

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



PROPUESTA PARA LA OPTIMIZACIÓN DE LA OBTENCIÓN DE BIODIESEL
A PARTIR DEL ACEITE DE *Sapindus saponaria* (Pacún) UTILIZANDO
MÉTODOS DE SUPERFICIE DE RESPUESTA

TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR:
DAVID MARVIN FERRER MARTÍNEZ

16 DE FEBRERO
DE 1841
PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA DE QUÍMICA Y FARMACIA

SEPTIEMBRE DE 2007

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMÉRICA.



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

Rectora:

Dra. María Isabel Rodríguez

Secretaria General:

Licda. Alicia Margarita Rivas de Recinos

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

Decano:

Lic. Salvador Castillo Arévalo

Secretaria:

MSc. Miriam del Carmen Ramos de Aguilar.

COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN.**Coordinadora General:**

Lic. María Concepción Odette Rauda Acevedo

Asesora de área de Análisis de Alimentos: Fisicoquímico

Ing. Rina Lavinia Hidalgo de Medrano

Asesora de área de Gestión Ambiental: Toxicología y Química Legal

Licda. María Luisa Ortiz de López

Docentes Directores

Licda. Morena Lizette Martínez de Díaz

Ing. Sergio Armando Maravilla Miranda

Lic. Marco Antonio Aquino Campos

AGRADECIMIENTOS

- A Dios todo poderoso: por permitirme culminar de la mejor manera mi carrera profesional.
- A mis Padres Orlando Ferrer y Rosa de Ferrer: por su eterno apoyo y amor incondicional.
- A mis hermanos Jeft, Steve y Tatiana: razón por la cual ha valido la pena todo esfuerzo.
- A mi familia: por toda la ayuda desinteresada que siempre me brindaron.
- A mis asesores Licda. Morena Lizette Martínez de Díaz, Ing. Sergio Armando Maravilla Miranda, Lic. Marco Antonio Aquino Campos: porque gracias a sus conocimientos y experiencia profesional he terminado con éxito este trabajo.
- A mi novia Jeniffer Guzmán: porque gracias a su cariño, comprensión y ayuda incondicional, culminé esta meta.
- A mi amiga Susana Alfaro y su familia: personas de las cuales siempre encontré ayuda para seguir adelante.
- A todas mis amigas y amigos: que siempre me apoyaron para culminar mi carrera.

David Ferrer

DEDICATORIAS

- A Dios: por iluminarme y permitirme dar feliz termino al final de mi carrera.
- A mis padres Orlando Ferrer y Rosa de Ferrer: por todo el apoyo y comprensión a lo largo del camino, piezas fundamentales de mi caminar.
- A mis hermanos Jeft, Steve y Tatiana: que con sus alientos constantes, tiempo invertido a mi lado y gran apoyo me empujaban a seguir adelante.
- A mis otros familiares: pues de una manera o de otra me apoyaron a continuar en mi camino.
- A mis asesores Licda. Morena Lizette Martínez de Díaz, Ing. Sergio Armando Maravilla Miranda, Lic. Marco Antonio Aquino Campos: porque se convirtieron en la pieza fundamental para alcanzar la meta propuesta.
- A mi novia Jeniffer Guzmán: porque con todo su apoyo, amor, comprensión e impulso constante me ayudo a continuar siempre.
- A mi amiga Susana Alfaro y su familia: por convertirse en otro de los motores fundamentales en este largo caminar.
- A todos mis amigas y amigos: pues siempre estuvieron a mi lado.

David Ferrer

ÍNDICE

	Pág.
Resumen	
Capitulo I	
1.0 Introducción	xiv
Capitulo II	
2.0 Objetivos	
Capitulo III	
3.0 Marco Teórico	18
3.1 Biodiesel	18
3.2 Monografía del <i>Sapindus saponaria</i>	22
3.3 Introducción a la Metodología de Respuesta	26
Capitulo IV	
4.0 Diseño Metodológico	35
4.1 Tipo de Estudio	35
4.2 Investigación Bibliográfica	35
4.3 Parte Experimental, Resultados y Discusión de resultados	36
4.3.1 Extracción del aceite	36
4.3.2 Obtención de biodiesel	37
4.3.3 Determinar las mejores condiciones de trabajo	38

4.3.4	Obtención de biodiesel luego de optimizar el proceso de pretratamiento	56
4.3.5	Comparar el porcentaje de rendimiento de los biodiesel obtenidos	56
4.3.6	Análisis Fisicoquímico del biodiesel	57
4.3.6.1	Pruebas Físicas	57
4.3.6.2	Pruebas Químicas	57
4.3.7	Determinación de la calidad mediante comparación con las normas ASTM (Sociedad Americana de Ensayos y Materiales)	61
Capitulo V		
5.0	Conclusiones	63
Capitulo VI		
6.0	Recomendaciones	65
Bibliografía		
Anexos.		

ÍNDICE DE TABLAS.

TABLA N°	Pág.
1 Clima y Suelo	26
2 Determinación del Tiempo óptimo	39
3 Determinación de la concentración óptima de Metanol	40
4 Determinación de la concentración óptima de ácido sulfúrico	41
5 Determinación de la concentración óptima de ácido sulfúrico	42
6 Codificación de las variables para el diseño experimental 2^3	44
7 Puntos bajos, medio y altos de las variables para el diseño 2^3	44
8 Valores utilizados de las variables involucradas en el diseño Experimental 2^3 y su respectivo índice de acidez	45
9 Análisis de varianza para índice de acidez (1)	46
10 Análisis de varianza para índice de acidez (2)	47
11 Índices de acidez calculados según al ecuación de regresión	50
12 Datos fijados para conocer las condiciones óptimas para la Obtención de biodiesel	51
13 Codificación de las variables para el diseño experimental 2^2	52
14 Puntos bajos, medio y altos de las variables para el diseño 2^2	52
15 Valores utilizados de las variables involucradas en el diseño Experimental 2^2 y su respectivo índice de acidez	52
16 Análisis de varianza para índice de acidez (3)	53
17 Efectos estimados para acidez	55
18 Rendimiento de biodiesel con aceite sin pretratamiento y con Pretratamiento	57
19 Propiedades de combustibles Diesel y Biodiesel	61

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA N°	Pág.
1 Distribución de Pacún a Nivel Centroamericano	24
2 Determinación del tiempo	39
3 Gráfica de Metanol	40
4 Gráfica de ácido sulfúrico	41
5 Gráfica de acido sulfúrico	42

ÍNDICE DE ANEXOS.

ANEXO N°

- 1: Fruto, Semillas y Árbol de *Sapindus saponaria*
- 2: Equipo de Extracción Soxhlet
- 3: Equipo para obtención de biodiesel
- 4: Equipo para la determinación del Índice de acidez
- 5: Rendimiento de biodiesel sin pretratamiento
- 6: Rendimiento de biodiesel con pretratamiento
- 7: Viscosímetro de BROOKFIELD y Espigas
- 8: Informe de Viscosidad
- 9: Cálculos de Gravedad Específica
- 10: Cálculos para convertir cP a mm^2/seg
- 11: Índice de acidez
- 12: Análisis de varianza para índice de acidez
- 13: Análisis de varianza para índice de acidez
- 14: Análisis de varianza para índice de acidez
- 15: Sumario de análisis

RESUMEN

El presente trabajo es una propuesta para optimizar el proceso de obtención de biodiesel a partir de *Sapindus saponaria* (Pacún), haciendo uso de la Metodología de Superficie de Respuesta.

Primero se realizó la extracción del aceite de las semillas secas del Pacún, utilizando como solvente n-hexano, obteniéndose biodiesel con un rendimiento del 82% y un índice de acidez de 4.18mgKOH/g.

Luego se determinaron las mejores condiciones para el pretratamiento, con el objetivo de reducir la cantidad de ácidos grasos libres (índice de acidez), y mejorar la calidad del aceite. Obteniéndose como condiciones optimas: una concentración de metanol de 0.35%, una concentración de ácido sulfúrico de 0.25% y un tiempo de 50 minutos.

Con estos datos, se realizó un diseño experimental 2^3 , y por medio de un análisis de varianza se concluyó que existe una influencia por parte del tiempo, además de la interacción entre la concentración de ácido sulfúrico y tiempo, y que la concentración de metanol no influye significativamente en el pretratamiento pero si es necesario para la esterificación. Descartada la influencia del metanol y según la ecuación de regresión obtenida con el análisis de varianza, el valor calculado para el índice de acidez fue de 1.29 mgKOH/g.

Posterior a dicho análisis se planteó un diseño experimental 2^2 , con las nuevas condiciones: concentración de ácido sulfúrico 0.28% y un tiempo de 55 minutos;

al cual se le realizó de nuevo un análisis de varianza estableciéndose que no existe diferencia significativa entre los factores en estudio.

