioles a partir de aceites vegetales mediante glicerólisis.

### b. OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Establecer las condiciones del proceso requeridas para la transformación del aceite vegetal en un polioli.
- Establecer las condiciones para la separación y purificación del polioli obtenido.
- Caracterizar preliminarmente el polioli obtenido.

## 10. JUSTIFICACION

El agotamiento del petróleo a nivel global ha llevado a una fuerte preocupación no solamente por la desaparición de combustibles, sino por la reducción de materias primas para la producción de polímeros (Desai, Patel, & Sinha, 2003). Como es bien sabido a partir del petróleo se obtienen la mayoría de los polímeros sintéticos que han ganado aceptación en muchos campos industriales, llegando inclusive a desplazar materiales como los metales en múltiples aplicaciones (Desai et al., 2003).

Es por ello que se ha buscado la generación de nuevos materiales que puedan utilizar materias primas cuya fuente sea renovable (Mireza & Ryszkowska, 2016). En esta medida la producción de polímeros a partir de aceites u otras fuentes naturales ha emergido con fuerza, ya que los aceites vegetales ofrecen disponibilidad, variedad estructural y versatilidad química. Los aceites vegetales que contienen ácidos grasos insaturados pueden ser utilizados para la obtención de un nuevo tipo de polímeros que pueden sustituir a los polímeros de origen petroquímico. Dentro de las aplicaciones de estos materiales se podrían mencionar en la agricultura, agronomía, alimentos e inclusive en aplicaciones biomédicas.

Adicionalmente la posibilidad de utilizar distintos tipos de aceites, incluido el aceite usado de cocina, como materia prima para la síntesis de polímeros se convierte en

un campo de aplicaciones que pueden dar un impacto alto al sector industrial colombiano (Zhang, 2002).

Como resultado del calentamiento global y la crisis del petróleo, se han hecho esfuerzos para encontrar alternativas renovables y reactivas a base de vegetales. Factores como una creciente demanda de bajo costo y los recursos renovables para reemplazar los materiales a base de petróleo costoso hacen que en este tema exista un gran interés en el uso de aceites vegetales para producir productos de valor añadido (K. F. Mustafa, 2015). Por las razones anteriormente expuestas la evaluación de producción de poliuretano a partir de polioles obtenidos de aceites vegetales, se presentan como una idea atractiva para fabricación e influencia en la calidad del producto final.

El aceite vegetal tiene un gran uso en los hogares, centros e instituciones, hoteles, restaurantes, etc. Una parte importante de estos aceites se utilizan en el proceso de fritura donde sufren cambios y alteraciones químicas que hacen necesario su desecho. La correcta gestión de los aceites usados de cocina pasa por su entrega a empresas gestoras autorizadas, donde tras los oportunos tratamientos se obtiene una materia prima para la producción de principalmente de biodiesel o polímeros, generando actividad económica y reduciendo la dependencia de combustibles fósiles.

Si de forma inadecuada, los aceites usados de cocina se vierten por el fregadero o el inodoro, son unas fuentes de contaminación de las aguas de ríos, lagos, etc, causan problemas en las redes de saneamiento y sobrecostos en las EDAR (Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales).

Como fuente de contaminación, un litro de aceite usado contiene aproximadamente 5.000 veces más carga contaminante que el agua residual que circula por las alcantarillas y redes de saneamiento y puede llegar a contaminar 40.000 litros de agua, que es equivalente al consumo de agua de una persona en su vivienda.

Buscando evitar que se haga una mala utilización del aceite usado Luis Felipe Tobón gerente de Ecogras explica que el aceite debe utilizarse entre tres y cinco veces, porque más de eso pierde sus propiedades y se vuelve peligroso para la salud humana a partir de ello surgen programas de recolección y reciclaje de Aceite de Cocina Usado (ACU) liderados por la empresa Ecogras, Estos programas se encargan de recolectar y reciclar el aceite generado en los hogares y restaurantes para transformarlo en materia prima, ya sea en la fabricación de biodiesel, jabones y cuidado para animales (Echeverri, 2012).

## **11. DELIMITACION DE LA INVESTIGACION**

Este proyecto se desarrolló en las instalaciones de la Universidad ECCI; para el desarrollo del proyecto se contó con la financiación de la Universidad ECCI a través de convocatoria de proyectos de investigación de la convocatoria 002 de semilleros.

## **12. MARCO DE REFERENCIA DE LA INVESTIGACION**

### **a. ACEITES VEGETALES**

Los Aceites Vegetales son definidos como tri-ésteres de glicerol y ácidos grasos (saturado o insaturados), y ellos son compuestos principalmente de triglicéridos (93-98 % en peso), diglicéridos, monoglicéridos y fosfoglicéridos como componentes menores (E. Sharmin F. Z., 2015).

La longitud de ácidos grasos en los aceites por lo general consiste en 12-22 átomos de carbón (C. Zambiasi, Przybylski, Zambiasi, & Mendonça, 2007). Ellos pueden ser saturados o insaturados con dobles obligaciones localizadas en el carbón 9, 12 y 15 (A. P. D. De Lima, 2013), (M. Zhang, 2014), principalmente. Estos ácidos grasos pueden tener varios grupos funcionales como dobles enlaces, grupos epoxi, hidroxil, éster y otros grupos que los hacen sumamente reactivos (Alam, Akram, Sharmin, Zafar, & Ahmad, 2014).

El aceite de castor tiene un grupo hidroxilo en su estructura química, y esto es la razón de la cual este aceite reacciona con ácidos o anhídridos para generar poliésteres o isocianato para producir el poliuretano (Alam et al., 2014). Debido a la presencia de insaturaciones en los ácidos grasos se logra una alta reactividad que conlleva a la generación de nuevos tipos de estructuras (C. S. Sipaut, 2012). Para usar otros aceites vegetales en la obtención de poliuretano es necesario introducir en las moléculas grupos hidroxilo. Los métodos más comunes para el hidroxilación de ácidos grasos son glicerólisis, amidación, hidroxilación y formilación (E. Sharmin, Zafar, & Akram, 2015).

## b. ACEITE USADO DE COCINA

Durante los procesos de cocción de alimentos, las moléculas que conforman el aceite vegetal suelen sufrir distintos cambios y conducir a la generación de compuestos tóxicos, tales como hidroperóxidos, radicales alcoxi e hidrocarburos aromáticos policíclicos, los cuales se producen por la oxidación o la pirólisis de moléculas de aceite (J. Fu, 2016). Además, el agua de los materiales alimenticios, e iones metálicos de los equipos de cocina, son a la vez introducidas en el aceite (J. Fu, 2016). Por último, durante el almacenamiento y el transporte, el aceite puede entrar en contacto con microorganismos que transformarían los triglicéridos en ácidos grasos libres, aumentando el índice de acidez del aceite más de 100 mg KOH g-aceite.

El aceite usado se ha convertido en un problema de salud pública a nivel global, por los altos volúmenes producidos anualmente y por la disposición final que se realiza, ya que suele ser arrojado a la alcantarilla. Se conoce que por cada 1L de aceite usado de cocina que se arroja a las alcantarillas se contamina 1.000 litros de agua, según la Asociación Nacional de Gestores de Residuos de Aceite y Grasas Combustibles.

Una de las aplicaciones del aceite usado de cocina es como materia prima para la obtención de biodiesel, ya que el costo del aceite usado comparado con el aceite virgen es 2,5-3,0 veces más barato, lo cual llevaría a una disminución en el costo de producción de biodiesel (Y. Dang, 2016) (J. Fu, 2016). Sin embargo, existen dificultades para implementar este proceso ya que el aceite usado es una materia prima muy heterogénea, y los productos no deseados como ácidos grasos libres y triglicéridos formados en el aceite vegetal en la fritura podrá afectar negativamente las reacciones de transesterificación y propiedades físicas del producto terminado (Dogan, 2016).



### c. ACEITE DE HIGUERILLA O ACEITE DE CASTOR

El aceite de castor (*Ricinus communis L*) tiene una importancia industrial debido a un alto contenido de ácido ricinoleico (acorde a la Tabla 1 es superior al 90 %), ya que este ácido presenta un doble enlace (18:1) y un grupo hidroxilo en el Carbono 12 que lo hace conveniente para muchas modificaciones y reacciones químicas (Huertas, 2012). El grupo hidroxilo del ácido ricinoleico da propiedades especiales al aceite de castor como la solubilidad mayor en alcoholes, la solubilidad limitada en solventes alifáticos de petróleo y viscosidad relativamente alta (González, 2010), (X. Kong, 2013), (P. Mazo L. a., 2009), (A. Imasuen, 2014). Además, el aceite de castor no es metabolizado por la población humana y por lo tanto no compite con aceites comestibles (M. Zhang, 2014).

El aceite de castor puede ser usado directamente para la fabricación de poliuretano, gracias a la presencia del grupo hidroxilo. Sin embargo, la modificación del aceite para aumentar el contenido de hidroxilos mejora la rigidez y la densidad del entrecruzamiento del poliuretano final (M. Zhang, 2014), (M. F. Valero, 2009). Un modo alternativo de alcanzar esto es por la conversión de triglicéridos a monoglicéridos vía glicerolisis (Y, D. E. P. A., H. , & A. Y., 2006), (J. Pulido, Medellín, 2007). Otra alternativa de modificación, es la adición de benceno durante la reacción del aceite de castor con el anhídrido ftálico (M. Zhang, 2014).

Valero et al. (M. F. Valero, 2009) evaluaron las propiedades de poliuretanos obtenidos del aceite de castor modificado por transesterificación con el glicerol pentaeritritol y encontró que la densidad de entrecruzamiento de los poliuretanos obtenidos del aceite de castor, modificado con pentaeritritol aumenta con la concentración de este reactivo debido al aumento del valor de hidroxilación del poliol.

Por otro lado, Corpoica (Corporación Colombiana para la Investigación Agrícola) y el Ministerio de Agricultura Colombiano y Desarrollo Rural (Agencia Iberoamericana de ciencia y Tecnología, 2011) actualmente procuran promover y desarrollar el cultivo de la planta de aceite de higuera para industrializar la cosecha, y de esta forma intensificar su cultivo en el futuro próximo en Colombia.

