



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Producción de Biodiesel empleando ferrita de cobalto como catalizador

Biodiesel production using cobalt ferrite as catalyst

Monjaraz-Vallejo, J. J.,^a Ramos-Ramírez, E.,^b Gutiérrez-Ortega, N. L.,^c Serafín-Muñoz, A. H.^c

^aPosgrado en Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato, C.P. 36050, Guanajuato, Gto.

^bDepartamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato, C.P. 36050, Guanajuato, Gto.

^cDepartamento de Ingeniería Civil, División de Ingenierías, Universidad de Guanajuato, C.P. 36000, Guanajuato, Gto.

jdj.monjarazvallejo@ugto.mx, ramosre@ugto.mx, normagut@ugto.mx, sermuah@ugto.mx

Innovación tecnológica: Nuevo catalizador para producir biodiesel mediante un proceso sostenible y sustentable.

Área de aplicación industrial: Producción de biodiesel a nivel industrial, reacciones de esterificación y transesterificación.

Recibido: 25 de febrero 2016.

Aceptado: 20 de junio 2016.

Resumen

En la búsqueda de producir Biodiesel, un biocombustible renovable, mediante procesos ecológicos y sustentables, se sintetizó un catalizador tipo óxido mixto metálico que presenta actividad catalítica en las reacciones de esterificación y transesterificación de ácidos grasos de origen animal o vegetal para la conversión a biodiesel. Las condiciones de reacción utilizadas en el proceso de obtención de biodiesel mediante catálisis heterogénea, empleando ferrita de cobalto como catalizador, presenta ventajas sobre otros procesos ya estudiados, además de contribuir a la disminución del impacto ambiental al disminuir significativamente la generación de desechos contaminantes. El biodiesel se obtuvo mediante las reacciones de esterificación y transesterificación de ácidos grasos a una temperatura de 60 °C, con un 3% de ferrita de cobalto, en un tiempo de reacción de 30 min, con una relación molar 12:1 metanol/aceite y a presión atmosférica. Los parámetros de calidad del biodiesel se evaluaron de acuerdo a las normas

ASTM. La ferrita de cobalto presenta una excelente actividad catalítica en las reacciones de esterificación y transesterificación para la producción de biodiesel. El biodiesel obtenido cumple con los parámetros de calidad de las normas de la ASTM para su utilización en motores de combustión interna. Las propiedades físicas y químicas de la ferrita de cobalto permiten desarrollar un proceso sostenible y sustentable para la producción de biodiesel. El proceso planteado optimiza y potencializa la producción de biodiesel a nivel industrial. Esta investigación hace viable el uso de biodiesel como biocombustible.

Palabras claves: Estándares ASTM, Biodiesel, Ferrita de Cobalto, Óxido Mixto, Transesterificación.

Abstract

In the search to generate biodiesel, as renewable biofuel, by ecological and sustainable processes, a catalyst type metal mixed oxide was synthesized. This catalyst present activity in the esterification's and transesterification's reaction of fatty acids from vegetal and animal origin for the biodiesel transformation. The reaction conditions used for the biodiesel production by heterogeneous catalysis utilize cobalt ferrite as catalyst has advantages besides other process already studied, beside to contribute to reduction of environmental impact by diminish of waste generation. The Biodiesel is obtained by the esterification's and transesterification's reactions at a temperature of 60 ° C, a 3% cobalt ferrite, a reaction time of 30 min, with in a molar ratio 12:1 methanol/oil and atmospheric pressure. The quality's parameters of biodiesel were valued under ASTM's standards. The cobalt ferrite presents an excellent catalytic activity in the esterification's and transesterification's reactions for the biodiesel production. The biodiesel obtained complies with the quality's parameters of ASTM's standards for use in internal combustion motor. The properties physics and chemists of cobalt ferrite afford to develop a sustainable process. This process optimizes and promote the biodiesel production to industrial level. This investigation makes possible the use of biodiesel like a biofuel.

Keywords: ASTM's standards, Biodiesel, Cobalt Ferrite, Mixed Oxide, Transesterification.

I. Introducción

Uno de los más grandes retos que enfrenta la humanidad hoy en día, es el abastecimiento energético. México es un ejemplo de los países que dependen de combustibles fósiles para generar energía. Muchas investigaciones se desarrollan para tratar de resolver esta dependencia energética y generar fuentes de energías alternativas, el biodiesel es un ejemplo de un combustible renovable que es investigado para dar solución a la dependencia energética. El biodiesel es una mezcla de alquilésteres obtenido por transesterificación de ácidos grasos de origen vegetal o animal (Zhou, *et al.*, 2015).

En los procesos industriales para la producción de biodiesel se emplean sistemas de reacción en fase homogénea. Estos procesos son relativamente rápidos en la etapa de transesterificación y presentan altas conversiones, sin embargo, el catalizador no puede ser reutilizado, se requieren etapas de neutralización y purificación del biodiesel que aumentan los costos de producción y generan importantes efluentes contaminantes. El proceso de producción de biodiesel con catálisis homogénea incluye la transesterificación, separación por densidad, recuperación del metanol, lavados consecutivos del biodiesel y secado del biodiesel (Fukuda, *et al.*, 2001).