Después de realizado el pretratamiento al aceite del Pacún, se obtuvo un biodiesel con un rendimiento del 93% y un índice de acidez de 2.09 mgKOH/g, por lo que es necesario realizar este proceso de pretratamiento para mejorar el porcentaje de rendimiento en la obtención de biodiesel.

Obtenido el biodiesel, fue sometido a las pruebas de calidad que establece la ASTM D 6751-02 (Sociedad Americana de Pruebas y Materiales). Y comparando los resultados obtenidos con los establecidos por la norma, el único parámetro que no cumple es la viscosidad y según el Reglamento Técnico Centroamericano⁽⁴⁾ para productos que exceden el valor establecido, se debe usar biodiesel mezclado con diesel de petróleo.

Por lo anterior se ve la necesidad de estudiar más alternativas de especies vegetales que sirvan como materia prima en la obtención de biodiesel de buena calidad y que además presenten la ventaja de fácil cultivo, recolectable en cualquier época del año, ya sea en el país o en la región Centroamericana.

1.0 INTRODUCCIÓN

La idea de usar aceites vegetales como combustible para los motores de combustión interna data de 1895, cuando el Dr. Rudolf Diesel desarrolló el primer modelo de motor diesel. Él ensayó con diversos combustibles incluyendo aceites vegetales. En la demostración de su motor, en la Exposición Mundial de París en 1900, Diesel utilizó aceite de maní como combustible. En 1912 afirmaría que “el uso de los aceites vegetales como combustibles para los motores puede parecer insignificante hoy en día, pero con el transcurso del tiempo puede ser tan importante como los derivados del petróleo y el carbón en la actualidad”. El principal motivo por el cual los aceites vegetales no se pueden utilizar directamente como combustibles en los motores diesel de hoy en día es la viscosidad. El procedimiento químico recomendado para disminuir la viscosidad a los aceites es la transesterificación. El cual fue desarrollado 40 años antes que se fabricara el primer motor de combustión interna.

Antes de la segunda guerra mundial se introdujo el uso de aceites transesterificados como combustible en vehículos pesados en el África. Durante las últimas décadas, en los países industrializados, la tecnología de producción del biodiesel ha sido desarrollada satisfactoriamente y su uso en motores diesel ha sido probado con éxito. No obstante, aún persisten dos aspectos no resueltos que limitan una mayor expansión y difusión de su uso: por un lado, el alto costo de los aceites vegetales para la producción de biodiesel cuando se

utilizan cultivos oleaginosos convencionales; y por el otro, la logística para el aprovisionamiento de los insumos en el caso de la utilización de aceites comestibles usados.

Actualmente el biodiesel se produce a gran escala tanto en Europa, como en Estados Unidos, donde el excedente de la producción de soya se transforma en este biocombustible. En Nicaragua, los intentos por establecer una industria de biodiesel a gran escala fracasaron por motivos políticos. En Argentina se han desarrollado experiencias interesantes en torno al aprovechamiento de la soya tanto a nivel académico como de iniciativas empresariales. Finalmente, el caso de Brasil es uno de los más ambiciosos a nivel mundial, con un liderazgo claro del gobierno en la producción, uso y exportación del biodiesel.

Es así que también en el país se ve la necesidad de tener alternativas para obtener combustible de otra fuente que no sea la fósil; además de ello surge la necesidad de poderlo obtener de fuentes renovables, baratas y de fácil obtención. De esta manera, en el país solo existe una pequeña productora de biodiesel, que funciona en la zona oriental del país, teniendo como materia prima, el higüerillo; siendo este el único referente a nivel nacional. Por lo tanto, el presente trabajo está orientado a la obtención de biodiesel y la optimización de dicho proceso, para sacar el mayor provecho de las semillas del pacún, que serían la materia prima a utilizar en el trabajo de investigación.

2.0 OBJETIVOS.

2.1 OBJETIVO GENERAL

“Proponer la optimización de producción de biodiesel a partir del aceite de *Sapindus saponaria* (pacún) utilizando Métodos de Superficie de Respuesta”

2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS.

- 2.2.1 Extraer el aceite de las semillas secas del *Sapindus saponaria* (pacún).
- 2.2.2 Obtener Biodiesel del aceite puro de semillas secas del *Sapindus saponaria* (pacún).
- 2.2.3 Determinar las mejores condiciones para la disminución de ácidos grasos libres del aceite obtenido mediante la Metodología de Superficie de Respuesta.
- 2.2.4 Obtener Biodiesel a partir del aceite después de optimizar el pretratamiento.
- 2.2.5 Comparar el rendimiento de obtención de Biodiesel de los procesos anteriores, del aceite sin optimizar y del aceite con la optimización del pretratamiento.
- 2.2.6 Realizar pruebas físico-químicas (índice de acidez₍₁₂₎, viscosidad, lavado) a los dos aceites obtenidos.

2.2.7 Determinar la calidad del biodiesel obtenido mediante la comparación de los resultados obtenidos en las pruebas antes mencionadas, con las normas ASTM (Sociedad Americana de Ensayos y materiales), para biodiesel.

3.0 MARCO TEÓRICO.

3.1 Biodiesel₍₅₎

El biodiesel es un combustible renovable derivado de aceites vegetales o grasas animales. La Sociedad Americana de Ensayos y Materiales (ASTM) define al biodiesel como ésteres monoalquílicos de ácidos grasos de cadena larga derivados de insumos grasos renovables, como los aceites vegetales o grasas animales. El término “bio” hace referencia a su naturaleza renovable y biológica en contraste con el combustible diesel tradicional derivado del petróleo; mientras que “diesel” se refiere a su uso en motores de este tipo. Como combustible, el biodiesel puede ser usado en forma pura o mezclado con diesel de petróleo.

El proceso de producción de biodiesel se basa en la reacción de transesterificación del aceite. Los aceites están compuestos principalmente por moléculas denominadas triglicéridos, las cuales se componen de tres cadenas de ácidos grasos unidas a una molécula de glicerol. La transesterificación consiste en reemplazar el glicerol por un alcohol simple, como el metanol o el etanol, de forma que se produzcan ésteres metílicos o etílicos de ácidos grasos. Este proceso permite disminuir la viscosidad del aceite, la cual es principalmente ocasionada por la presencia de glicerina en la molécula. La alta viscosidad del aceite impide su uso directo en motores diesel, desventaja que se supera mediante este proceso. Para lograr la reacción se requieren

temperaturas entre 40 y 60°C, así como la presencia de un catalizador, que puede ser la soda o potasa cáustica (NaOH o KOH, respectivamente).

Ventajas y desventajas ⁽⁵⁾

Las características fisicoquímicas del biodiesel son muy similares a las del diesel de petróleo. Gracias a esto, su utilización no requiere mayores cambios en los motores diesel convencionales. Así, puede emplearse directamente en los motores diesel, pudiéndose también utilizar como aditivo, mezclado en cualquier proporción con el diesel. El biodiesel puede ser bombeado, almacenado y manipulado con los mismos procedimientos, infraestructura y equipos empleados con el diesel. El encendido, rendimiento, torque y potencia de los motores no varía significativamente, pero el consumo puede verse levemente incrementado hasta en un 5%.

Además, el biodiesel tiene también muchas ventajas sobre el diesel convencional, como por ejemplo:

- No contiene sulfuros, por lo que disminuye las emisiones de partículas sólidas, y mejora la lubricidad del combustible, incluso en mezclas con proporciones muy pequeñas de biodiesel, lo cual incrementa la vida de los motores.

- Tiene un punto de inflamación relativamente alto (150°C), lo que lo hace menos volátil y más seguro de transportar y manipular que el diesel de petróleo.
- Se puede producir a partir de insumos locales, como cultivos oleaginosos o aceites vegetales reciclados, contribuyendo a reducir la dependencia de importaciones de petróleo, ahorrando divisas y generando puestos de trabajo.
- Es altamente biodegradable en el agua, por lo que en caso de derrame se degradaba a un ritmo muy superior al del diesel convencional e incluso tan rápido como el azúcar. Esto hace del biodiesel un combustible ideal para embarcaciones fluviales y ambientes acuáticos sensibles o protegidos.
- Contribuye a la reducción del calentamiento global, ya que emite menos CO₂ en su ciclo de vida que el fijado mediante el proceso de fotosíntesis por las plantas usadas para producirlo. Por otro lado, evita liberar el carbono que fue fijado hace millones de años en los combustibles fósiles.
- Reduce substancialmente la emisión de la mayoría de agentes contaminantes. Al ser un combustible oxigenado, el biodiesel tiene una combustión más completa que el diesel, reduciendo las emisiones de SO₂, CO, materia particulada e hidrocarburos no quemados. Por eso su

combustión produce menos humo visible y menos olores nocivos y su uso contribuye a disminuir la polución del aire.

A nivel toxicológico podemos decir.

- Prácticamente no es tóxico en caso de ingestión, tanto en peces como en mamíferos. Su toxicidad es tan baja que una persona de 80 Kg tendría que tomar alrededor de 1,6 litros de biodiesel para que tenga efectos mortales. La sal común (NaCl) es aproximadamente diez veces más tóxica.