#### d. GLICEROL

El glicerol (nombre IUPAC: propano-1,2,3-triol) es un alcohol que tiene 3 carbonos a los que están ligados 3 hidroxilos (A. Beatriz, 2015). Es parte de la mayoría de triacilglicéridos o triglicéridos, y por lo tanto es abundante en plantas y animales como un componente fundamental de las grasas. El glicerol se obtiene a partir de grasas y aceites durante la producción de ácidos grasos y jabones, así como un subproducto en la producción de biodiesel a través de una reacción de transesterificación de los aceites con metanol (C. Varella, 2016), (C. Santibáñez, 2011), (S. Marx, 2016). Generalmente, se producen 10 kg de glicerol bruto por 100 kg de biodiesel producido (C. Santibáñez, 2011), (E. O. dos Santos, 2012), (S. Marx, 2016). Además, el glicerol en bruto contiene impurezas tales como metanol, catalizador alcalino, jabones, glicéridos y agua (Z. Gao, 2016), que deben ser eliminados para su aplicación en aplicaciones farmacéuticas (Li, 2014) y síntesis de polímeros, productos lácteos y productos para el cuidado personal (X. Luo, 2016).

Debido al exceso de glicerol producido globalmente, el glicerol se ha convertido en un intermediario importante para la producción de otros productos a través de métodos químicos o bioquímicos (C. Santibáñez, 2011). Por lo tanto, se han investigado diversas aplicaciones de glicerol, que incluyen: a) la producción de 1,3-propanodiol por fermentación, utilizando cepas de *Clostridium* (D. P. Cárdenas, 2006), (Q. Li, 2016); b) la producción de hidrógeno utilizando cepas del mismo género (M. Bernal, 2013), (Tippawan, 2016); c) la producción de poliésteres a partir de la reacción química del glicerol con ácidos orgánicos dicarboxílicos (C. V. R. De Moura), (O. Valerio, 2015); d) producción de biomasa (*Yarrowia lipolytica*) a partir de glicerol bruto crudo (E. O. dos Santos, 2012); e) producción de éteres, acetales y ésteres (C. J. a. Mota, 2009); f) el uso de glicerol en las bebidas como espesante y en los alimentos para las propiedades hidratantes (P. S. Kong, 2016), el complemento en la alimentación animal y para mejorar la textura y el control de los alimentos en polvo (S. Benítez, 2013); g) producción de mono y di-glicéridos, que son tipos importantes de emulsionantes (Gupta, 2012) e intermedios en las reacciones de polimerización (A. P. D. De Lima, 2013), (C. V. R. De Moura), (M. Zan, 2015).

## e. GLICERÓLISIS

La glicerólisis de las grasas es una reacción de transesterificación de triglicéridos utilizando glicerol como alcohol (S. M. Cardona, 2010), obteniendo así monoglicéridos y diglicéridos, como se muestra en la Figura 1. Además, es posible utilizar otras fuentes de alcoholes en esta reacción, se prefiere el glicerol debido a su bajo precio (D. a. Echeverri L. a., 2015). Los productos de la reacción de glicerólisis son di y mono-glicéridos, siendo este último el más importante desde un punto de vista industrial.

Los monoglicéridos son ésteres parciales de glicerol con ácidos grasos de alto peso molecular, caracterizados por tener una parte hidrófila y una parte lipófila en su estructura química, lo que los convierte en buenos agentes emulsionantes, tensioactivos no iónicos, estabilizantes y plastificantes. La estructura química de los monoglicéridos les permite ser clasificados como polioles, ya que tienen dos grupos hidroxilo en la molécula (R. Hofer P. D.--a., 1997). Sin embargo, es posible que a través de diversas reacciones químicas, los dobles enlaces de los aceites vegetales se transformen en grupos hidroxilo (M. Zieleniewska, 2015). Esto ha permitido a los ácidos grasos insaturados convertirse en un objetivo para la obtención de polioles (M. Desroches, 2012). Como se puede ver en la Tabla 1, todos los aceites están hechos de ácidos grasos que tienen enlaces dobles en su estructura.

Teóricamente, un triglicérido se puede convertir en 3 monoglicéridos a través de la reacción con glicerol, que aumenta el número de hidroxilos por molécula (M. Zhang, 2014), (X. Kong, 2013). Existen varias formas de sintetizar polioles a partir de aceites vegetales, tales como alcoholisis (reacción de transesterificación con polialcoholes), hidroxilación de aceite insaturado, hidroformilación (acoplamiento de monóxido de carbono a una olefina con un catalizador reductor e hidrógeno para producir un sustrato aldehído, seguido por Hidrogenación para dar un grupo hidroxilo primario), oxidación fotoquímica, ozonólisis y epoxidación (que se realiza directamente a partir de triglicéridos, por combinación con un agente oxidante tal como ácido peroxiacético o peróxido de hidrógeno en un vehículo tal como metanol, ácido fórmico o ácido acético) (S. Miao, 2014), (M. I. Aranguren, 2012), (M. Desroches, 2012), (Fernando, 2012), (P. Mazo L. a., 2009). En esta revisión proponemos alcoholisis empleando glicerol como alcohol. Tales reacciones típicamente dan como resultado 35-60% de monoglicéridos, 35-50% de diglicéridos, 1-20% de triglicéridos y 1-10% de ácidos grasos libres y sus sales de metales alcalinos [39]. Condiciones necesarias para la glicerólisis, incluyendo una temperatura entre 180 ° C y 260 ° C (M. Zhang, 2014), (A. Islam, 2016), en presencia

de catalizadores básicos como NaOH o KOH (S. M. Cardona, 2010), (R. Tanaka, 2008). Sin embargo, cuando los monoglicéridos están destinados a ser utilizados en la industria alimentaria, el uso de hidróxido de calcio es preferido (M. Zhang, 2014), ya que desarrolla menos color en el producto final (S. M. Cardona, 2010). La literatura reporta el uso de otros catalizadores como el hidróxido de plomo, el zinc, el magnesio, el hierro, el cobalto, el estaño, el cerio y los naftenatos de calcio, el acetato de plomo, el estroncio y el cadmio y una serie de mezclas complejas, catalizadores de estaño IV, lipasas inmovilizadas, Ácidos, ácidos de Lewis, zeolitas, resinas sólidas y heteropoliácidos en un rango de temperatura entre 170 ° C y 280 ° C (S. M. Cardona, 2010).

Algunos protocolos presentados en la literatura revisada están siguiendo ahora. Echeverri et al. [3] presentan un protocolo para la glicerólisis en el laboratorio. Para la glicerólisis del aceite de soja, se utilizan 150 g de aceite y 45,01 g de glicerol crudo bruto; Esto es catalizado por hidróxido de sodio o metóxido de sodio (D. a. Echeverri F. C., 2011). La reacción dura 20 minutos y se neutraliza con 2,2 ml de ácido sulfúrico al 50% p / p. De forma similar, producen monoglicéridos a partir de aceite de ricino (D. a. Echeverri F. C., 2011), utilizando 150 g de aceite, 42,35 g de glicerol crudo bruto y 2,0 ml de ácido sulfúrico al 50% p / p (para neutralizar el catalizador alcalino, que normalmente es hidróxido sódico). El rendimiento de monoglicéridos es del 48,6% para el aceite de soja y del 53,5% para el aceite de ricino, que tiene la ventaja de utilizar glicerina bruta, lo que reduce enormemente los costos.

Además, Cardona et al. (S. M. Cardona, 2010) realizaron glicerólisis en aceite de ricino usando hidróxido de sodio, calcio y potasio en concentraciones entre 0,05% y 1% basado en el peso de aceite. Concluyeron que el mejor catalizador es el acetato de plomo y el óxido de plomo al 0,025%, con un rendimiento de monoglicéridos del 55%. Aunque evalúan el acetato y el óxido de plomo y logran una mayor conversión, su uso se limitaría a las aplicaciones alimentarias y farmacéuticas.

La glicerólisis también se ha probado con aceite de palma a escala de laboratorio. Tanaka et al (R. Tanaka, 2008) informaron el uso de 20 g de glicerol y aceite de palma en una cantidad entre 10 y 40 g con 20 ml de t-butanol (disolvente), 0,2 g de NaOH como catalizador, manteniendo la temperatura a 90°C C durante 2 horas. Finalmente, se llevó a cabo la neutralización del catalizador usando una solución de HCl al 10%. Una vez neutralizado el catalizador alcalino, el terc-butanol se elimina por evaporación a vacío y se añade un volumen de hexano equivalente al doble de

la mezcla. El recipiente se agita vigorosamente para disolver los monoglicéridos obtenidos en el hexano.

Una alternativa para reducir los costos en la producción de monoglicéridos es el uso de enzimas, que pueden reducir la temperatura a 40 ° C (A. P. D. De Lima, 2013). Las enzimas más utilizadas son las lipasas, que deben ser altamente estables en disolventes orgánicos. Así se pueden conseguir altas rendimientos reacciones secundarias reducidas, con productos de alta pureza y bajo consumo de energía (L. Freitas A. V.). De Lima et al (A. P. D. De Lima, 2013), han empleado lipasas extraídas de *Rhizopus arrhizus*, utilizando mezclas de glicerol y agua para evitar problemas de difusión debido a la alta viscosidad del glicerol. La ventaja de usar enzimas es que es posible obtener una cantidad de monoglicéridos en el intervalo de 42% -47%, en un ambiente que puede ser 80% acuoso. De la misma manera, la lipasa extraída de *P. camembertii* también se ha inmovilizado (L. Freitas A. V.). Otros estudios han intentado integrar otros procesos para la producción de polioles y biodiesel con lipasas, que pueden integrar los dos procesos en uno (L. Freitas P. C., 2009).

#### f. POLIOL

Se define polioles oleoquímicos como derivados de aceites y grasas naturales que tienen más de un grupo OH en la molécula y siendo reactivo con poliisocianatos para formar poliuretanos (A. Shirke, 2015, vol. 57). Por lo tanto el aceite de ricino puede ser considerado como una poliol oleoquímica y está de hecho ya se utiliza ampliamente en la química del poliuretano debido a sus amplias aplicaciones en la industria (R. Hofer P. D., 1997).

Los polioles son fundamentales y estos pueden ser poliésteres o polieteres, estos se obtienen de la polimerización de los óxidos de etileno, propileno y butileno (A. Shirke, 2015, vol. 57). El poliol utilizado inside de forma importante en el producto final como fabricación de espumas rígidas y flexibles de alta resistencia, se utilizan polioles derivados del óxido de propileno y el glicerol. Dando origen a espumas y elastómeros de cadena corta (250-1000), que producen poliuretanos rígidos con alto grado de entrecruzamiento y se aplica en el campo de las espumas rígidas y tintas de alto desempeño (C. J. a. Mota, 2009).