Existen diferentes métodos para la obtención de biodiesel como lo son la catálisis homogénea (ácida o básica), reacciones enzimáticas y la catálisis heterogénea (ácida o básica) (Helwani, 2009). Una alternativa que promete una solución, es la catálisis heterogénea, eliminando problemas operacionales y ambientales que presenta la producción convencional de biodiesel. A nivel laboratorio, se estudian una variedad de sólidos básicos como zeolitas modificadas, hidrotalcitas, metales alcalinos soportados y óxidos alcalinotérreos, los cuales han sido probados en la transesterificación con el fin de solventar los problemas mencionados y simplificar el proceso de producción (Becerra, *et al.*, 2010).

En los últimos años se han desarrollado una gran variedad de catalizadores heterogéneos, sin embargo, ellos presentan algunas desventajas en cuestión de tiempo de reacción, condiciones de operación supercríticas, baja actividad catalítica, componentes metálicos costosos, no se reporta cumplimiento del biodiesel producido con normas para su empleo como combustible en motores de combustión interna. Una revisión extensa de los catalizadores desarrollados fue realizada por Lee *et al.* (2015) mostrando que los catalizadores presentan ventajas y desventajas que se deben de mejorar.

Las hidrotalcitas son materiales naturales o sintéticos que presentan una estructura química del tipo de hidróxidos dobles laminares con fórmula $([M(II)_{1-x}M(III)_x(OH)_2]^{x+}(A^{n-}_{x/n}) \cdot mH_2O)$.

Investigaciones recientes muestran que estos materiales presentan actividad en la reacción de transesterificación, además de ser precursores de óxidos mixtos metálicos que son estudiados para la producción de biodiesel (Lee, 2015). Una hidrotalcita de Mg/Al sintetizada por el método de coprecipitación y activada con una solución de $Ca(OH)_2$ presentó una conversión del 93.4 % en 4 horas de reacción (Yi-Tong, *et al.*, 2015).

En el caso de los óxidos mixtos metálicos se pueden preparar una variedad de catalizadores como lo pueden ser de Mg/Al, Zn/Al, Mg/Zn/Al o Mg-La para la reacción de transesterificación (Fraile, *et al.*, 2010). En otras investigaciones se ha evaluado la actividad de los óxidos mixtos metálicos $ZnAl_2O_4$, $CuAl_2O_4$, $NiAl_2O_4$, $CoAl_2O_4$, $ZnFe_2O_4$, $NiFe_2O_4$ y $ZnCo_2O_4$ (Sankaranarayanan, *et al.*, 2013). En la patente estadounidense US 20130331587A1 (2013) se evaluó la obtención de diferentes óxidos mixtos metálicos tomando como metales trivalentes Al^{3+} , Fe^{3+} y Cr^{3+} , como metales divalentes Mg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} y Ca^{2+} ; evaluando la actividad de los óxidos obtenidos en tiempos desde 1 hasta 24 horas. En todos los casos se ha encontrado que los tiempos de conversión requieren de procesos de horas para ser considerados eficientes.

En la búsqueda de solucionar los problemas que conlleva la catálisis convencional para la producción de biodiesel, se ha estudiado un óxido mixto metálico que proviene de un hidroxicarbonato hidratado de cobalto y hierro. Este óxido mixto también conocido como ferrita de cobalto, es un material con propiedades muy interesantes y utilizadas en diferentes aplicaciones en medicina, ingeniería y tecnología. Al igual que para

preparar hidrotalcitas existen varios métodos empleados para la preparación de la ferrita de cobalto, el método por el que se preparan confiere diferentes características al material (Ianos, *et al.*, 2015).

La ferrita de cobalto presenta actividad catalítica, por ejemplo, una ferrita de cobalto sintetizada por el método sol gel fue evaluada para la hidrólisis del 4-nitrofenil fosfato (Akl, *et al.*, 2009). Ferritas de cobalto más complejas también son utilizadas en catálisis, una ferrita de cobalto modificada con carbón activado fue usada como catalizador para descomposición de metanol (Genova, *et al.*, 2014). También una ferrita de cobalto preparada por termólisis de un ferroxalato de cobalto coordinado, presenta actividad para la combustión del metano (Raluca, *et al.*, 2013).

En el presente trabajo se presenta la síntesis de la ferrita de cobalto por medio de calcinación del hidroxicarbonato Cobalto/Hierro obtenido por coprecipitación con modificaciones a la técnica convencional, para obtener las propiedades deseadas en el precursor del catalizador. También se presenta la caracterización de la ferrita de cobalto y la evaluación de la actividad catalítica en la reacción de transesterificación del material obtenido. El biodiesel obtenido fue evaluado con normas ASTM (American Society for Testing Materials), que a su vez son coincidentes con normas europeas e ISO, para ser empleado en motores de combustión interna.