Algunas desventajas que pueden darse en su uso son:

- A bajas temperaturas puede empezar a solidificar y formar cristales, que pueden obstruir los conductos del combustible.
- Por sus propiedades solventes, puede ablandar y degradar ciertos materiales, tales como el caucho natural y la espuma de poliuretano. Es por esto que puede ser necesario cambiar algunas mangueras y retenes del motor antes de usar biodiesel en él, especialmente con vehículos antiguos.
- Sus costos aún pueden ser más elevados que los del diesel de petróleo. Esto depende básicamente de la fuente de aceite utilizado en su elaboración.

3.2 MONOGRAFÍA DEL PACÚN.⁽¹⁾

NOMBRE CIENTÍFICO *Sapindus saponaria*

NOMBRES POPULARES pacún, jaboncillo, huiril, jaboncillal, jabonera, solitario, charapo, matamuchacho, palo blanco, chumicos (CR); güiril (GU); jaboncillal (GU); jaboncillo (CR, GU, NI); limoncillo (PA); pacón (HO, NI); pacún (ES); soap tree (BE); soapseed tree (BE).

FAMILIA Sapindáceas

SINÓNIMOS *S. inaequalis*, *S. marginatus*, *S. Drumondii*, *S. Amolii*, *Sapindus divaricatus* Cambess.; *Sapindus forsythii* DC.; *Sapindus inaequalis* DC.; *Sapindus peruvianus* Walp.

DESCRIPCIÓN BOTÁNICA

Árbol de 8 a 10 metros de altura, aunque excepcionalmente puede alcanzar entre 16 y 25 metros de altura y entre 45 y 80 cm de diámetro, de hojas compuestas alternas paripinnadas, con 6 – 18 folíolos, lanceoladas asimétricas, de color verde mate, de 3 a 4 pulgadas de largo, lisas en su cara superior. Las flores son blancas, pequeñas, en panojas terminales, de suave aroma; el cáliz es de cuatro sépalos e igual número de pétalos en la corola, 8 a 10 estambres. Ovario de tres carpelos, con óvulos envueltos en una capa carnosa que tiene un principio jabonoso abundante. La semilla es redonda, dura, negra, lustrosa.

Su copa es amplia y se ramifica a poca altura. Corteza verrugosa, algo lisa, gris clara a gris oscura. Las hojas son alternas, pinnadas y miden de 9-50 cm de largo. Las láminas de las hojuelas no tienen pelos y van generalmente pareadas, midiendo de 4-25 cm de largo, con el borde liso u ondulado y acabado en punta. Los grupos de flores son panículas laterales, de 15-45 cm de

largo con numerosas flores pequeñas blancuzcas. Los frutos son bayas redondas de 1.5 cm de diámetro, color café lustroso, que contienen una pulpa pegajosa y una semilla de 1 cm de diámetro, redonda y negra. Tanto la pulpa como la semilla son venenosas.

Se reconoce por tener el tronco liso con líneas horizontales. Tiene una pequeña estípula entre las hojuelas terminales. Las hojuelas tienen más de 3 cm de ancho y el raquis de la hoja es acanalado y estrechamente alado.

AGRICULTURA

El *Sapindus saponaria* es común en climas cálidos y semicálidos; se propaga por estacas, brotes o semillas.

ECOLOGÍA.

Se encuentra habitualmente en sitios húmedos. En El Salvador crece en bosques caducifolios secos y calientes de las partes bajas de la Región del Pacífico, además de ello se encuentra en las riveras de los ríos o quebradas. Según los lugareños es una especie “muy agradecida”, pues no requiere de mucho cuidado.

Es una especie heliófita muy abundante en vegetación secundaria de bosques secos o húmedos.

Se desarrolla en gran variedad de suelos como materiales calizos, aluviales o volcánicos.





Figura 1. Distribución a nivel Centroamericano.

Debido al clima en el cual se desarrolle, ella puede ser:

a) NATURAL

Desde México por toda América Central y en la mayor parte de América del Sur. Hasta los 800 msnm en Costa Rica y El Salvador y 1350 msnm en Estelí (Nicaragua) y Chiriquí (Panamá). En Costa Rica se encuentra principalmente en la vertiente del Pacífico y el Valle Central.

b) PLANTADA

A nivel experimental se ha plantado en el bosque seco, con siete meses de estación seca a 1000 msnm en Concepción, Guatemala. Distribución potencial de: ***Sapindus saponaria***

Los frutos se recolectan directamente del árbol o del suelo cuando presentan una coloración verde amarillenta. Es común encontrar frutos alrededor del árbol durante todo el año. Se trasladan al lugar de procesado en sacos de yute o lona y se extienden al sol de dos a tres días por períodos de tres a cuatro horas. La semilla se extrae manualmente. Cada kg contiene de 1500-7400 semillas. La

germinación en semilla fresca está alrededor del 85-90%. Almacenadas a condiciones ambientales mantienen su viabilidad de uno a tres meses. Sin embargo, se pueden mantener viables por 6-18 meses almacenadas en recipientes herméticos en cámaras frías a 5 °C y bajo contenidos de humedad del 6-8 %.

c) PROPAGACIÓN

La propagación se puede hacer por semilla. Como tratamiento pregerminativo se sumergen las semillas en agua fría durante una semana, cambiando el agua diariamente. A continuación se colocan bajo el sol por una hora y se vuelven a colocar en agua una semana más. Se recomienda seleccionar las semillas más grandes y con mayor número de grietas, pues parece que estas suelen germinar más a menudo. La germinación es hipogea, iniciándose a los 15-18 días de la siembra y finalizando de 20-25 días después. Se siembra directamente 2 semillas en cada bolsa, tapando levemente la semilla. También puede hacerse en camas de germinación si se desea, pero su sistema radical agresivo dificultará la extracción de las camas para su trasplante.

Las bolsas se riegan al menos una vez al día. El crecimiento en el vivero es bastante rápido y un mes después de la germinación ya se tienen plantitas de 10-15 cm de alto. Las plantitas requieren alcanzar unos 30-35 cm de altura antes de ser llevadas al campo, y normalmente requieren de dos a cuatro meses en el vivero para alcanzar este estado. Las plantitas son resistentes a la luz solar directa.

La especie presenta buen rebrote por lo que puede propagarse mediante pseudoestacas o a raíz desnuda.

PLANTACIÓN

Se ha plantado a espaciamientos de 8x8 m para obtener postes.

CRECIMIENTO

Los resultados de un ensayo de especies en Guatemala, plantada a 2.0x2.0 m, no mostraron resultados prometedores, pues a los seis meses de edad la especie alcanzó 2 m en altura total.

Tabla 1. Clima y suelo.

Clima y suelo en condiciones naturales.	
Pluviometría	800-1200 mm
Estación seca	5 – 7 meses
Altitud	0-1400 msnm

3.3 INTRODUCCIÓN A LA METODOLOGÍA DE SUPERFICIE DE RESPUESTA.⁽⁷⁾

Los diseños factoriales se usan ampliamente en experimentos que incluyen varios factores cuando es necesario estudiar el efecto conjunto de los factores sobre una respuesta. Este diseño proporciona el menor número de corridas con las que pueden estudiarse k factores en un diseño factorial completo. Puesto que solo hay dos niveles para cada factor, se supone que la respuesta es aproximadamente lineal en el rango elegido para los niveles de los factores. A este diseño se le llama **diseño factorial 2²**. Los niveles de los factores pueden denominarse arbitrariamente “bajo” y “alto”. En un diseño factorial 2^k es sencillo

expresar los resultados del experimento en términos de un **modelo de regresión. Residuales y adecuación del modelo**

El modelo de regresión puede usarse para obtener el valor predicho o ajustado de y en los cuatro puntos del diseño. Los residuales son las diferencias entre el valor observado y el valor ajustado de y .

La superficie de respuesta

Método que puede usarse para generar gráficas de superficie de respuesta. Puesto que el modelo es de **primer orden** (es decir, contiene únicamente los efectos principales), la superficie de respuesta ajustada es un plano.

ADICIÓN DE PUNTOS CENTRALES EN EL DISEÑO 2^k

Una preocupación potencial en el uso de diseños factoriales de dos niveles es el supuesto de la **linealidad** de los efectos de los factores. El método consiste en agregar **puntos centrales** en el diseño 2^k . Una razón importante para agregar replicas de las corridas en el centro del diseño es que los puntos centrales no afectan las estimaciones usuales de los efectos en un diseño 2^k . Cuando se agregan puntos centrales, se supone que los k factores son **cuantitativos**.

Más específicamente, cuando se agregan puntos en el centro del diseño 2^k , con la prueba de la curvatura, en realidad se prueban las hipótesis.

Además, si los puntos factoriales del diseño no tienen replicas, pueden usarse los n_c puntos centrales para construir una estimación del error con $n_c - 1$ grados de libertad.