Una de las aplicaciones de los polioles es para la producción de poliuretano gracias a la reacción con el isocianato . Normalmente los 'polioles' contienen de dos a ocho grupos hidroxilo reactivos y tienen pesos moleculares medios de 200 a 8.000 Los polioles constituyen uno de los derivados importantes de VO.(Alam et al., 2014)

Mejor conocido como polioles oleoquímicos, que generalmente consisten en cadenas alifáticas largas con diversos grupos funcionales principalmente hidroxilos, enlaces dobles, grupos metileno activos y menudo -OCH<sub>3</sub>, anillo de oxirano -Cl, -Br, y -COOH. Una de las aplicaciones de los polioles es para la producción de poliuretano gracias a la reacción con el isocianato disponibles en la naturaleza comprenden principalmente de los ácidos ricinoleico y Lesquerollic, el constituyente más abundante (OH que contiene) de ácidos grasosVO obtiene de las semillas de Ricinus communis o CO y LSO. (Alam et al., 2014)

### 13. TIPO DE INVESTIGACION

Este proyecto corresponde al tipo experimental.

### 14. DISEÑO METODOLOGICO

ETAPA	METODOLOGIA	REFERENCIAS
<b>Caracterización de aceites</b>	Densidad	NTC 336
	Indice de yodo	NTC 283
	Indice de saponificacion	NTC 335
	Indice de acidez	NTC 218
<b>Obtención de polioles</b>	Glicerolisis	Zhang et al., 2014
<b>Obtención de poliuretano</b>	Reaccion con isocianato	Mazo et al., 2009
<b>Caracterización poliuretano</b>	Microestructura	SEM
	Resistencia al ataque quimico	ASTM D543-67
	Tensión-Deformación	ISO 1926-2009

*Tabla 1. Diseño Metodológico*

#### a. SINTESIS POLIOL

Para la obtención de polioliol se partió de la caracterización de los aceites como materia prima en el desarrollo del presente proyecto de investigación adquiriendo aproximadamente 1.500 g de aceite de higuera y 1.500 g de aceite usado de cocina proveniente de un asadero de pollo frito. Dicha obtención se realizará mediante glicerólisis de los aceites vegetales. Acorde a lo revisado en la literatura se escogió una temperatura de 250° C, usando como catalizador hidróxido de sodio e hidróxido de potasio al 1%. Los ensayos se realizaron en un reactor de 250 ml en vidrio refractario con 3 boquillas, una de ellas se empleará para colocar el condensador, otra para adicionar reactivos y la última para registrar temperatura. Se implementó un diseño experimental en el cual se variará la proporción de aceite usado de cocina y el aceite de higuera. Para cada ensayo se adicionarán 70 g de aceite y se determinará la cantidad de glicerol a agregar, garantizando que haya exceso de glicerol. Se adicionará solución de hidróxido de potasio en etanol (solvente) el cual actuará como catalizador y se dejará la reacción durante 40,60 y 80 minutos a una temperatura de 250°C. Una vez transcurrido este tiempo, se neutralizará el catalizador mediante el uso de ácido sulfúrico.

<b>Variables</b>	<b>Nivel inferior</b>	<b>Nivel Medio</b>	<b>Nivel Superior</b>
X1: Relación molar aceite y glicerol	3:1	–	4:1
X2: tiempo de reacción en minutos del aceite usado y el aceite de higuera	40	60	80
X3: Temperatura de reacción es constante de 250 °C			

*Tabla 2. Variables de análisis de datos*

Para cada variable se establecieron 3 niveles (inferior medio y superior), para evitar errores debido al ruido las pruebas se realizan aleatoriamente, además se ejecutaran por duplicado. Sabiendo que el mejor polioli obtenido con estas condiciones experimentales se utilizará para la producción de poliuretano.

<b>PRUEBA</b>	<b>ACEITE USADO</b>	<b>ACEITE DE HIGUERILLA</b>
Índice de acidez (ml ac. Oleico/ L aceite)	2,26	1,3
Índice de saponificación (mgKOH/ g aceite)	193,55	179,37
Índice de Yodo (g de I/100g aceite)	109,9	87,56
Densidad (g/ml)	0,9	0,94

*Tabla 3 . Caracterización Índices del Aceite*

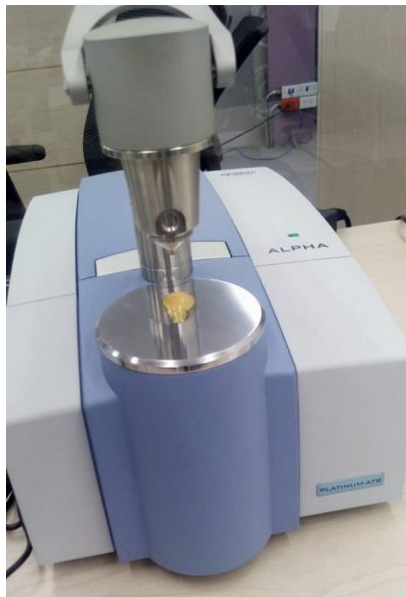
La caracterización indica que ambos aceites tienen potencial para reaccionar. El aceite usado tiene valores más altos tanto en índice de saponificación, como en



índice de yodo, sin ser este valor significativamente superior a pesar de las condiciones tan diferentes entre los aceites.

## b. CARACTERIZACION DE POLIOLES

Una vez obtenidos los polioles se realizó por consiguiente la caracterización de los mismos. Para ello se determinaron las estructuras presentes mediante espectroscopia infrarrojo y la determinación de monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos. Las condiciones para la espectroscopia son; temperatura ambiente (Bogotá D.C) con una longitud de onda de 3500 a 500  $\text{cm}^{-1}$ , con unidades de absorbancia de 0.00 – 0.20 esto fue realizado con el instrumento de infrarrojo BRUKER (FTIR) y estos servicios se contrataron en laboratorio certificado de la Universidad ECCI.



*Figura 1. Equipo de Espectroscopia*

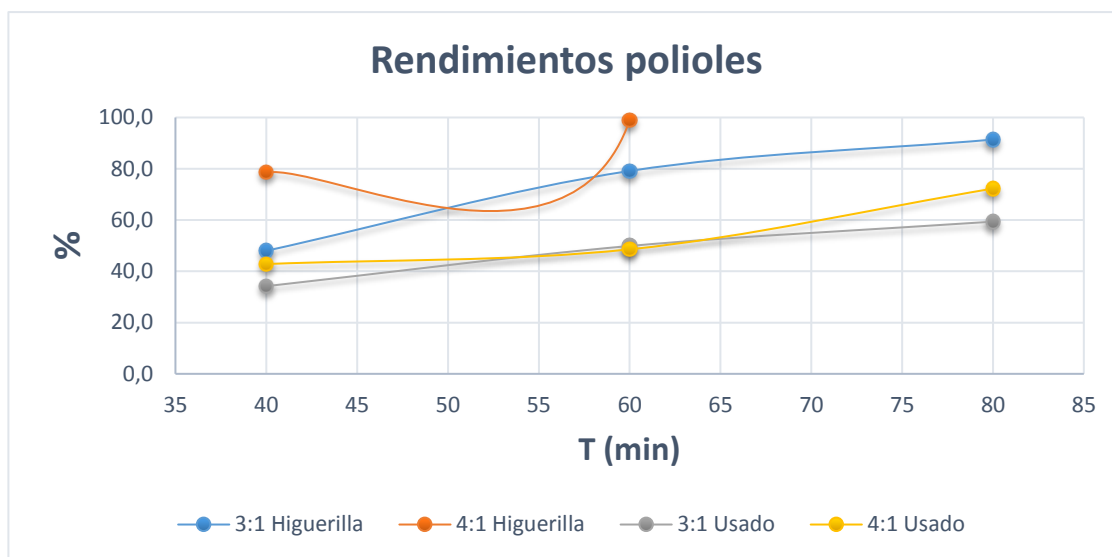
## 15.RESULTADOS DISEÑO EXPERIMENTAL

ACEITE DE USADO DE COCINA				
	Tiempo (min)	Peso en 5ml (g)	Promedio (g)	Rendimiento (g)
03:01	60	1,71	1,71	34,2
		1,71		
	40	3,21	2,49	49,87
		1,78		
	80	3,09	2,96	59,37
		2,85		
04:01	60	2,14	2,14	42,82
		2,14		
	40	2,42	2,36	47,25
		2,29		
	80	3,61	3,59	71,81
		3,56		

Tabla 5. Rendimiento polirol de Aceite Usado.

ACEITE DE HIGUERILLA				
	Tiempo (min)	Peso en 5ml (g)	Promedio (g)	Rendimiento (g)
3:1	60	2,4	2,4	48
		2,4		
	40	3,73	3,95	79,14
		4,17		
	80	4,56	4,56	91,39
4:1	60	4,58	4,25	85,11
		3,92		
	40	4,9	4,94	98,96
		4,94		
	80	4,50	4,50	90,11

Tabla 4. Rendimiento polirol de aceite de Higuierilla.



Gráfica 1. Rendimiento polirols con respecto al tiempo.

De acuerdo a los datos obtenidos en la tabla 4, los cuáles son representados en la gráfica 1 al igual que la tabla 5, Se evidencia que el mejor polirol elaborado a base de aceite usado se obtuvo de la relación 4:01 con un tiempo de 80 min, teniendo un 71,81% de rendimiento en una base de disolución de 5ml de

muestra (poliol vs hexano). Con respecto a los datos de la tabla 5 es posible afirmar que el mejor poliol elaborado a base de aceite de higuerrilla se obtuvo de la relación 4:01 con un tiempo de 40 min, teniendo un 98, 96% de rendimiento en las mismas condiciones mencionadas.

Sabemos que el poliol de aceite higuerrilla tiene mejor rendimiento debido a que este mantiene sus características principales, por tanto su obtención en cuestión de tiempo es mucho más rápida a diferencia de la del poliol de aceite usado, por lo que este pierde en un 90% sus características.