II. Materiales y Equipo

El análisis térmico del sólido sintetizado se realizó en un equipo Universal V4.5A TA

Instruments: SDT Q600 V20.5 Build 15. La velocidad de calentamiento, fue de 10 °C/min, desde 25 °C hasta 1,100 °C, en aire seco. El análisis infrarrojo de la ferrita de cobalto se obtuvo con un Espectrómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier marca Bruker modelo Tensor 27 con óptica sellada y desecada, operado a temperatura ambiente y controlado por el paquete de computadora OPUS versión 6.5. La obtención del espectro FTIR fue a los 32 barridos, con una resolución de 4 cm⁻¹, en el rango de frecuencia de 4000 a 400 cm⁻¹.

El análisis por DRX (Difracción de Rayos X) se realizó en un difractor INEL EQUINOX con un tubo de rayos X, acoplado a un ánodo de cobre y usando una radiación CuK_α, cuya longitud de onda (λ) fue de 1.5418Å con ánodo de cobre, operando a 30 kv y 20 mA. Las isoterms de adsorción-desorción de nitrógeno a 77K, fueron determinadas usando un equipo automático micromeritics ASAP 2010. El área específica BET fue calculada de las isoterms usando los valores de adsorción de la relación P/Po de 0.05 a 0.03.

Para la determinación semicuantitativa del porcentaje de conversión se utilizó una adaptación de la técnica de análisis de infrarrojo con ATR (Attenuated Total Reflection), esta técnica es utilizada para determinar el contenido de biodiesel en una mezcla diésel-biodiesel, la técnica se encuentra establecida en la norma ASTM D7371.

Para determinar los metilésteres presentes en el biodiesel se utilizó un estándar supelco FAME MIX C8-C22 No. Catalogo 18920-

1AMP SIGMA. El equipo empleado fue un cromatógrafo Perkin Elmer Precisley Clarus 500 Gas Chromatograph con una columna HP-88 longitud de 100 metros, I.D. 0.250 mm; Film 0.20 μm con detector en Flama (FID).

III. Métodos Experimentales

Síntesis del Catalizador

Se sintetizó el precursor del catalizador por medio de coprecipitación. La solución que contenía los metales fue preparada añadiendo cristales de nitrato de cobalto hexahidratado ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) grado analítico y cristales de nitrato de Hierro III nonahidratado ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) grado analítico marca Golden bell, en una relación molar 3:1. La ferrita de cobalto se obtuvo por calcinación del hidroxicarbonato cobalto/Hierro a 700°C durante 4 horas.

Producción de Biodiesel a nivel laboratorio

Se empleó un 3% de catalizador, metanol en una relación molar 12:1 con respecto al aceite. La reacción se llevó a cabo a una temperatura de 65°C , una agitación de 2400 rpm y a presión atmosférica. Como fuente de ácidos grasos se empleó aceite de canola marca Capullo®. Se estudiaron tiempos de reacción de 30 y 60 min.

Evaluación del biodiesel

La evaluación del biodiesel se llevó a cabo conforme a cada norma correspondiente de la ASTM, como se observa en la tabla 1.

Tabla 1. Normas ASTM.

Parámetro	Norma ASTM
Viscosidad	D445
Densidad	D1217
Índice de Acidez	D664
Corrosión de lámina de cobre	D130
Turbidez	D2500

IV. Resultados y Discusión

Caracterización de la ferrita de cobalto

Mediante el Análisis Termogravimétrico (TGA) se determinaron las temperaturas a las cuales el material sufre una pérdida de peso relacionado con la descomposición del sólido sintetizado. Con el Análisis Térmico Diferencial (DTA) se identificaron los tipos de reacciones endotérmicas o exotérmicas asociadas con la evolución térmica del material. En la Figura 1 se muestra el Termograma del precursor del catalizador.

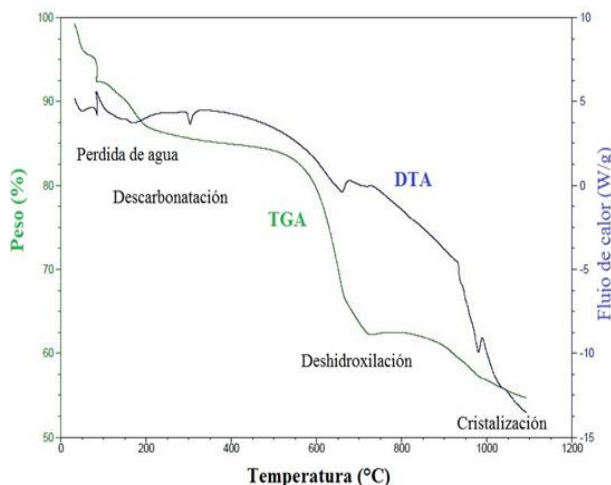


Figura 1. Termograma del precursor del catalizador.

En el gráfico de DTA se observa tres reacciones de descomposición endotérmicas a 110 , 300 y 700°C . La reacción a 110°C es

atribuida a la eliminación de agua, la reacción a 300°C se atribuye a la deshidroxilación parcial y descarbonatación del precursor. La reacción endotérmica a 700°C se atribuye a la deshidroxilación y formación de la ferrita de cobalto. Esta evolución es concerniente a un material tipo hidrotalcita como lo reportado para hidrotalcitas de Mg/Al y Mg/Al dopadas con Zirconio (Yingqun, *et al.*, 2016 y Janusz, *et al.*, 2016). A partir del termograma se determinó la temperatura de calcinación para obtener el catalizador, la ferrita de cobalto se obtuvo por calcinación a 700°C.