METODOLOGÍA DE SUPERFICIE DE RESPUESTA

La metodología de superficie de respuesta, o **MSR**, es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas en el modelado y el análisis de problemas en los que una respuesta de interés recibe la influencia de diversas variables y donde el objetivo es optimizar esta respuesta. Cada contorno corresponde a una altura particular de la superficie de respuesta. Después se realiza el análisis de la superficie de respuesta utilizando la superficie ajustada. Si la superficie de respuesta ajustada es una aproximación adecuada de la verdadera función de la respuesta, entonces el análisis de la superficie ajustada será un equivalente aproximado del análisis del sistema real. Los parámetros del modelo pueden estimarse de manera más eficiente cuando se emplean respuesta se denominan **diseños de superficie de respuesta**.

Esta dirección es paralela a la normal de la superficie de respuesta ajustada. El diseño 2^2 con puntos centrales permite al experimentador:

Obtener una estimación del error

Verificar las interacciones (o términos del productos cruzados) del modelo

Verificar los efectos cuadráticos (curvatura)

Es sencillo dar un algoritmo general para determinar las coordenadas de un punto sobre la trayectoria del ascenso más pronunciado.

ANÁLISIS DE UNA SUPERFICIE DE RESPUESTA DE SEGUNDO ORDEN.

Localización del punto estacionario

Suponga que quieren encontrarse los niveles de x_1, x_2, \dots, x_k que optimizan la respuesta predicha. El punto estacionario podría representar 1) un punto de **respuesta máxima**, 2) un punto de **respuesta mínima**, o 3) un **punto silla**.

Las gráficas de contorno desempeñan un papel muy importante en el estudio de las superficies de respuesta. Por **caracterizar** se entiende determinar si el punto estacionario es el punto de una respuesta máxima, mínima o un punto silla. Esta transformación es

$$\hat{y} = \hat{y}_s + \lambda_1 w_1^2 + \lambda_2 w_2^2 + \dots + \lambda_k w_k^2$$

Donde las $\{w_i\}$ son las variables independientes transformadas y las $\{\lambda_i\}$ son constantes. Primero suponga que el punto estacionario esta dentro de la región de exploración para ajustar el modelo de segundo orden. Si todas las $\{\lambda_i\}$ son positivas, \mathbf{x}_s es un punto de respuesta mínima; si todas las $\{\lambda_i\}$ son negativas, \mathbf{x}_s es un punto de respuesta máxima; y si las $\{\lambda_i\}$ tienen signos diferentes, \mathbf{x}_s es un punto silla. En algunos problemas MSR puede ser necesario encontrar la relación entre las **variables canónicas** $\{w_i\}$ y las **variables del diseño** $\{x_i\}$. A este tipo de superficie de respuesta se le llama **sistema de cordilleras estacionarias**.

Respuestas múltiples

Muchos problemas de superficies de respuesta incluyen el análisis de varias respuestas. La consideración simultánea de respuestas múltiples requiere construir primero un modelo de superficie de respuesta apropiado para cada respuesta y después intentar encontrar un conjunto de condiciones de operación que optimice en cierto sentido todas las respuestas o que al menos las mantenga en los rangos deseados.

Un enfoque relativamente directo para optimizar varias respuestas que funciona bien cuando solo hay pocas variables en el proceso es la **superposición de las gráficas de contorno** de cada respuesta. $d_m)^{1/m}$

Donde hay m respuestas.

El ajuste y análisis de superficies de respuesta se facilita en gran medida con la elección apropiada del diseño experimental.

Cuando se selecciona un diseño de superficie de respuesta, algunas de las características deseables en el diseño son las siguientes:

- Proporciona una distribución razonable de los puntos de los datos (y en consecuencia información) en toda la región de interés.
- Permite que los diseños de orden superior se construyan secuencialmente
- Proporciona una estimación interna del error
- Proporciona estimaciones precisas de los coeficientes del modelo.
- No requiere demasiados niveles de las variables independientes.

DISEÑO PARA AJUSTAR EL MODELO DE PRIMER ORDEN.

Suponga que quiere ajustarse el modelo de primer orden en k variables.

Hay una clase única de diseños que minimizan la varianza de los coeficientes de regresión $\{\beta_i\}$. Se trata de los **diseños de primer orden ortogonales**. Un método común de incluir replicas en el diseño 2^k es aumentar el diseño con varias observaciones en el centro (el punto $x_i = 0$, $i = 1, 2, \dots, k$). Además, la adición de puntos centrales no altera la propiedad de ortogonalidad del diseño. Otro diseño de primer orden ortogonal es el **diseño simplex**.

DISEÑO PARA AJUSTAR EL MODELO DE SEGUNDO ORDEN

El **diseño central compuesto** o **DCC** es la clase más popular de diseños usados para ajustar estos modelos. El DCC es un diseño muy eficiente para ajustar el modelo de segundo orden. Hay dos parámetros en el diseño que deben especificarse: la distancia α de las corridas axiales al centro del diseño y el número de puntos centrales n_c . Es importante que el modelo de segundo orden proporcione buenas predicciones en toda la región de interés. Una manera de definir “buenas” es requerir que el modelo tenga una varianza razonablemente consistente y estable de la respuesta predicha en algún punto \mathbf{x} es

$$V[\hat{y}(\mathbf{x})] = \sigma^2 \mathbf{x}'(\mathbf{X}'\mathbf{X})^{-1}\mathbf{x}$$

Existe una propuesta de que el diseño de superficie de respuesta de segundo orden debe ser **rotable**. Un diseño con esta propiedad dejara la varianza de \hat{y} sin cambio cuando el diseño se rota alrededor del centro $(0, 0, \dots, 0)$, de ahí el nombre de diseño rotable.

La rotabilidad es una base razonable para la selección de un diseño de superficie de respuesta. Cuando esta región es una esfera, el diseño debe incluir corridas centrales para proporcionar una varianza razonablemente estable de la respuesta predicha.

Diseño factorial general.

Los resultados del diseño factorial de dos factores pueden ampliarse al caso general en que hay a niveles del factor A, b niveles del factor B, c niveles del factor C, etc., dispuestos es un experimento factorial. Es necesario examinar los cuadrados medios esperados para determinar las pruebas correctas

Análisis estadístico del modelo.

Observe que se ha hecho la partición de la suma de cuadrados total en una suma de cuadrados total en una suma de cuadrados debida a “los reglones”, o factor A (SS_A); una suma de cuadrados debida a “las columnas”, o factor B (SS_B). Cada suma de cuadrados dividida por sus grados de libertad es un **cuadrado medio**.

Verificación de la adecuación del modelo.

Los residuales del modelo factorial de dos factores son

$$e_{jk} = y_{ijk} - \hat{y}_{ijk}$$

y puesto que el valor ajustado $\hat{y}_{ijk} = \hat{y}_{ij}$.

Análisis de Varianza.

Para un modelo con efectos fijos, los estadísticos dicen que para cada efecto principal e interacción pueden construirse maneras de poderlo resolver, dividiendo el cuadrado medio correspondiente del efecto o interacción por el cuadrado medio del error.

Observe que las sumas de cuadrados de los subtotales de dos factores se encuentran a partir de los totales de cada tabla de dos vías o de tres vías.

La suma de cuadrados del error puede encontrarse restando la suma de cuadrados de cada efecto principal e interacción de la suma de cuadrados total o usando

$$SS_E = SS_T - SS_{\text{subtotales}}$$

Se señaló que si todos los factores de un experimento factorial son fijos, la construcción del estadístico de prueba es directa. Es necesario examinar los cuadrados medios esperados para determinar las pruebas correctas

Análisis estadístico del modelo.

Observemos que se puede hacer la partición de la suma de cuadrados total; en una suma de cuadrados debida a “los reglones”, o factor A (SS_A); una suma de cuadrados debida a “las columnas”, o factor B (SS_B). Los grados de libertad de la interacción son sólo el número de grados de libertad de las celdas (que es $ab - 1$) menos el número de grados de libertad de los dos efectos principales A y B; es decir, $ab - 1 - (a - 1) - (b - 1) = (a - 1)(b - 1)$. Observe que la suma del

número de grados de libertad en el lado derecho de la ecuación 2 es igual al número total de grados de libertad.

Cada suma de cuadrados dividida por sus grados de libertad es un **cuadrado medio**. Se calcula primero la suma de cuadrados entre los totales de las ab celdas, a la que se denomina la suma de cuadrados debida a los “subtotales”

Esta suma de cuadrados también contiene a SS_A y SS_B . Los parámetros del modelo de los efectos para el diseño factorial de dos factores

$$Y_{ijk} = \mu + \zeta_i + \beta_j + (\zeta\beta)_{ij} + \epsilon_{ijk}$$

Puede estimarse por mínimos cuadrados.

4.0 DISEÑO METODOLÓGICO.

4.1 Tipo de estudio.

El tipo de estudio empleado, en este trabajo de investigación es: Experimental. Experimental, debido a que dicho estudio se enmarca en el uso integral de una planta; en este caso de *Sapindus saponaria*, de la cual se ha llevado a cabo estudios preliminares, llegando en este momento al uso de la semilla de la planta; y Prospectivo, dado que se desea dar una alternativa de solución futura al problema de los combustibles.