#### a. POLIOLES OBTENIDOS

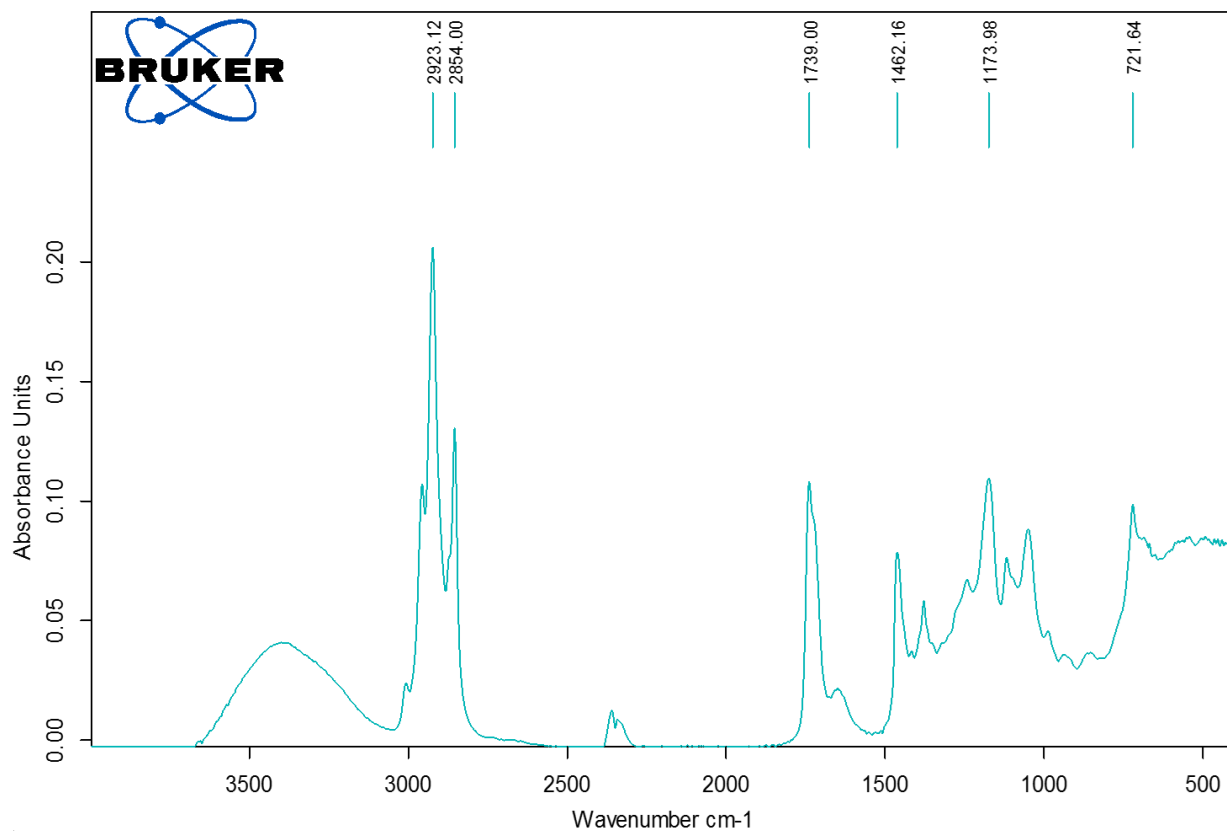


*Figura 3. Poliol Aceite de Higuerrilla*

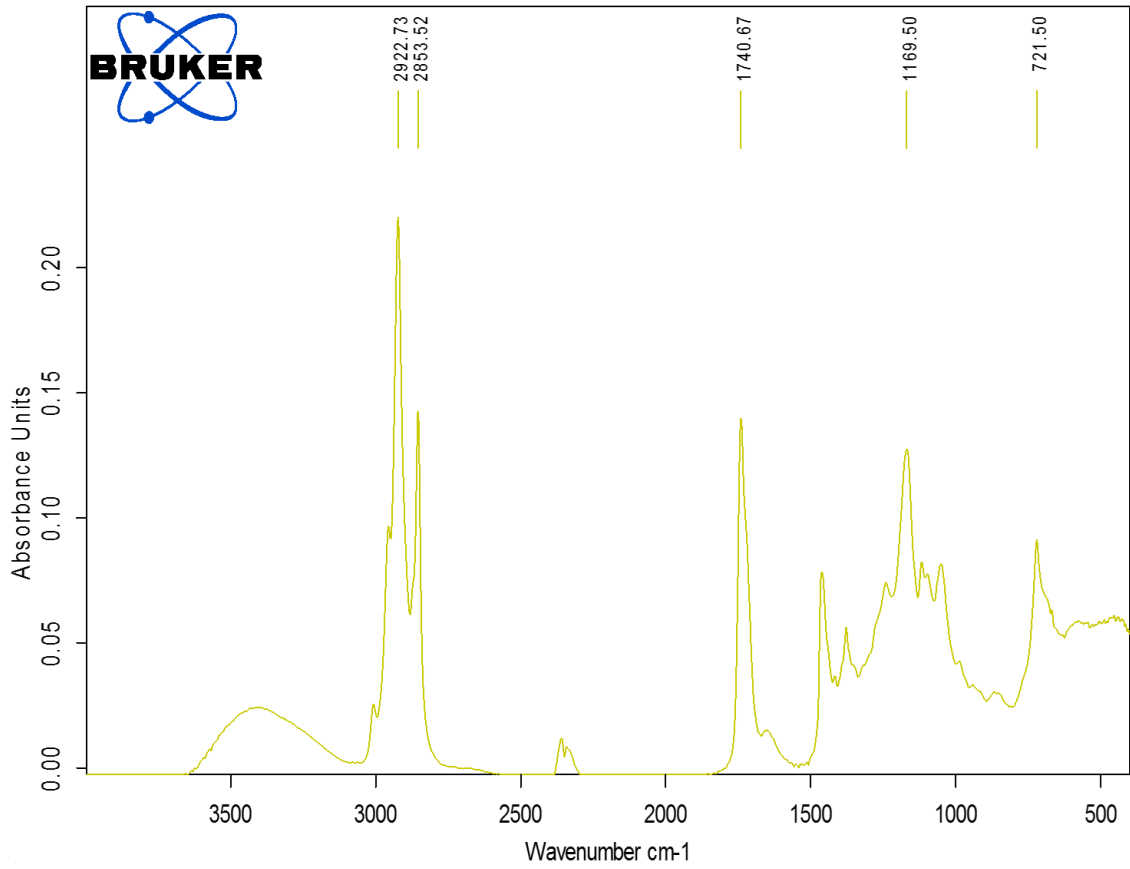


*Figura 2. Poliol Aceite Usado*

## b. CARACTERIZACIÓN POR INFRARROJO



C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.28	005	Instrument type and / or accessory	Usado 4:1 80 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------	------------



C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.29	006	Instrument type and / or accessory	Usado 4:1 80 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------	------------

Grafica 3. Señal de Infrarrojo Aceite usado 4:1 80 min

## 16. CONCLUSIONES

- Según lo investigado y en total acuerdo con Chhetri et, dice el único aceite que presenta grupos hidroxilo es el aceite de higuera, de esta manera se explica el por qué se ha usado extensamente para la obtención de polioles y en su uso final poliuretano. También reporta que cerca del 60% de los ácidos que conforman el aceite usado de cocina corresponde a ácidos insaturados, por lo cual el aceite usado es el que más asemeja en reactividad por sus dobles enlaces a las propiedades del aceite de higuera con esto se indica que ambos aceites tienen potencial para reaccionar positivamente.
- En la obtención de polioles el rendimiento de la reacción se ve afectado principalmente por la relación molar aceite-glicerina, siendo el valor de 4:1 a 80 minutos el de más alto rendimiento para el aceite usado.
- En la gráfica 2 y 3 de espectroscopia infrarrojo se muestra el intervalo de frecuencia de las bandas que se espera aparezcan en el caso de que la síntesis haya tenido éxito. Por tanto es el intervalo (3600 – 3200) que nos muestra que el enlace obtenido en este rango fue un O-H teniendo un tipo de vibración a tensión con una frecuencia de 3450  $\text{cm}^{-1}$  entonces mediante la utilización de esta técnica podemos confirmar que el producto de la síntesis es el poliol esperado.

## 17.REFERENCIAS

- A. A. Apostolakou, I. K. (2009). Techno-economic analysis of a biodiesel production process from vegetable oils. *Fuel Process. Technol.*, vol. 90, no. 7–8, pp. 1023–1031.
- A. Beatriz, Y. A. (2015). Glicerol: um breve histórico e aplicação em sínteses estereosseletivas. *Quim. Nova*, vol. 34, no. 2, pp. 1–15.
- A. Gil, F. J. (2007). POLIURETANOS DEGRADABLES A PARTIR DE ACEITE DE HIGUERILLA. *Sci. Tech.*, vol. 8, no. 36, pp. 1–6.
- A. Imasuen, F. I. (2014). Isolation and characterization of castor seed oil and its utilization potential in the production of polyurethane foam. *Walailak J. Sci. Technol.*, vol. 11, no. 5, 421–427.
- A. Islam, H. R.-y. (2016). Glycerolysis of palm fatty acid distillate for biodiesel feedstock under different reactor conditions. *FUEL*, vol. 174, pp. 133–139.
- A. P. D. De Lima, E. M. (2013). Towards regioselective enzymatic hydrolysis and glycerolysis of triaaprylin in miniemulsion and the direct preparation of polyurethane from the hydrolysis products. *J. Mol. Catal. B Enzym.*, 127-137.
- A. Shirke, B. D. (2015, vol. 57). Novel Applications of Castor Oil Based Polyurethanes: a Short Review. *Polymer Science*, 292-297, no 4.
- Agencia Iberoamericana de ciencia y Tecnología. (2011). *Corpoica lanza primera variedad colombiana de higuierilla para clima frío moderado*. Obtenido de <http://www.dicyt.com/noticias/corpoica-lanza-primer-variedad-colombiana>
- C. J. a. Mota, C. X. (2009). C. J. a. Mota, C. X. A. da Silva, and V. L. C. Gonçalves, “Gliceroquímica: novos produtos e processos a partir da glicerina de produção de biodiesel. *Quim. Nova*, vol. 32, no. 3, pp. 639–648.
- C. S. Sipaut, S. M. (2012). Synthesis and characterization of polyols from refined cooking oil for polyurethane foam formation. *Cell. Polym.*, vol 31, 19-38.
- C. Santibáñez, M. T. (2011). Residual Glycerol from Biodiesel Manufacturing, Waste or Potential Source of Bioenergyno. *A Review*,” *Chil. J. Agric. Res.*, vol. 71, no. 3, pp. 469–475.
- C. V. R. De Moura, a. S. (s.f.). Synthesis and characterization of polyesters from glycerol by-product of biodiesel production. *J. Braz. Chem. Soc.*, vol. 23, no. 7, pp. 1226–1231.