Para confirmar la evolución del material se realizaron análisis infrarrojos, los cuales se muestran en la Figura 2 para la ferrita de cobalto.

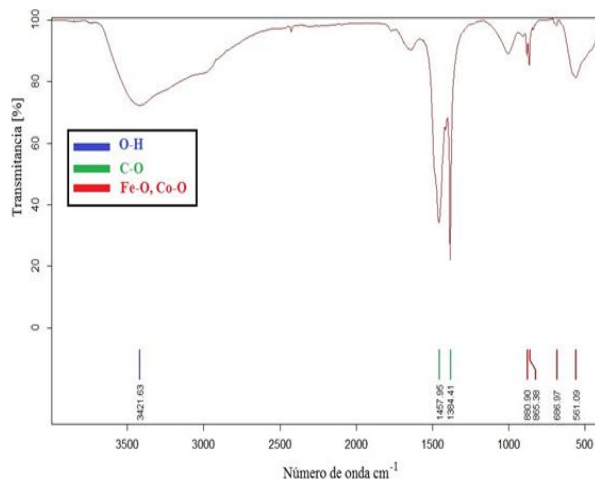


Figura 2. Espectro Infrarrojo de la ferrita de cobalto.

La señal localizada alrededor de los 3400 cm^{-1} en el espectro infrarrojo pertenece a los grupos hidroxilos remanentes en la ferrita de cobalto, las señales entre 1380 y 1600 cm^{-1} pertenecen a los carbonatos remanentes en la ferrita de cobalto y las 4 señales de 500 a

970 cm^{-1} pertenecen a los enlaces Fe-O (Fierro-Oxígeno) y Co-O (Cobalto-Oxígeno), estas cuatro señales son características de un espectro infrarrojo de la ferrita de cobalto (Rohollah, *et al.*, 2015). A diferencia de otras ferritas de cobalto sintetizadas el espectro muestra una gran afinidad por la captación de carbonatos.

Para confirmar la fase de ferrita de cobalto se llevó a cabo el Análisis de Difracción de Rayos X (Figura 3).

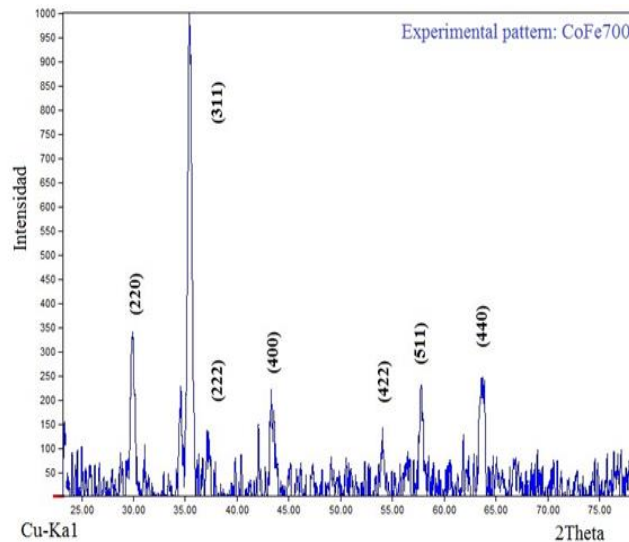


Figura 3. Difractograma de la ferrita de cobalto.

En el difractograma que se muestra en la figura 3 se identifica a la ferrita de cobalto, con sus índices de Miller (220, 311, 222, 400, 422, 511 y 440) que corresponden a la tarjeta 22-1086 del Powder Diffraction File de la ferrita de cobalto. Esto hace referencia a una estructura cristalina de espinela cubica y doble laminar, con fórmula CoFe_2O_4 (Cortés, *et al.*, 2015).

A partir de la ecuación de Scherrer se calculó el tamaño de cristal de la ferrita de cobalto obteniendo un tamaño de 34 nm. El tamaño obtenido es cercano a otras ferritas reportadas (El-Shobaky, *et al.*, 2010). Una vez identificado el catalizador se determinaron sus propiedades texturales obteniendo un área específica de 8.29 m²/g, un tamaño de poro de 17.49 nm y un volumen de poro de 0.0363 cm³/g. El catalizador de acuerdo a la IUPAC es clasificado como un material mesoporoso con tamaño de poro entre 2 y 50 nm (Dongyuan, *et al.*, 2013).