4.2 Investigación Bibliográfica.

La investigación bibliográfica se llevará a cabo en:

La biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador

La biblioteca de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura, Universidad de El Salvador.

La biblioteca Central, Universidad de El Salvador.

La biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia, Universidad Nueva San Salvador.

Investigación a través de la Internet.

Investigación de campo: se realizará en el Laboratorio de Investigación y Tesis de la Facultad de Química y Farmacia.

4.3 Parte Experimental.

Extraer el aceite de las semillas secas del *Sapindus saponaria* (pacún).

- Recolectar las semillas de *Sapindus saponaria*.
- Retirar el epicarpio a las semillas recolectadas.
- Pesar 100g de semilla sin epicarpio.
- Extraer el aceite, utilizando *n*-hexano como solvente, en un equipo de extracción soxhlet, manteniendo constante la temperatura a 80°C; en un periodo de tiempo de 24 horas por cada 100g de muestra.
- Concentrar el contenido del balón en un rotavapor, hasta eliminación del solvente.
- Calcular el porcentaje de rendimiento del aceite obtenido.
- Se obtiene aproximadamente 30 mL de aceite por cada 100g de muestra.

Mediante el proceso antes descrito, se logró obtener un estimado del porcentaje obtenido de aceite; dicho valor fue de 30.4% en peso.

Dicho porcentaje de rendimiento, es el que generalmente se obtiene de los aceites extraídos de semillas mediante el uso del proceso de extracción con solventes orgánicos.

Obtener Biodiesel del aceite puro obtenido de semillas secas del *Sapindus saponaria* (Pacún).

- Colocar 100mL de aceite en un balón de 250mL de fondo plano con dos bocas.
- Preparar una mezcla con 20 mL de metanol y 0.35g de KOH, en un beaker de 100 mL.
- Precalentar el aceite a 55°C en un hot plate con agitador magnético.
- Adicionar la mezcla anterior al aceite contenido en el balón con agitación constante.
- Cerrar herméticamente el sistema.
- Mantener con agitación constante y a una temperatura de 58°C por media hora.
- Dejar en reposo por 12 horas.
- Separar la capa de biodiesel de la glicerina por decantación.
- Repetir el proceso de obtención de biodiesel 3 veces más.
- Calcular el rendimiento del biodiesel obtenido.
- Rendimiento experimental obtenido: 82% de biodiesel que es el promedio de las cuatro repeticiones.

El porcentaje de biodiesel obtenido utilizando aceite sin pretratamiento es cercano a los valores reportados en la literatura para los diferentes aceites vegetales sin pretratamiento⁽⁷⁾.

Determinar las mejores condiciones para la disminución de ácidos grasos libres mediante la Metodología de Superficie de Respuesta del aceite obtenido.

El primer paso es determinar el valor del índice de acidez del aceite puro; de *Sapindus saponaria*, el cual tiene un valor de 4.18 mgKOH/g, el cual fue determinado experimentalmente.

Después es necesario establecer los factores principales de los cuales depende el obtener un mayor rendimiento de biodiesel, los cuales son: Concentración de metanol, concentración de ácido sulfúrico y tiempo.

Todo ello es necesario para llevar a cabo el pretratamiento, el cual consiste en disminuir los ácidos grasos libres que posee el aceite; para ello se parte de los datos reportados de un estudio previo⁽⁷⁾, en las tablas de la 2 a la 4 se presentan diversas combinaciones de concentración y tiempo de los factores involucrados teniendo como variable respuesta el índice de acidez. Después de obtenidas las condiciones se aplicó la Metodología de Superficie de Respuesta, para la optimización de obtención de biodiesel⁽¹⁰⁾ la cual es una estrategia experimental y de modelación, que permite encontrar condiciones de operación óptima de un proceso para mejorar la calidad de un producto.

Tabla 2. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO ÓPTIMO.

Tiempo	[CH ₃ OH]	[H ₂ SO ₄]	Índice de acidez
30 min.	0.30%	1.5%	5,41mgKOH/g
50 min.	0.30%	1.5%	0,86 mgKOH/g
90 min.	0.30%	1.5%	4,8 mgKOH/g

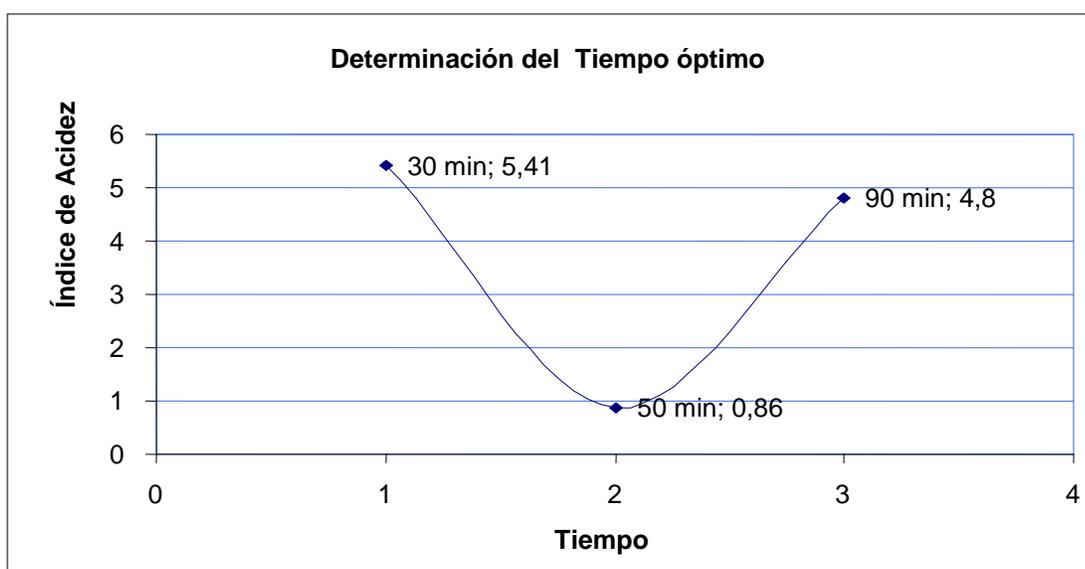


Figura 2. Gráfica de determinación del tiempo

En la gráfica observamos que la tendencia es una curva, en la que el punto más bajo es el tiempo inicial, e índice de acidez óptimo para las condiciones de trabajo a realizar. Dicho valor fue de 50 minutos, siendo este el tiempo que se mantuvo constante para evaluar las otras dos variables.

Tabla 3. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN ÓPTIMA DE METANOL.

[CH ₃ OH]	[H ₂ SO ₄]	Tiempo	Índice de acidez
0.20 %	1.5%	50 min.	10,7 mgKOH/g
0.30 %	1.5%	50 min.	2,21 mgKOH/g
0.40 %	1.5%	50 min.	6,15 mgKOH/g

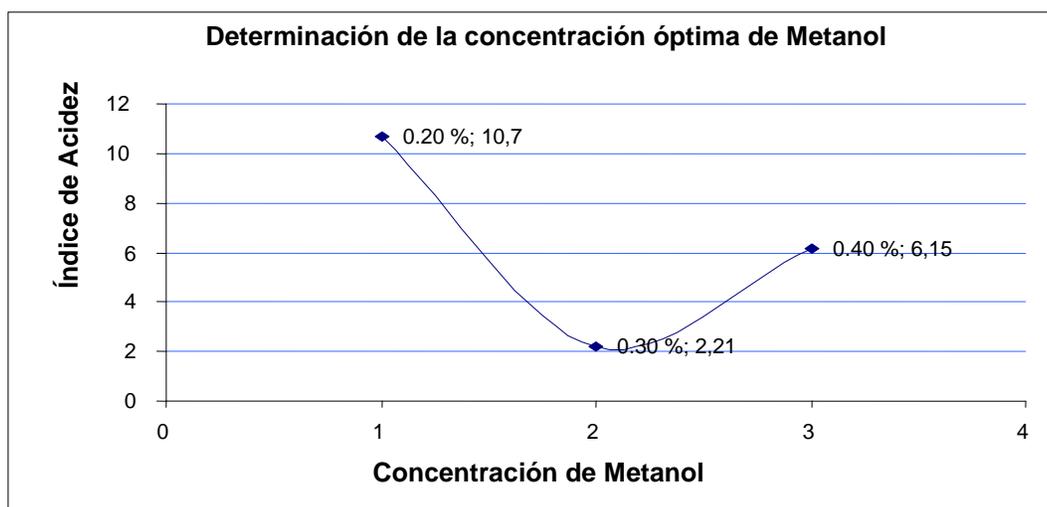


Figura 3. Gráfica de Metanol.