- C. Varella, K. O. (2016). Crude glycerol by transesterification process from used cooking oils : Characterization and potentialities on hydrogen bioproduction. *Int. J. energy*, vol. 41, 14641–51.
- C. Zambiasi, R., Przybylski, R., Zambiasi, M., & Mendonça. (2007). Fatty acid composition of vegetable oils and fats. *B.CEPPA*, 111–120.
- C., M. C. (2004). El uso del aceite de palma en la producción de poliuretanos. *Palmas*, 422-427, vol. 25.
- Cardona Alzate, J. A.-D. (2010). Obtenida Como Coproducto En La Producción De Biodiésel \* Na Produção De Biodiesel. *Ing. Univ. Bogotá*, vol. 14, no. 1, pp. 9–27.
- D. a. Echeverri, F. C. (2011). Glycerolysis of soybean oil with crude glycerol containing residual alkaline catalysts from biodiesel production. *JAOCS, J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 88, no. 4, pp. 551–557.
- D. a. Echeverri, L. a. (2015). Synthesis and copolymerization of thermosetting resins obtained from vegetable oils and biodiesel-derived crude glycerol. *Eur. Polym. J.*, vol. 67, pp. 428–438.
- D. P. Cárdenas, C. P. (2006). Evaluación de la producción de 1,3-propanodiol por cepas nativas de *Clostridium* sp. mediante fermentación a partir de glicerol USP y glicerol industrial subproducto de la producción de biodiés. *Rev. Col. Cienc. Quím. Farm*, vol. 35, no. 1, pp. 120–137.
- Dogan, T. H. (2016). The testing of the effects of cooking conditions on the quality of biodiesel produced from waste cooking oils. *Renewable Energy*, 466-473, vol. 94.
- E. O. dos Santos, M. M. (2012). Evaluation of the Composition of Culture Medium for Yeast Biomass Production Using. *Brazilian J. Microbiol.*, vol. 43, no. 2, pp. 432–440.
- E. Sharmin, F. Z. (2015). “Recent advances in vegetable oils based environment friendly coatings. *Ind. Crops Prod*, 215–229.
- E. Sharmin, F., Zafar, D., & Akram, M. A. (2015). Recent advances in vegetable oils based environment friendly coating. *Ind. Crops Prod.*, vol. 76, 215–229.
- Echeverri, T. (20 de 04 de 2012). Aceite de cocina usado se recicla y sirve para hacer Biodiesel. *EL TIEMPO*, pág. 2. Obtenido de <http://www.eltiempo.com/archivo/documento/MAM-5365455>
- Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia. (02 de 10 de 2015). *Producción de biodiesel en Colombia*. Obtenido de Estadísticas sobre



Biodiesel, 2014. : [http://www.fedebiocombustibles.com/v3/estadistica-mostrar\\_info-titulo-Biodiesel.htm](http://www.fedebiocombustibles.com/v3/estadistica-mostrar_info-titulo-Biodiesel.htm)

- Fernando, R. L. (2012). Espumas rígidas de poliuretano. *Editorial Universidad de Antioquia, Medellín*, p. 83.
- González, A. F. (2010). Production of monoglycerides from castor oil using crude and refined glycerin. . *Study of the main variables of the process, Vitae*, 1-12.
- Gupta, M. K. (2012). Obtaining monoglycerides by esterification of glycerol with palmitic acid using some high activity preparations of *Candida antarctica* lipase B . *Process Biochem.*, vol. 47, no 3, pp. 503–508.
- Hofer, R. (1997). Oleochemical Polyols-A New Raw Material source for polyurethane coatings and floorings. *Formulation and production forum*, 65-72, no 869.
- Huertas, I. S. (2012). Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite de semillas de *Ricinus communis* (higuerilla) modificadas genéticamente y cultivadas en el eje cafetero. *Café de Pereira*.
- J. Fu, Z. L. (2016). Cation exchange resin catalysed biodiesel production from used cooking oil (UCO):. *Cation exchange resin catal*Investigation of impurities effect, 1058-1065, vol. 181.
- J. Pulido, P. F. ( Medellín, 2007). Synthesis and characterization of polyurethane elastomers from polyol-suspensions of castor oil and yucca starch. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia de Colomb.* , No. 39, 100-111.
- K. F. Mustafa, S. A. (2015). Experimental analysis of a porous burner operating on kerosene–vegetable cooking oil blends for thermophotovoltaic power generation. *Energy Conversion and Management*, 544-560, vol. 96.
- L. Freitas, A. V. (s.f.). Enzymatic synthesis of monoglycerides by esterification reaction using *Penicillium camembertii* lipase immobilized on epoxy SiO<sub>2</sub>-PVA composite. *J. Mol. Catal. B Enzym.*, vol. 65.
- L. Freitas, P. C. (2009). An integrated approach to produce biodiesel and monoglycerides by enzymatic interestification of babassu oil (*Orbinya* sp) . *Process Biochem.*, vol. 44, no. 10, pp. 1068–1074.
- Li, S. H. (2014). Polyols and polyurethane foams from base-catalyzed liquefaction of lignocellulosic biomass by crude glycerol . *Effects of crude glycerol impurities ,Ind. Crop. Prod.*, vol. 57, pp. 188–194.

- M. Bernal, L. K.-R. (2013). Evaluating Colombian Clostridium spp. strains' hydrogen production using glycerol as substrate. *Electron. J. Biotechnol.*, vol. 16, no. 2, p. 6.
- M. Desroches, M. E. (2012). From Vegetable Oils to Polyurethanes: Synthetic Routes to Polyols and Main Industrial Products. *Polym. Rev.*, vol. 52, no. 1, pp. 38–79.
- M. F. Valero, J. E. (2009). Determinación de la densidad de entrecruzamiento de poliuretanos obtenidos a partir de aceite de ricino modificado por transesterificación. *Polímeros Cienc. e Tecnol.*, vol. 19, no. 1, 14–21.
- M. I. Aranguren, J. F. (2012). Biodegradation of a vegetable oil based polyurethane and wood flour composites. *Polym. Test.*, vol. 31, no. 1, pp. 7–15.
- M. M. Nobrega, J. B. (2012). Glycerol with different purity grades derived from biodiesel: Effect on the mechanical and viscoelastic properties of biodegradable strands and films. *Mater. Sci. Eng. C*, v.
- M. Zan, A. S. (2015). Synthesis of Transesterified Palm Olein - Based Polyol and Rigid Polyurethanes from this Polyol. pp. 243–255.
- M. Zhang, H. P. (2014). Study of the mechanical, thermal properties and flame retardancy of rigid polyurethane foams prepared from modified castor-oil-based polyols . *nd. Crops Prod.*, vol. 59, 135–143.
- M. Zieleniewska, M. K. (2015). Preparation and characterisation of rigid polyurethane foams using a rapeseed oil-based polyol . *Ind. Crops Prod.*, vol. 74, pp. 887–897.
- Mireza, K., & Ryszkowska, J. (2016). Polyurethane elastomers from polyols based on soybean oil with a different molar ration. *Polymer Degradation and Stability*, 1-11.
- Mizera , K., & Ryszkowska, J. (2016). Polyurethane elastomers from polyols based on soybean oil with a different molar ratio. *Polymer Degradation and Stability*, 1-11.
- Montoya, D. (2010). Bioprocesos aplicados a la valorización del glicerol residual en la producción de biodiésel Bioprocesses for adding value to residual glycerol in the production of biodiesel Introducción. 126–135.
- O. Valerio, T. H. (2015). Improved utilization of crude glycerol from biodiesel industries : Synthesis and characterization of sustainable biobased polyesters. *Ind. Crop. Prod.*, vol. 78, , pp. 141–147.

- P. Mazo, L. a. (2009). Síntesis y caracterización de espumas flexibles de poliuretano obtenidas a partir de aceite de castor maleinizado. *Polímeros Cienc. e Tecnol.*, vol. 19, no. 2, 149–154.
- P. Mazo, L. a. (2009). Síntesis y caracterización de espumas flexibles de poliuretano obtenidas a partir de aceite de castor maleinizado. *Polímeros Cienc. e Tecnol.*, vol. 19, no. 2, pp. 149–154.
- P. S. Kong, M. K. (2016). Conversion of crude and pure glycerol into derivatives : A feasibility evaluation. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 63,, pp. 533–555.
- Petrovic, Z. (2008). Polyurethanes from Vegetable Oils . *Polym. Rev.*, vol. 48, no. 1, pp. 109–155.
- Q. Li, H. W. (2016). Enhanced succinate production from glycerol by engineered *Escherichia coli* strains. *Bioresour. Technol.*, vol. 218,, pp. 217–223,.
- R. de Vasconcelos Vieira Lopes, N. P. (2013). Synthesis of polyols and polyurethanes from vegetable oils–kinetic and characterization. *J. Polym. Res.*, vol. 20, no. 9.
- R. Hofer, P. D. (1997). Oleochemical Polyols-A New Raw Material source for polyurethane coatings and floorings. *Formulation and production forum*, vol. 69, 65-72, no 869.
- R. Hofer, P. D.--a. (1997). Oleochemical Polyols--A New Raw Material Source for Polyurethane Coatings and Floorings. no. 869, pp. 65–72.
- R. Tanaka, S. H. (2008). Preparation and characterization of polyurethane foams using a palm oil-based polyol . *Bioresour. Technol.*, vol. 99, no. 9, pp. 3810–3816.
- S. Anandan, G. K. (2005). Effect of different physical and chemical treatments on detoxification of ricin in castor cake. *Anim. Feed Sci. Technol*, no. 1–2, 159–168.
- S. Benítez. (2013). Productividad animal de bovinos estabulados suplementados con glicerina cruda.
- S. Gryglewicz, W. P. (2003.). Preparation of polyol esters based on vegetable and animal fats . *Bioresour. Technol.*, vol. 87, no. 1, pp. 35–39.
- S. M. Cardona, R. G. (2010). S. M. Cardona, R. González, A. Franco, F. Cardeño, and L. A. Ríos, “Production of monoglycerides from castor oil using crude and refined glycerin. Study of the main variables of the process . *Vitae*, vol. 17, no. 2, pp. 1–12.

- S. Marx. (2016). Glycerol-free biodiesel production through transesterification. *Fuel Process. Technol.*, vol. 151, 139–147.
- S. Miao, P. W. (2014). Vegetable-oil-based polymers as future polymeric biomaterials. *Acta Biomater.*, vol. 10, no. 4, pp. 1692–1704.
- Skopal, M. H. (2010). Treatment of glycerol phase formed by biodiesel production. *Bioresour. Technol.* vol. 101, no. 9, pp. 3242–3245.
- T. O. Akande, A. A. (2011). Toxicity and Nutritive Assessment of Castor (*Ricinus communis*) Oil and Processed Cake in Rat Diet. *Asian J. Anim. Sci*, no. 5, pp. 330–339.
- Tippawan, T. T. (2016). Using glycerol for hydrogen production via sorption-enhanced chemical looping reforming. *Energy Convers. Manag.*, vol. 124, pp. 325–332.
- X. Kong, G. L. (2013). Preparation and characterization of high-solid polyurethane coating systems based on vegetable oil derived polyols. *Prog. Org. Coatings*, no. 9, 1151–1160,.
- X. Luo, X. G. (2016). Value-added processing of crude glycerol into chemicals and polymers. *Bioresour. Technol.*, vol. 215, pp. 144–154.
- Y, p., D. E. P. A., P., H., M., & A. Y., E. (2006). PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE HIGUERILLA MODIFICADO. *AMIDÓN Y ESTIRENO*.
- Y. Dang, X. L. (2016). Value-added conversion of waste cooking oil and post-consumer PET bottles into biodiesel and polyurethane foams. *Waste Management*, 360-366, vol. 52.
- Yamin, Z. A.-H. (2014). Parametric study of the alkali catalyzed transesterification of waste frying oil for Biodiesel production. *Energy Convers. Manag.*, vol. 79, 246–254.
- Z. Gao, Y. M. (2016). Effect of crude glycerol impurities on lipid preparation by *Rhodosporidium toruloides* yeast 32489. *Bioresour. Technol.*, vol. 218, pp. 373–379.