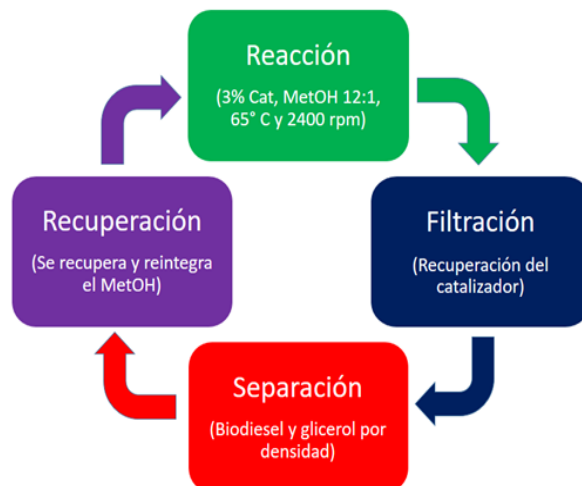


Figura 3. Proceso de producción de biodiesel.

Producción de Biodiesel

La producción de biodiesel se llevó a cabo de acuerdo a lo descrito en el apartado 3.b. la cual consistió en las siguientes etapas (Figura 4):

1. Reacción de transesterificación (tiempo variado de 30 a 60 min).
2. Recuperación del catalizador por filtración.
3. Separación por densidad de las fases (Biodiesel y glicerol).
4. Recuperación del metanol remante en las fases (por calentamiento).

A nivel laboratorio se ha calculado un tiempo de producción total de 2 horas y 2 horas con 30 min para todo el proceso de producción, con un tiempo óptimo de reacción de solo 30 minutos.

Las ventajas principales que presenta este proceso es que el metanol se puede recuperar y reintegrar a la línea de producción, durante el proceso no se utiliza agua, por lo que no se genera ningún efluente contaminante y que el catalizador se puede emplear en otros ciclos. Actualmente se está desarrollando el análisis de los ciclos de vida del catalizador. Cuando se utilizan catalizadores heterogéneos en la producción de biodiesel se reducen las etapas del proceso, eliminando los lavados consecutivos del biodiesel y la etapa de secado (Becerra, *et al.*, 2010).

Calidad del Biodiesel

Un parámetro físico característico de la conversión del aceite a biodiesel es la disminución de la viscosidad, un aceite

presenta una viscosidad de 32 centipoise (cp) o mm^2/s , mientras que el biodiesel de acuerdo a la Norma ASTM D445 debe tener entre 1.9 a 6 cp. Las viscosidades del biodiesel obtenido se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Viscosidad del biodiesel.

Tiempo de reacción	Viscosidad (cp)
30 min	3.98 ± 0.16
60 min	3.54 ± 0.39

El biodiesel obtenido cumple con lo establecido en la norma correspondiente de viscosidad. Un parámetro físico que varía poco respecto al valor del aceite al biodiesel es la densidad. En la tabla 3 se muestra la densidad obtenida para el biodiesel.

Tabla 3. Densidad del biodiesel.

Tiempo de reacción	Densidad (kg/m^3)
30 min	879 ± 0.1
60 min	877 ± 0.7

La norma ASTM D 1217 para densidad establece que el biodiesel debe tener entre $860 - 900 \text{ kg}/\text{m}^3$, el biodiesel obtenido cumple con el rango.

El tercer parámetro analizado es el índice de acidez, el cual muestra la cantidad de ácidos grasos libres contenidos en la muestra.

La materia prima empleada presenta valores arriba de $0.6 \text{ mgKOH}/\text{g}$ de índice de acidez y el biodiesel producido presenta valores de

$0.16-0.17 \text{ mgKOH}/\text{g}$, esto nos indica que se está llevando a cabo un proceso de esterificación de ácido grasos libres en el momento de la reacción. La cantidad de ácidos grasos disminuye hasta un 75% del valor original, es decir el catalizador presenta actividad catalítica en reacciones de transesterificación y esterificación. La norma para este parámetro marca un máximo de $0.5 \text{ mgKOH}/\text{g}$, los cuales se encuentran en las muestras de biodiesel obtenido, por debajo de la norma de acuerdo con los valores mostrados en la tabla 4.

Tabla 4. Índice de acidez del biodiesel.

Tiempo de reacción	I.A. (mgKOH/g)
30 min	0.163 ± 0.002
60 min	0.172 ± 0.001

Otro parámetro de calidad analizado es la corrosión de la lámina de cobre, este es indicativo de la fuerza corrosiva que tiene el biodiesel sobre partes metálicas del motor, la norma indica que se debe encontrar en la clase 1 para ser utilizados y el biodiesel obtenido cumple como se puede observar en la tabla 5.

Tabla 5. Corrosión de la lámina de cobre para el biodiesel.

Tiempo de reacción	Clase
30 min	1 ^a
60 min	1 ^a

El parámetro normado que es la turbidez, es indicativo de las zonas geográficas en las que se puede utilizar el biocombustible, la norma de la ASTM no presenta un rango para la turbidez. Sin embargo, es indispensable para su empleo como

biocombustible. En la tabla 6 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 6. Turbidez del biodiesel.

Tiempo de reacción	°C
30 min	6 ±0.7
60 min	5±1.4

Composición de biodiesel

La composición del biodiesel se determinó por GPC-FID (Cromatografía de gases con detector en Flama), el cromatograma de la muestra se observa en la Figura 5.