Al igual que la gráfica anterior, la tendencia buscada y obtenida es la de una curva cuyo punto más bajo nos indica el valor aproximado de metanol para los subsiguientes análisis. Dicho valor nos dió en 0.30 % de metanol.

Tabla 4. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN ÓPTIMA DE ÁCIDO SULFÚRICO.

[H ₂ SO ₄]	[CH ₃ OH]	Tiempo	Índice de acidez
0.5 %	0.30 %	50 min.	6,15 mgKOH/g
1.5 %	0.30 %	50 min.	12,31 mgKOH/g
2.5 %	0.30 %	50 min.	20,92 mgKOH/g

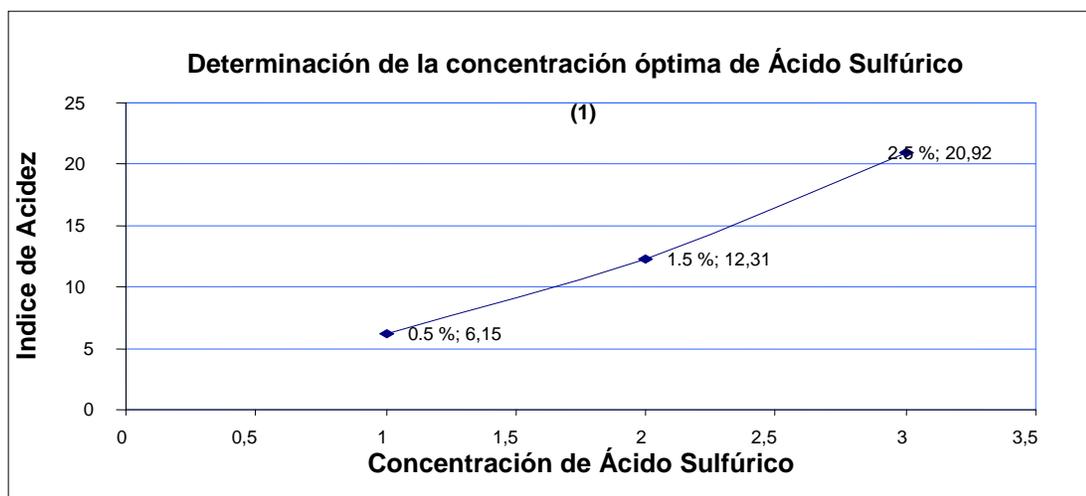


Figura 4. Gráfica de la concentración óptima de ácido sulfúrico.

Luego de realizadas las pruebas anteriores, se observó que en la combinación de tiempo 50 min, metanol 0.30% y ácido sulfúrico 1.5%, el valor del índice de acidez aumentaba significativamente; como se podrá observar, se vió la necesidad de redefinir la concentración de ácido sulfúrico, dado que las concentraciones iniciales se encontraban entre 0.5% y 2.5%, pero la muestra se quemaba, y el valor del índice de acidez aumentaba (ver tabla 4), indicando

que lo que se estaba valorando era el ácido que había quedado sin reaccionar. Por ello se disminuyeron las concentraciones y quedaron entre 0.15% y 0.35% tal como se muestra en la tabla 5. Se continuó con el análisis para determinar las condiciones óptimas de trabajo, y así disminuir el índice de acidez y aumentar el rendimiento de biodiesel; para ello se utilizaron los siguientes datos:

Tabla 5. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN ÓPTIMA DE ÁCIDO SULFÚRICO.

[H ₂ SO ₄]	[CH ₃ OH]	Tiempo	Índice de acidez
0.15 %	0.30 %	50 min.	4,67 mgKOH/g
0.25 %	0.30 %	50 min.	0,24 mgKOH/g
0.35 %	0.30 %	50 min.	3,2 mgKOH/g

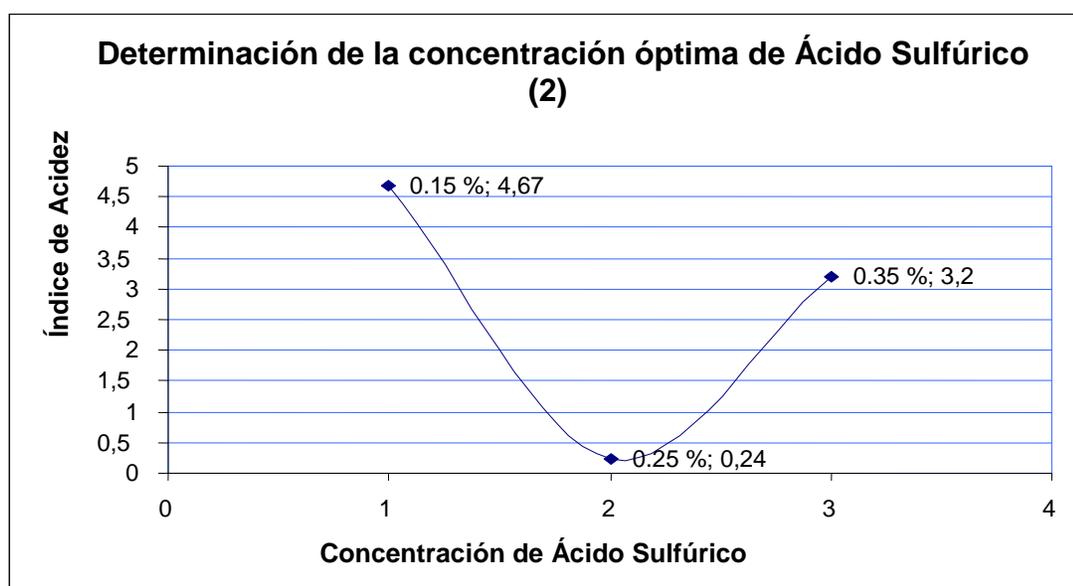


Figura 5. Gráfica de la concentración óptima de ácido sulfúrico.

Se determinó que la mayor interacción aparente era la del ácido y sobre todo porque las cantidades se habían tomado en base a muestras con índices de acidez mayores a los que la muestra analizada posee.

La gráfica 5 nos da el valor aproximado de ácido a utilizar. Para este caso en particular, el valor aproximado es de 0.25 %.

DATOS INICIALES OBTENIDOS LUEGO DE LOS PRIMEROS ANÁLISIS.

TIEMPO	50 min.
ÁCIDO SULFÚRICO	0.25%
METANOL	0.30%

Estos sirven de punto de partida para lograr la optimización del proceso; es decir, los valores para obtener el mínimo posible de índice de acidez del aceite obtenido.

El siguiente paso fue realizar un diseño experimental 2^3 dado que son tres variables involucradas en el análisis el cual se desarrolló de la siguiente manera:

Fue necesario verificar la posible interacción de las variables entre sí, lo cual se llevó a cabo usando un diseño de primer orden con un factorial 2^3 . Y así se logró determinar que; para el caso estudiado, el metanol no interfería significativamente en el proceso.

DISEÑO EXPERIMENTAL 2³

Tabla 6. CODIFICACIÓN DE LAS VARIABLES PARA EL DISEÑO EXPERIMENTAL CON UN FATORIAL 2³.

Concentración de ácido sulfúrico A	Concentración de metanol B	Tiempo C	Codificación
-	-	-	1
+	-	-	a
-	+	-	b
-	-	+	c
+	+	-	ab
+	-	+	ac
-	+	+	bc
+	+	+	abc

Tabla 7. Puntos bajos, medios y altos de las variables para el diseño experimental 2³.

	bajo	medio	Alto
H₂SO₄	0.23 %	0.25 %	0.27 %
TIEMPO	45´	50´	55´
CH₃OH	0.25 %	0.30 %	0.35 %

Tabla 8. Valores utilizados de las variables involucradas en el diseño experimental 2³ y sus respectivos índices de acidez.

H₂SO₄	CH₃OH	TIEMPO	Codificación	Índice de acidez
A	B	C		
0.23%	0.25%	45 min.	1	2.09 mgKOH/g
0.23%	0.25%	55 min.	c	2.46 mgKOH/g
0.23%	0.35%	45 min.	b	2.70 mgKOH/g
0.23%	0.35%	55 min.	bc	1.97 mgKOH/g
0.27%	0.25%	45 min.	a	3.60 mgKOH/g
0.27%	0.25%	55 min.	ac	1.47 mgKOH/g
0.27%	0.35%	45 min.	ab	3.07 mgKOH/g
0.27%	0.35%	55 min.	abc	1.60 mgKOH/g
0.25%	0.30%	50 min.	Punto central 1	1.96 mgKOH/g
0.25%	0.30%	50 min.	Punto central 2	1.35 mgKOH/g
0.25%	0.30%	50 min.	Punto central 3	1.84 mgKOH/g

Los datos obtenidos se analizaron utilizando un software estadístico (Statgraphics 5.0). El cual es un análisis de varianza para el índice de acidez, dadas las condiciones obtenidas en las tablas 2,3 Y 5.

Dicho análisis estadístico arrojó los siguientes resultados:

Tabla 9. Análisis de varianza para índice de acidez (1).