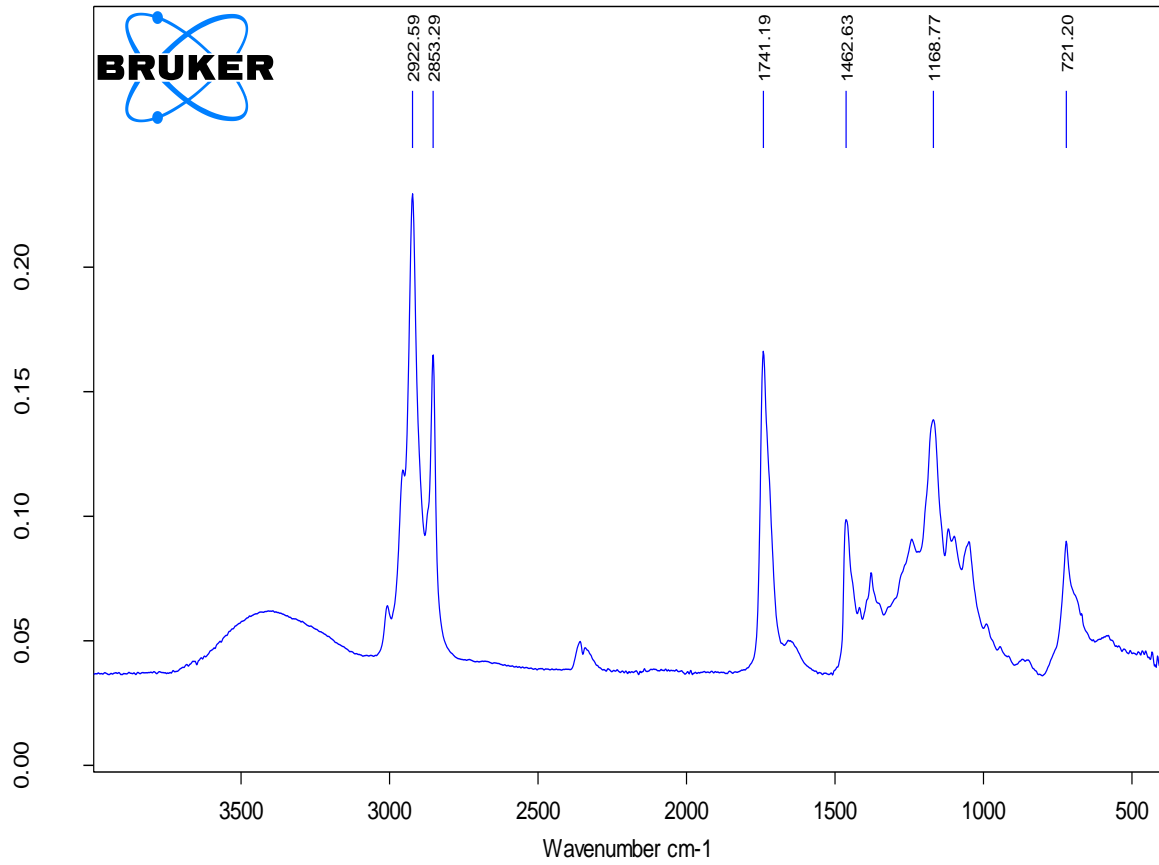
## **18. ANEXOS**

### **18.1 PROTOCOLOS**

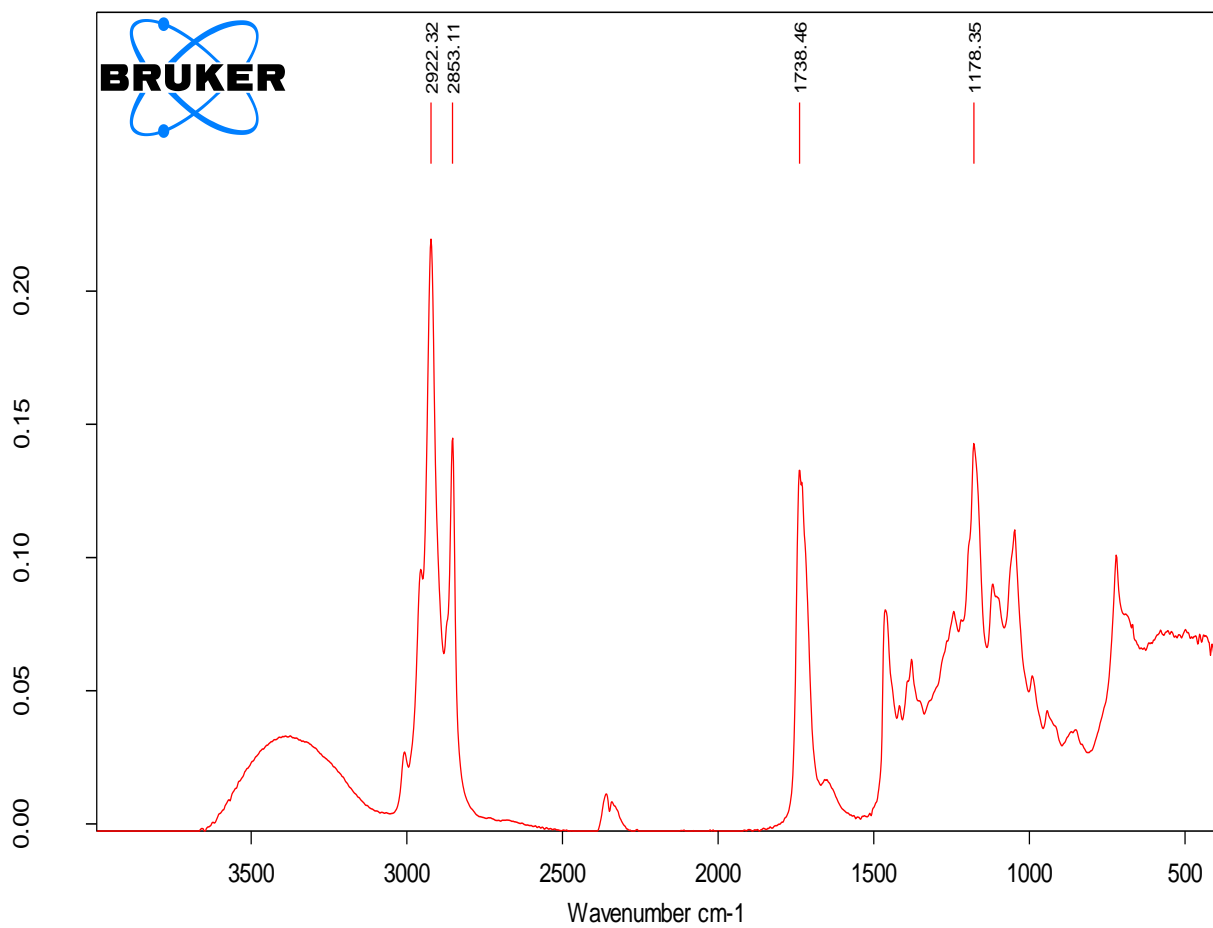
- 1.** Colocar en el reactor de 250 ml de capacidad 75 g de aceite.
- 2.** Con base en el índice de saponificación determinar el peso molecular del aceite.
- 3.** Adicionar el glicerol al reactor de tal manera que haya un mínimo de 2 moles de glicerol por cada mol de aceite que se coloque.
- 4.** Tapar el reactor y colocar el condensador con un flujo constante de agua.
- 5.** Iniciar el calentamiento del reactor hasta alcanzar una temperatura de 250 °C.
- 6.** Adicionar 0.375 g del catalizador a 5 ml de etanol (0.5% con respecto al peso del aceite adicionado).
- 7.** Disolver el catalizador en el etanol.
- 8.** Adicionar la solución etanólica del catalizador al reactor a través del condensador de manera lenta.
- 9.** A partir de ese momento iniciar la medición del tiempo de reacción.
- 10.** Dejar reaccionar durante el tiempo establecido acorde al diseño experimental (mínimo media hora).
- 11.** Una vez transcurrido este tiempo, retirar el balón del manto calefactor y sin que toque la superficie dejar que alcance la temperatura ambiente.
- 12.** Una vez alcance la temperatura ambiente se debe realizar la neutralización del catalizador adicionando 6.5 ml de solución de ácido clorhídrico 1 M.
- 13.** Se coloca el contenido del reactor en un embudo de decantación.
- 14.** Se debe esperar a que se logre visualizar la separación de la fase orgánica y la fase acuosa.
- 15.** Se recoge para descartar la fase acuosa.
- 16.** Se adicionan 50 ml de solución saturada de cloruro de sodio.
- 17.** Se deja en reposo mientras se logra la separación de las fases.