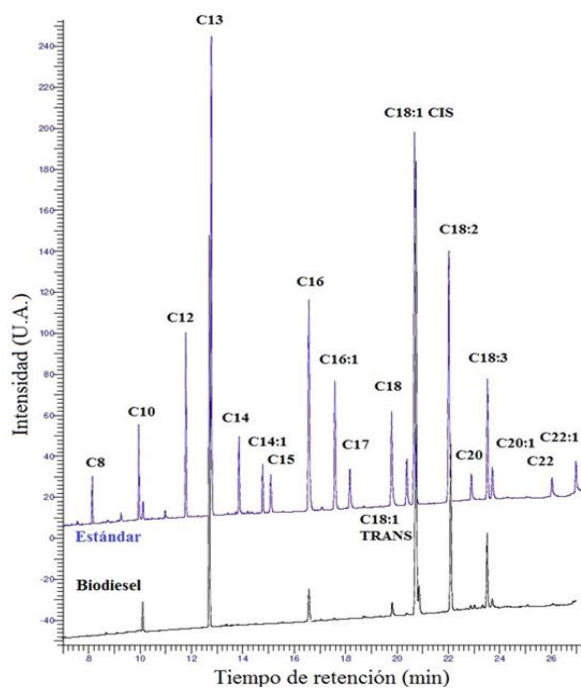


Figura 5. Cromatograma de biodiesel.

Como se puede observar en el cromatograma, el biodiesel es una mezcla de alquil ester. Los cuales se identifican y cuantifican sus porcentajes relativos de cada uno de los alqui ester. El

biodiesel obtenido a partir del aceite comercial capullo con ferrita de cobalto como catalizador, presentaron una composición mayoritaria de metiloleato, seguido del metilinooleato; una composición minoritaria del metil α -linolenoato, metilpalmitato, metilcapreato, metilestereato y metileicosenoato, de acuerdo con los resultados mostrados en la Tabla 7.

Tabla 7. Porcentaje de metilésteres en el biodiesel.

Metiléster	Tiempo de retención (min)		Porcentaje
	Estándar	Biodiesel	
C10	9.95	10.11	2.81 ± 0.24%
C13	12.78	12.77	Estándar interno
C16	16.58	16.55	4.42 ± 0.04%
C18	19.80	19.78	1.63 ± 0.02%
C18:1 cis	20.70	20.69	60.65 ± 0.42%
C18:2	22.02	22.01	20.78 ± 0.71%
C18:3 cis	23.53	23.52	9.17 ± 0.33%
C20:1	23.72	23.70	1.10 ± 0.10%

Semicuantificación de la conversión

Para tener una idea más cuantitativa del porcentaje de conversión se realizó un análisis semi cuantitativo, obteniendo el espectro infrarrojo que se muestra en la figura 6.

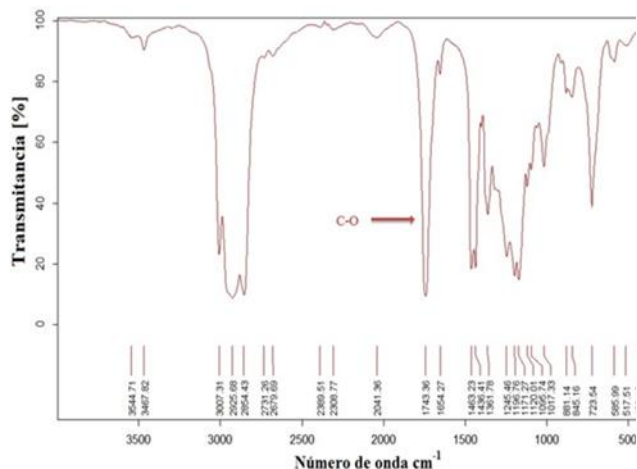


Figura 4. Espectro infrarrojo del biodiesel.

La banda que se observa a 1743.36 cm⁻¹ corresponde a la frecuencia de vibración C-O la cual modifica su intensidad de acuerdo con la cantidad de alquilesteres que se van produciendo en la conversión a biodiesel. En la tabla 8 se muestran los porcentajes de conversión obtenidos.

Tabla 8. Porcentajes de conversión.

Tiempo de reacción	Porcentaje de conversión
30 min	93.56 ± 0.12
60 min	97.55 ± 0.23

Los porcentajes de reacción muestran que se obtiene una conversión cercana al 93% en 30 min de reacción y cercana al 97% en una hora de reacción, lo cual a nivel industrial es una ventaja energética y económica solo requerir 30 min para la conversión haciendo innecesario emplear tiempos de reacción de 60 min, ya que solo aumenta un 4% la conversión. Estos valores de conversión obtenidos empleando ferrita de cobalto como catalizador heterogéneo son mayores a los reportados para catálisis convencional en 30 min de reacción que son cercanos al 88% (Natja-nan, *et al.*, 2015).

En la tabla 9 se hace una comparación entre proceso convencional (Leung and Guo, 2006) y el proceso propuesto en este trabajo.

Tabla 9. Comparativa de procesos.