Fuente	Suma de cuadrados	DF	Promedio de cuadrados	Radio-F	Valores-P
A: ácido	0.0338	1	0.0338	0.09	0.7809
B: metanol	0.0098	1	0.0098	0.03	0.8805
C: tiempo	1.9602	1	1.9602	5.13	0.0861
AB	0.0338	1	0.0338	0.09	0.7809
AC	1.3122	1	1.3122	3.44	0.1374
BC	0.0242	1	0.0242	0.06	0.8136
Error total	1.52736	4	0.381841		
Total corre)	4.90136	10			

(Anexo 12)

DF = grados de libertad

R-cuadrado = 68.838 %

R-cuadrado (ajustado por DF) = 22.095 %

Error estándar de estimación = 0.617933

Promedio del error absoluto = 0.289587

Estadístico de Durbin – Watson = 2.32466 (P = 0.4412)

Intervalo 1 del residuo de autocorrelación = -0.220441

El StatAdvisor

La tabla de particiones ANOVA en el análisis de variabilidad en índice de acidez, es separado en partes para cada uno de los factores. En esta prueba, el significado estadístico de cada efecto comparando los promedios cuadrados en el error experimental estimado. En este caso, 0 efectos tienen los valores P menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95%.

El estadístico R cuadrado indica que el modelo muestra 68.838% de variabilidad en el índice de acidez. El estadístico R cuadrado, el cual es más adecuado para comparar modelos con diferentes números de variables independientes, es 22.095%. El error estándar estimado muestra la desviación residual que es 0.017933. El promedio del error absoluto (MAE) de 0.289587 es el valor de la diferencia residual. El estadístico Durbin-Watson (DW) prueba el residuo para determinar si existe alguna correlación significativa, basado en el orden en el cual ellos ocurren en su archivo de datos. Ya que el valor P es más grande que 0.05, ello no indica que siga una autocorrelación en el residuo.

Tabla 10. Análisis de varianza para índice de acidez (2).

Fuente	Suma de cuadrados	DF	Promedio de cuadrados	Radio-F	Valores-P
C: tiempo	1.9602	1	1.9602	9.63	0.0146
AC	1.3122	1	1.3122	6.44	0.0348
Error total	1.62896	8	0.20362		
Total corre)	4.90136	10			

(Anexo 13)

DF = grados de libertad

R-cuadrado = 66.7651 %

R-cuadrado (ajustado por DF) = 58.4564 %

Error estándar de estimación = 0.451243

Promedio del error absoluto = 0.321983

Estadístico de Durbin – Watson = 2.18753 (P = 0.3638)

Intervalo 1 del residuo de autocorrelación = -0.14825

El StatAdvisor

La tabla de particiones ANOVA en el análisis de variabilidad en índice de acidez, es separado en partes para cada uno de los factores. En esta prueba, el significado estadístico de cada efecto comparando los promedios cuadrados en el error experimental estimado. En este caso, 2 efectos tienen P valores menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95.0%.

El estadístico R cuadrado indica que el modelo muestra 66.7651% de variabilidad en el índice de acidez. El estadístico R cuadrado, el cual de más adecuado para comparar modelos con diferentes números de variables independientes, es 58.4564%. El error estándar estimado muestra la desviación residual que es 0.451243. El promedio del error absoluto (MAE) de 0.321983 es el valor de la diferencia residual. El estadístico Durbin-Watson (DW) prueba el residuo para determinar si existe alguna correlación significativa, basado en el orden en el cual ellos ocurren en su archivo de datos. Ya que el valor P es más grande que 0.05, ello no indica que siga una autocorrelación en el residuo.

Coeficiente de Regresión para Índice de acidez.

Constante = -43.4832

A: Ácido = 202.5

C: Tiempo = 0.9135

AC = -4.05

Este panel muestra la ecuación de regresión la cual fue encontrada con los datos. La ecuación que se adapta al modelo es:

$$\text{Índice de acidez} = -43.4832 + 202.5 \cdot \text{ÁCIDO} + 0.9135 \cdot \text{TIEMPO} \\ - 4.05 \cdot \text{ACIDO} \cdot \text{TIEMPO}$$

Donde los valores de las variables son especificadas en sus unidades originales. Para evaluar esta función con el STATGRAPHICS, seleccionar Predicción de la lista de la opción Tabular. Para determinar la función, seleccionar Respuesta Determinada de la lista de Opciones de Gráfica.

Luego de realizado el análisis con el STATGRAPHIC, el valor probabilístico encontrado es mayor que el 5%, pero hay que tomar en cuenta que el valor del tiempo tiene un valor cercano al 0.05, lo que por consiguiente, provocó que dicho programa eliminara la concentración de metanol y al eliminarla, se observa que el valor probabilístico cambió para el tiempo; por consiguiente cambió la interacción acido-tiempo; es decir, que existe diferencia significativa entre dicha relación. Además de ello, nos dice que el metanol se encuentra en exceso en la reacción, pero ello no influye significativamente en la obtención de biodiesel, lo cual es comprobado mediante el análisis estadístico; pero definitivamente el metanol si es determinante en el proceso de esterificación.

$$\text{IACIDEZ} = -43.4832 + 202.5 \cdot \text{ACIDO} + 0.9135 \cdot \text{TIEMPO} - 4.05 \cdot \text{ACIDO} \cdot \text{TIEMPO}$$

Mediante esta ecuación, se calcularan los índices de acidez según el dato más pequeño encontrado en el diseño experimental y los puntos altos y bajos. Por ejemplo:

Para ácido sulfúrico 0.27%, metanol 0.25% y tiempo 55 minutos.

$$\text{IACIDEZ} = -43.4832 + 202.5(0.27\%) + 0.9135(55 \text{ min}) - 4.05(0.27\%)(55\text{min})$$

$$\text{IACIDEZ}_1 = 1.29 \text{ mgKOH/g}$$

Tabla 11. Índices de acidez calculados según la ecuación de regresión encontrada con el software estadístico.

[H ₂ SO ₄]	[CH ₃ OH]	Tiempo	Índice de acidez
0.23%	0.25%	45 min.	2.28 mgKOH/g
0.27%	0.35%	55 min.	1.29 mgKOH/g
0.25%	0.30%	50 min.	2.19 mgKOH/g

Con estos resultados se ve la necesidad de continuar con las pruebas, ya que teóricamente nos dice que aún no hemos llegado al índice de acidez más bajo.

En base a los anteriores resultados, podemos establecer que la cantidad de metanol si es determinante pero no interfiere al momento de realizar el análisis estadístico, por lo que la concentración de metanol en la obtención de biodiesel, se mantuvo constante en 0.35%.

DETERMINACIÓN DEL CAMINO A LA MÁXIMA O MÍNIMA PENDIENTE.

$$X_1 = \text{Ácido}; A \quad X = \frac{A-0.25}{0.2} \quad x = \frac{\text{ácido} - \text{punto medio}}{\text{intervalo}}$$

$$X_3 = \text{Tiempo}; t \quad x = \frac{t-50}{5} \quad x = \frac{\text{tiempo} - \text{punto medio}}{\text{intervalo}}$$

$$\Delta = \frac{\text{coeficiente del tiempo}}{\text{coeficiente del ácido}} \quad (\text{datos según la ecuación de regresión. Pag. 46})$$

$$\Delta = \frac{0.9135}{202.5} = 0.005 \sim 0.01$$

$$0.001 = \frac{A-0.25}{0.2} \quad A = 0.252$$

Intervalo de crecimiento del ácido = $A -$ punto medio del ácido.

Intervalo de crecimiento del ácido = $0.252 - 0.25$

Intervalo de crecimiento del ácido = 0.002

Tabla 12. Datos fijados para conocer las condiciones óptimas para la obtención de biodiesel.

	Variable codificada		Variable natural		
	X_1	X_3	Ácido (%)	Tiempo (min.)	
	0	0	0.27	55	Primer dato
	0.01	1	0.002	1	Intervalos a aumentar
Δ	0.01	1	0.272	56	
2Δ	0.02	2	0.274	57	
3Δ	0.03	3	0.276	58	
4Δ	0.04	4	0.278	59	
5Δ	0.05	5	0.280	60	Segundo dato
6Δ	0.06	6	0.282	61	
7Δ	0.07	7	0.284	62	
8Δ	0.08	8	0.286	63	
9Δ	0.09	9	0.288	64	
10Δ	0.10	10	0.290	65	Tercer dato

Ejemplo:

Valor buscado de ácido = punto bajo + intervalo encontrado

Valor buscado de ácido = $0.27 + 0.002 = 0.272$

De esta manera se plantea un nuevo diseño experimental 2^2 , que se muestra a continuación:

DISEÑO EXPERIMENTAL 2².

Tabla 13. CODIFICACIÓN DE LAS VARIABLES DEL DISEÑO DE PRIMER ORDEN CON UN FACTORIAL 2².