- 18.** Se recoge y se descarta la fase acuosa.
- 19.** Se realiza lavado con agua
- 20.** Se continúan los lavados hasta alcanzar neutralidad en el pH del agua descartada y verificar que sea neutro.
- 21.** Una vez alcanzada la neutralidad se debe realizar la evaporación de la humedad, colocando en un balón el polirol obtenido y se deja en un horno a 80-100 °C.
- 22.** Se recoge el polirol obtenido.
- 23.** Se determina el volumen obtenido del mismo.
- 24.** Mezclar la solución obtenida con 60 ml de hexano en el embudo de decantación.
- 25.** Dejar en reposo hasta logra la separación de las fases.
- 26.** Recoger la fase orgánica en la cual se encuentran disueltos los polioles.
- 27.** Determinar el volumen de la solución de hexano obtenida.
- 28.** Tomar una muestra de 5 ml de dicha solución y colocarlos en una caja de Petri previamente pesada.
- 29.** Dejar la caja en un lugar ventilado hasta lograr la evaporación del solvente.
- 30.** Determinar la cantidad de polioles obtenidos en la reacción global.
- 31.** Determinar el número de hidroxilo del polirol obtenido.
- 32.** Caracterización de los polioles, por medio de infrarrojo

## 18.2 CARACTERIZACIÓN POR INFRARROJO



C:\Users\Administrator\Desktop\julianlagua.24	001	Instrument type and / or accessory	Usado 3:1 40 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------	------------



C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.25

002

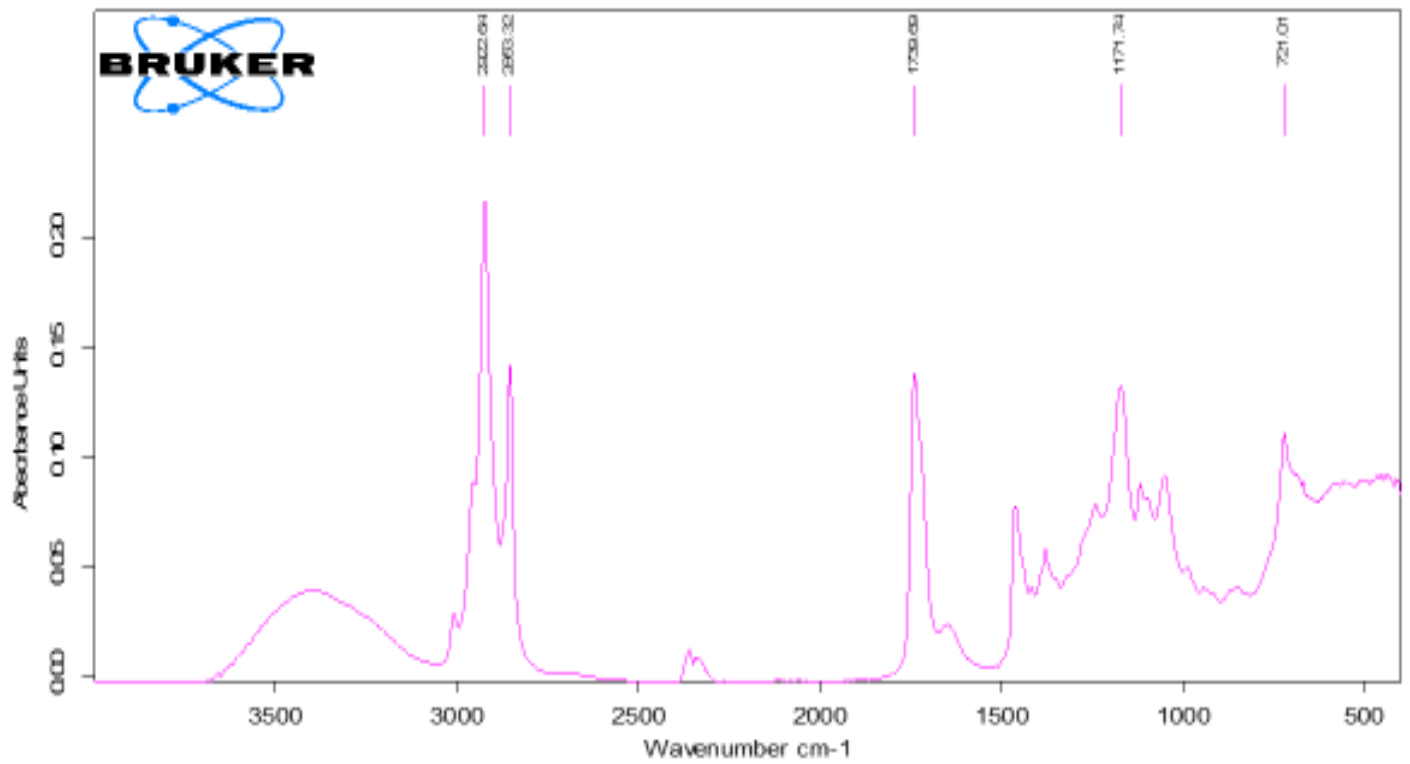
Instrument type and / or accessory

Usado 3:1 60 min

23/01/2017

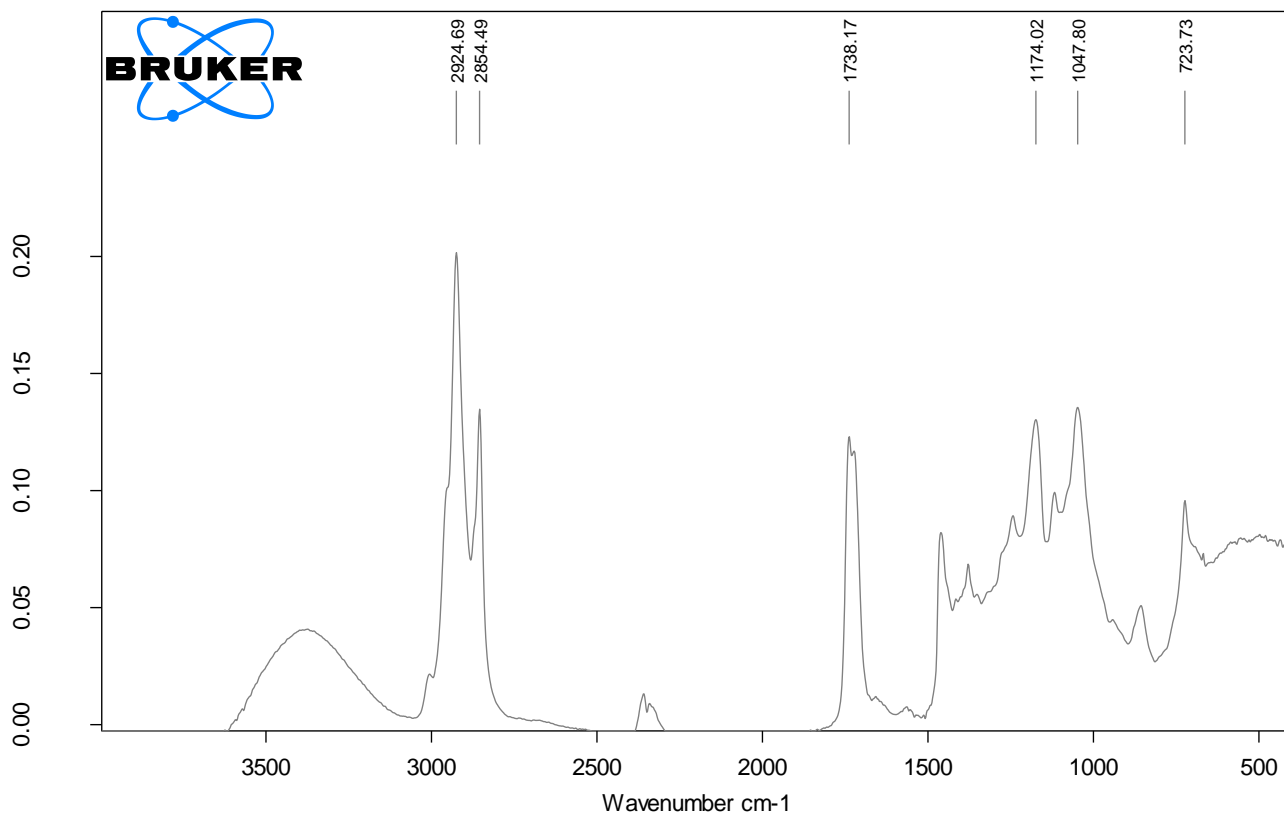
Grafica 5. Señal de Infrarrojo Aceite usado 3:1 60 min





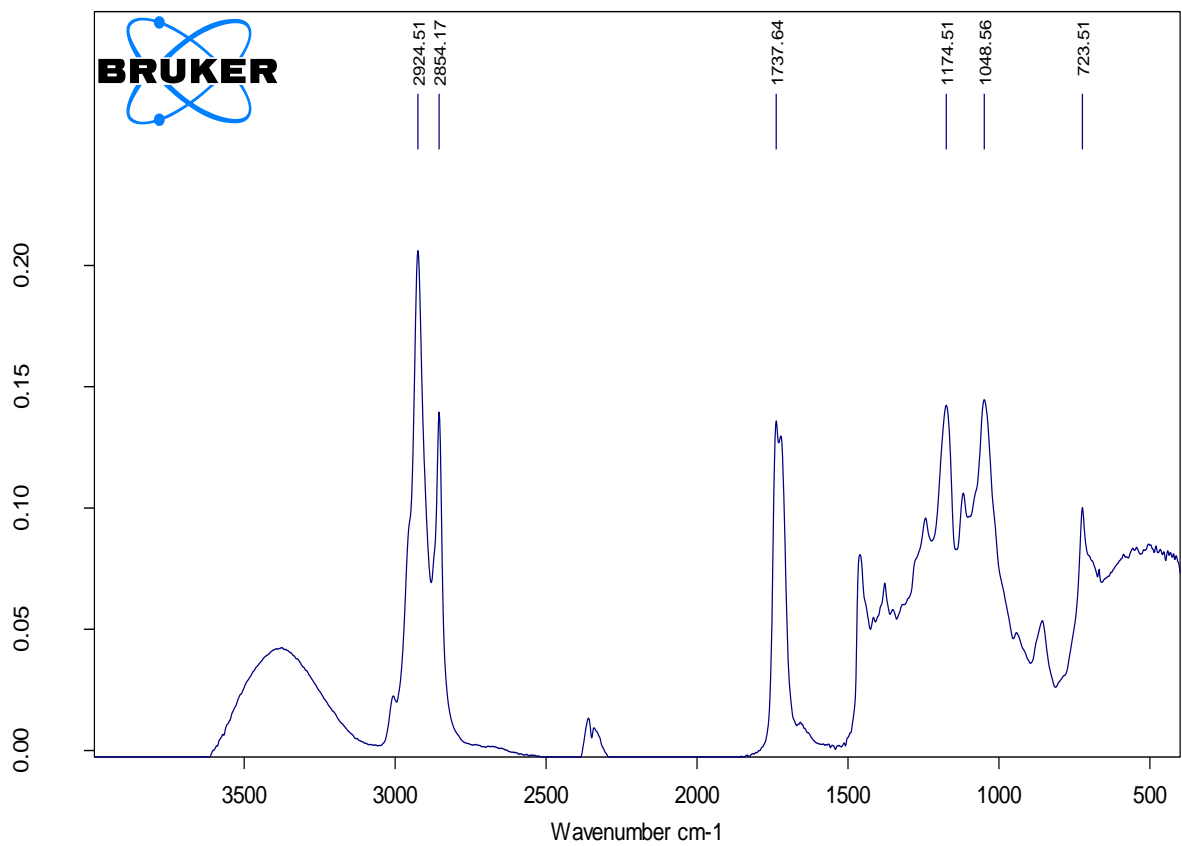
C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.26	003	Instrument type and / or accessory	4 Usado 4:1 40 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	--------------------	------------