Parámetro	Ferrita de cobalto	Catálisis convencional
Tiempo de producción	2 horas	24 horas
Tiempo de reacción	Ideal 30 min	Ideal 1 hora
Conversión	90%	90%
Consumo de agua por litro de biodiesel	0 litros	3 litros
Subproductos con valor agregado	Glicerol	Glicerol
Subproductos contaminantes	Ninguno	Jabón
Etapas previas de tratamiento	Ninguna	Pre esterificación
Etapas de purificación	Ninguna	Necesarias
Calidad del biodiesel	Cumple con normas internacionales (ASTM, EN e ISO)	Si es purificado adecuadamente cumple con las normas

Como se puede observar, el proceso propuesto en este trabajo presenta ventajas importantes sobre el método convencional, lo cual lo hace viable para pasar al proceso de transferencia tecnológica para su empleo a nivel industrial.

V. Conclusiones

Se sintetizó y caracterizó el catalizador, identificado como ferrita de cobalto. El catalizador presentó una alta actividad catalítica en las reacciones de esterificación y transesterificación de ácidos grasos. La alta actividad catalítica en la reacción de esterificación, permite plantear el empleo de materias primas no altamente refinadas lo que impacta directamente en la disminución del costo de producción del biodiesel.

Las condiciones ideales de reacción empleadas en la producción de biodiesel son 3% de ferrita de cobalto, metanol en relación molar 12:1 con el aceite, una temperatura de 65°C, agitación de 2400 rpm y presión atmosférica. Las condiciones de reacción empleadas permiten que este proceso pueda ser fácilmente llevado a nivel industrial.

El proceso planteado con ferrita de cobalto como catalizador disminuye a 4 etapas en comparación con el proceso convencional de producción de biodiesel eliminando etapas de purificación y generación de efluentes contaminantes, también permite suprimir etapas de preesterificación de la materia prima. A nivel industria la producción de biodiesel tiene un total de 24 horas para generar el biodiesel, en el proceso desarrollado en esta investigación se tiene un tiempo de producción total de 2 horas.

Al emplear la ferrita de cobalto como catalizador, además de reducir el número de etapas se tiene la ventaja de utilizar condiciones no supercríticas y tiempos cortos de reacción. Por ejemplo, en un trabajo se empleó una hidrotalcita de Mg/Al obteniendo conversión del 90% en 4 horas

de reacción (Hong-yan, *et al.*, 2008). En otro trabajo, utilizando un óxido mixto de Zn/Al ($ZnAl_2O_4$) obtienen un 100% de conversión en 10 horas de reacción (Sankaranarayanan, *et al.*, 2013). En un patente utilizan diferentes óxidos mixtos metálicos obteniendo buenos rendimientos en tiempos de 5 horas (US 20130331587A1, 2013).

Se lograron obtener porcentajes de conversión cercanos al 93% en 30 min de reacción y cercanos al 97% en 60 min de reacción; superando los porcentajes de catálisis convencional. Además de obtener un alto porcentaje de conversión en tiempos de 30 min mediante la catálisis heterogénea empleando ferrita de cobalto, el biodiesel obtenido cumple con las normas de la ASTM para su aplicación como biocombustible en motores de combustión interna.

En conclusión, el presente trabajo permite plantear un proceso alternativo para producir biodiesel de calidad, el proceso aquí planteado es sostenible y sustentable para potencializar la producción de biodiesel a nivel industrial.

VI. Agradecimientos

Agradezco muy especialmente a la Dirección de Apoyo a la Investigación y Al Posgrado (DAIP) de la Universidad de Guanajuato por el apoyo otorgado para poder desarrollar este proyecto en el marco del proyecto de investigación "Obtención de biodiesel empleando catalizadores heterogéneos del tipo óxidos mixtos naturales y sintéticos", dentro de la convocatoria Institucional de investigación 2014.