Grafica 6. Señal de Infrarrojo Aceite usado 4:1 40 min



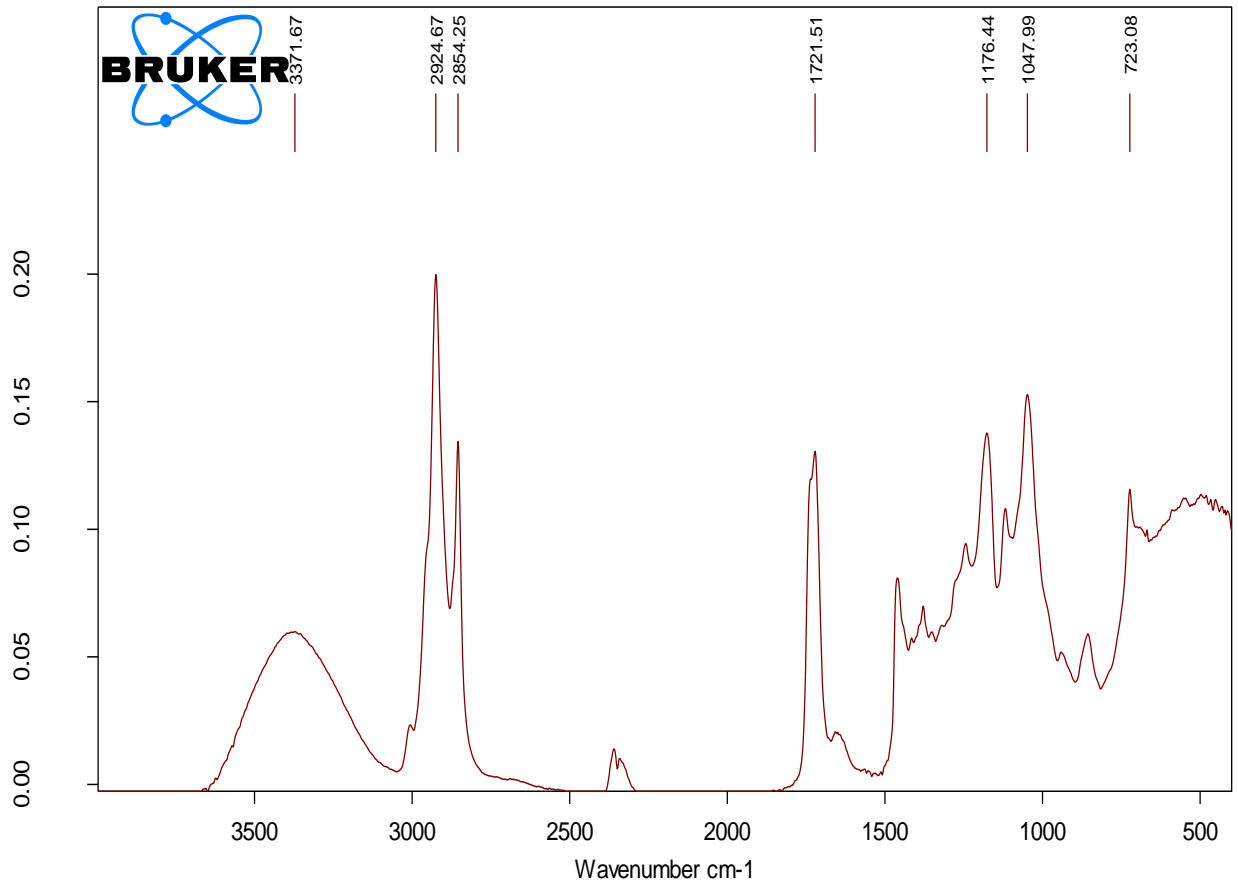
C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.31	008	Instrument type and / or accessory	Higuerilla 3:1 60 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	-----------------------	------------

Grafica 7. Señal de Infrarrojo Aceite higuerilla 3:1 60 min



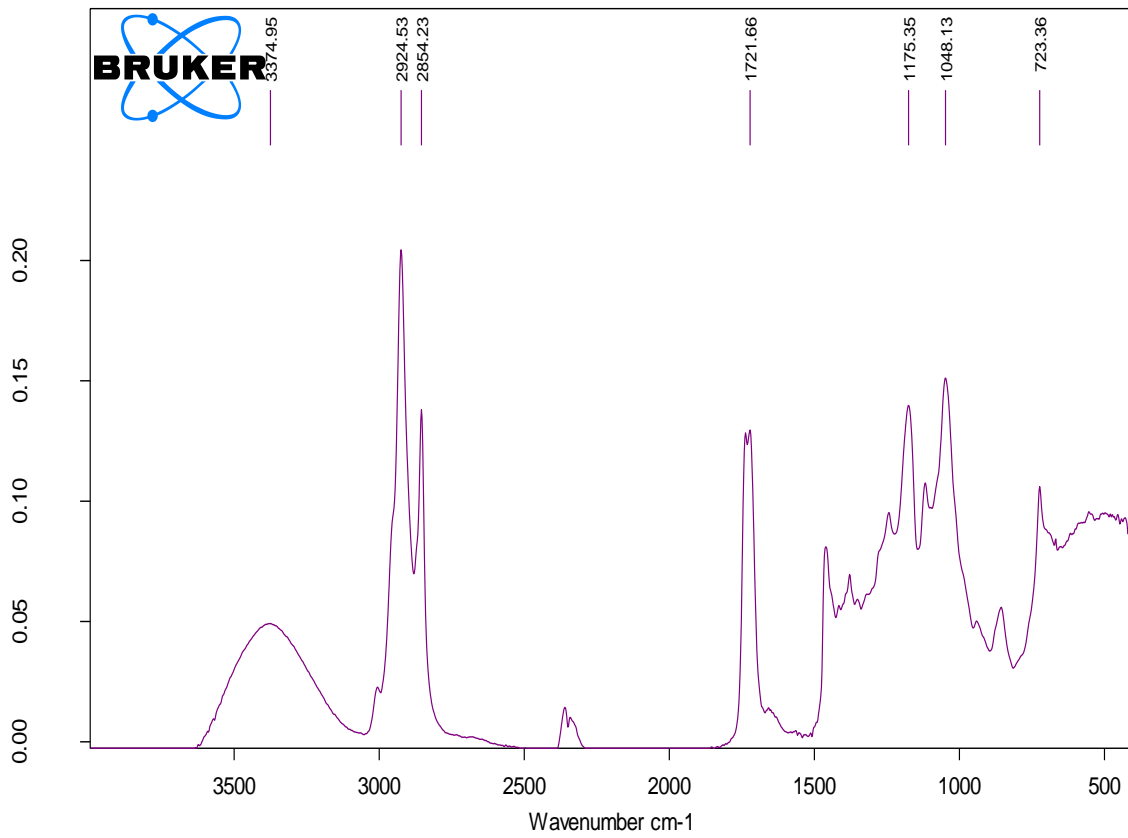
C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.32	009	Instrument type and / or accessory	Higuierilla 3:1 80 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------------	------------

Grafica 8. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 3:1 80 min



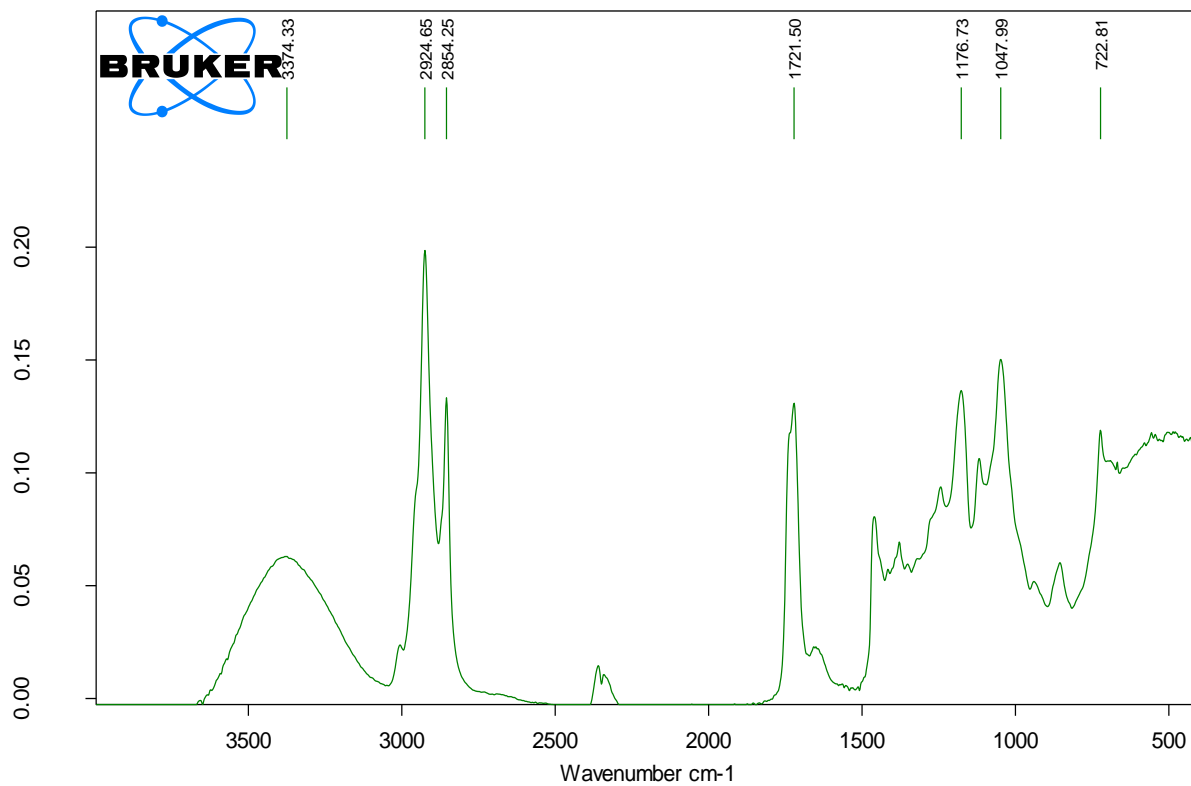
C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.33	010	Instrument type and / or accessory	Higuierilla 4:1 40 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------------	------------

Grafica 9. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 4:1 40 min



C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.34	011	Instrument type and / or accessory	Higuierilla 4:1 60 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------------	------------

Grafica 10. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 4:1 60 min



C:\Users\Administrator\Desktop\julian\agua.35	012	Instrument type and / or accessory	Higuierilla 4:1 80 min	23/01/2017
---	-----	------------------------------------	------------------------	------------

Grafica 11. Señal de Infrarrojo Aceite higuierilla 4:1 80 min