VII. Referencias Bibliográficas

1. Akl, Tarek Ghaddar Joelle, Aline Ghanemb, Houssam El-Rassy “Cobalt ferrite aerogels by epoxide sol–gel addition: Efficient catalysts for the hydrolysis of 4-nitrophenyl phosphate” *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 312, 2009, 18–22.
2. Becerra M., Centeno A., Giraldo S.A., “Searching for Solid Base Catalysts for Biodiesel Production” *Información Tecnológica*, 21, N° 4, 2010, 57-66.
3. Cortés Martha S., A. Martínez-Luévanos, L.A. García-Cerda, O.S. Rodríguez-Fernández, A.F. Fuentes, J. Romero-García, Sagrario M. Montemayor “Nanostructured Pure and Substituted Cobalt Ferrites: Fabrication by Electrospinning and Study of Their Magnetic Properties” *Journal of Alloys and Compounds* 653, 2015, 290-297.
4. Dongyuan Zhao, Ying Wan and Wuzong Zhou “Ordered Mesoporous Materials” Edit. Wiley-VCH. 1° Edición, 2013, 1.
5. El-Shobaky G.A., A.M. Turkyb, N.Y. Mostafa, S.K. Mohamed “Effect of preparation conditions on physicochemical, surface and catalytic properties of cobalt ferrite prepared by coprecipitation” *Journal of Alloys and Compounds* 493, 2010, 415–422.
6. Fraile José M., Nuria García, José A. Mayoral, Elisabet Pires, Laura Roldán “The basicity of mixed oxides and the influence of alkaline metals: The case of transesterification reactions” *Applied Catalysis A: General* 387, 2010, 67–74.
7. Fukuda Hideki, Akihiko Kondo, Hideo Noda; “Biodiesel Fuel Production by Transesterification of Oils” *Journal of Bioscience and Bioengineering* Vol. 92, No. 5, 2001, 405-416.
8. Genova Izabela, Tanya Tsoncheva, Momtchil Dimitrov, Daniela Paneva, Boyko Tsyntsarski, Radostina Ivanova, Zara Cherkezova-Zheleva, Temenuzhka Budinova, Daniela Kovacheva, Ivan Mitov, Nartzislav Petrov “Cobalt ferrite nanoparticles hosted in activated carbon from renewable sources as catalyst for methanol decomposition” *Catalysis Communications* 55, 2014, 43–48.
9. Helwani Z., M.R. Othman, N. Aziz, J. Kim, W.J.N. Fernando, “Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: A review” *Applied Catalysis A: General* 363, 2009, 1–10.
10. Hong-yan Zeng, Zhen Feng, Xin Deng, Yu-qin Li “Activation of Mg–Al hydrotalcite catalysts for transesterification of rape oil” *Fuel* 87, 2008, 3071–3076.
11. Ianos Robert, “Highly sinterable cobalt ferrite particles prepared by a modified solution combustion synthesis” *Materials Letters*. 135, 2015, 24-26.

12. Janusz Nowicki, Józef Lach, Maria Organek, Ewa Sabura “Transesterification of rapeseed oil to biodiesel over Zr-doped Mg/Al hydrotalcites” *Applied Catalysis A: General* 524, 2016, 17–24.
13. Kanan Srinivasan, Sivashunmugan Sankaranarayan, Churchill Angel Antonyraj “Process for the preparation of fatty acid alkyl esters (biodiesel) from triglyceride oils using eco-friendly solid base catalysts” *US 20130331587A1*, 2013.
14. Lee Adam F., Karen Wilson, “Recent developments in heterogeneous catalysis for the sustainable production of biodiesel” *Catalysis Today* 242, 2015, 3–18.
15. Leung and Guo; “Transesterification of neat and used frying oil: Optimization for biodiesel production” *Fuel Processing Technology* 87, 2006, 883–890.
16. Natja-nan Boon-anuwat, Worapon Kiatkittipong, Farid Aiouache, Suttichai Assabumrungrat; “Process design of continuous biodiesel production by reactive distillation: Comparison between homogeneous and heterogeneous catalysts” *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*. 92, 2015, 33–44.
17. Raluca Dumitru, Florica Papa, Ioan Balint, Daniela C. Culita, Cornel Munteanu, Nicolae Stanica, Adelina Ianculescu, Lucian Diamandescu, Oana Carp “Mesoporous cobalt ferrite: A rival of platinum catalyst in methane combustion reaction” *Applied Catalysis A: General* 467, 2013, 178–186.
18. Rohollah Safi, Ali Ghasemi, Reza Shoja-Razavi, Majid Tavousi “The role of pH on the particle size and magnetic consequence of cobalt ferrite” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 396 2015, 288–294.
19. Standard Test Method for determination of biodiesel (Fatty Acid Methyl Esters) Content in Diesel Fuel Oil Using Mid Infrared Spectroscopy (FTIR-ATR-PLS Method) *ASTM D7371-07*.
20. Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and calculation of Dynamic Viscosity) *ASTM D445-12*.
21. Standard Test Method for Density and Relative Density (Specific Gravity) of Liquids by Bingham Pycnometer *ASTM D1217-12*.
22. Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration *ASTM D664-11*.
23. Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test *ASTM D130-12*.

24. Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products ASTM D2500-11.

25. Sankaranarayanan T.M., R. Vijaya Shanthi, K. Thirunavukkarasu, A. Pandurangan, S. Sivasanker “Catalytic properties of spinel-type mixed oxides in transesterification of vegetable oils” *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 379, 2013, 234– 242.

26. Yingqun Ma, Qunhui Wang, Lu Zheng, Zhen Gao, Qiang Wang, Yuhui Ma, “Mixed methanol/ethanol on transesterification of waste cooking oil using Mg/Al hydrotalcite catalyst” *Energy* 107, 2016, 523-531.

27. Yi-Tong Wang, Zhen Fang, Fan Zhang, Bao-Jin Xue “One-step production of biodiesel from oils with high acid value by activated Mg–Al hydrotalcite nanoparticles” *Bioresource Technology* 193, 2015, 84–89.

28. Zhou Quan, Heng Zhang, Fei Chang, Hu Li, Hu Pan, Wei Xue, De-Yu Hu, Song Yang; “Nano La_2O_3 as a heterogeneous catalyst for biodiesel synthesis by transesterification of *Jatropha curcas* L. oil” *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 31, July 2105, 385-292.