Concentración de ácido sulfúrico	Tiempo	Codificación
A	B	
-	-	1
+	-	a
-	+	b
+	+	ab

Tabla 14. Puntos bajos, medios y altos de las variables para el diseño experimental 2².

	Bajo	Medio	Alto
H₂SO₄	0.27 %	0.28 %	0.29 %
TIEMPO	55'	60'	65'

La concentración de metanol se mantuvo constante en 0.35%

Tabla 15. Valores utilizados de las variables involucradas en el diseño experimental 2² y sus respectivos índices de acidez.

H ₂ SO ₄	CH ₃ OH	TIEMPO	Codificación	Índice de acidez
A	B	C		
0.23%	0.35%	55 min.	1	2.58 mgKOH/g
0.23%	0.35%	65 min.	b	2.47 mgKOH/g
0.23%	0.35%	55 min.	a	3.07 mgKOH/g
0.23%	0.35%	65 min.	ab	2.70 mgKOH/g
0.25%	0.35%	50 min.	Punto central 1	2.09 mgKOH/g
0.25%	0.35%	50 min.	Punto central 2	2.33 mgKOH/g
0.25%	0.35%	50 min.	Punto central 3	2.09 mgKOH/g

En base a esto podemos confirmar que el hecho de realizar un pretratamiento al aceite con el objetivo de disminuir el índice de acidez, da buenos resultados, obteniendo con ello un mayor rendimiento al momento de producir biodiesel con el aceite extraído.

Con la ayuda del software estadístico, logramos obtener los datos reales a utilizar en el pretratamiento para la obtención del mayor porcentaje de biodiesel.

Tabla 16. Análisis de varianza para índice de acidez (3).

Fuente	Suma de cuadrados	DF	Promedio de cuadrados	Radio-F	Valores-P
A: ácido	0.133225	1	0.133225	6.94	0.1109
B: tiempo	0.060025	1	0.060025	3.13	0.2191
AB	0.015625	1	0.015625	0.81	0.4622
Carecer de coincidencia	0.486096	1	0.486096	25.32	0.0373
Error puro	0.0384	2	0.0192		
Total (corre)	0.733371	6			

(Anexo 14)

R-cuadrado = 28.4815 %

DF = grados de libertad

R-cuadrado (ajustado por DF) = 0.0 %

Error estándar de estimación = 0.138564

Promedio del error absoluto = 0.260816

Estadístico de Durbin – Watson = 1.95964 (P = 0.2698)

Intervalo 1 del residuo de autocorrelación = -0.261378

El StatAdvisor

La tabla de particiones ANOVA en el análisis de variabilidad en índice de acidez, es separado en partes para cada uno de los factores. En esta prueba, el significado estadístico de cada efecto comparando los promedios cuadrados en el error experimental estimado. En este caso, 2 efectos tienen P valores menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95.0%.

La falta de coincidencia de la prueba esta designada para determinar si el modelo seleccionado es adecuado para describir los datos observados, o si podría ser utilizado un modelo más complicado. La prueba esta diseñada para comparar la variabilidad del modelo residual o la variabilidad entre las observaciones al replicar ajustes en los factores. Los valores P y la falta de coincidencia en la tabla ANOVA es menor que 0.05, hay falta de coincidencia estadística significativa con el 95% de nivel de confiabilidad. Esto significa que el modelo representa adecuadamente los datos.

El estadístico R cuadrado indica que el modelo muestra 28.4815% de variabilidad en el índice de acidez. El estadístico R cuadrado, el cual de más adecuado para comparar modelos con diferentes números de variables independientes, es 0.0%. El error estándar estimado muestra la desviación residual que es 0.138564. El promedio del error absoluto (MAE) de 0.260816 es el valor de la diferencia residual. El estadístico Durbin-Watson (DW) prueba el residuo para determinar si existe alguna correlación significativa, basado en el

orden en el cual ellos ocurren en su archivo de datos. Ya que el valor P es más grande que 0.05, ello no indica que siga una autocorrelación en el residuo.

Suma de Análisis. (anexo 15)

Nombre del archivo: <sin titulo>

Tabla 17. Efectos estimados para ACIDEZ.

Diferencia.	2.47429	+/- 0.0523723
A: Ácido	0.365	+/- 0.138564
B: Tiempo	-0.245	+/- 0.138564
AB	-0.125	+/- 0.138564

Los errores estándar están basados en un error puro con 2 D.F.

El StatAdvisor.

Esta tabla muestra cada uno de los efectos estimados y sus interacciones también muestra el error estándar de cada uno de los efectos, el cual mide su error de muestreo. Para graficar el estimado en forma decreciente de importancia, seleccione gráfico de la lista de Opciones Gráficas. Para probar la significancia estadística de los efectos, seleccionar la Tabla ANOVA de la lista de la Opción Tabular. Usted puede, entonces, remover efectos insignificantes presionando el botón alterno del ratón, seleccionando la Opción Análisis, y presionando el botón excluir.

En base a esto podemos confirmar que el hecho de realizar un pretratamiento al aceite con el objetivo de disminuir el índice de acidez, da buenos resultados,

obteniendo con ello un mayor rendimiento al momento de producir biodiesel con el aceite extraído.

Con la ayuda del software estadístico, logramos obtener los datos reales a utilizar en el pretratamiento para la obtención del mayor porcentaje de biodiesel.

Obtener Biodiesel a partir del aceite luego de optimizar el pretratamiento mediante la Metodología de la Superficie de Respuesta.

- Dar un pretratamiento al aceite obtenido, dicho proceso consiste en la esterificación previa del aceite, esto con el objetivo de que disminuya el valor de acidez que cada aceite en particular tiene.
- Lograr disminuir el índice de acidez con el pretratamiento, que inicialmente era de 4.18mgKOH/g, se llevo hasta 2.09mgKOH/g, exactamente se redujo a la mitad.
- Luego de ello se sigue el procedimiento descrito en el objetivo 5.2.2
- Rendimiento experimental obtenido: 93.5%, luego de 4 repeticiones.

El cual se da luego de haber encontrado los valores óptimos para obtener el mayor porcentaje de biodiesel a partir del aceite del *Sapindus saponaria* utilizando el pretratamiento.

Comparar el rendimiento de obtención de Biodiesel de los procesos anteriores, del aceite crudo sin optimizar y del aceite con la optimización del pretratamiento.

A continuación mostramos los resultados prácticos del rendimiento de biodiesel antes y después del pretratamiento.

Tabla 18. RENDIMIENTO DE BIODIESEL CON ACEITE SIN EL PRETRATAMIENTO Y CON EL PRETRATAMIENTO.

Tipo de rendimiento.	Porcentajes de biodiesel obtenido.
Rendimiento práctico sin pretratamiento	82.0% de biodiesel
Rendimiento práctico con pretratamiento	93.5% de biodiesel.

La comparación de los valores antes obtenidos de biodiesel; sin el pretratamiento y los obtenidos luego del pretratamiento, resultan en una diferencia significativa, de por lo menos un intervalo de entre 10 y 12% más de biodiesel en comparación con los datos preliminares. De igual forma, con la obtención de los anteriores datos, se confirma de manera práctica, lo que la teoría nos dice en relación a una mayor obtención de biodiesel si el aceite se somete a un proceso de pretratamiento.

Realizar pruebas físico-químicas (índice de acidez₍₁₂₎, viscosidad, lavado) a los dos aceites obtenidos.

Índice de Acidez:

- En la determinación del índice de acidez, se utilizó la técnica descrita en el anexo 11.
- Índice de Acidez: 0.5 mgKOH/g

Esta dentro de los estándares establecidos para biodiesel, dados por las Normas ASTM para biodiesel.

Viscosidad:

Según el Reglamento Técnico Centroamericano⁽⁴⁾, el biodiesel posee dos viscosidades: viscosidad absoluta y viscosidad cinemática.

Viscosidad absoluta: Es la medida de la resistencia de una sustancia al fluir o la fuerza por unidad de área requerida para mantener el fluido a una velocidad constante en un espacio considerado, expresada en mm^2/s .

Viscosidad cinemática: Es el cociente de la viscosidad absoluta entre la densidad o el tiempo necesario para que un volumen dado de sustancia recorra una longitud dada. Además nos dice que dicha viscosidad se toma a 40°C.

Para la obtención de la viscosidad, se tuvo la necesidad de realizar el análisis fuera de las instalaciones de la Universidad, para ello se envió una muestra a IQB, laboratorio especializado en análisis químicos y biológicos.

Obtención de la viscosidad cinemática.

1. Colocar aproximadamente 150 mL de muestra de biodiesel obtenido, en un beaker de 200mL.
2. Calentar a la temperatura de 40°C en un baño maría.
3. Encender el viscosímetro de BROOKFIELD y calibrar las revoluciones y se coloca la espiga a utilizar.

4. Cuando la muestra a llegado a 40°C se coloca debajo de la espiga y se introduce hasta las tres cuartas partes del beaker conteniendo la muestra.
5. Poner a funcionar el aparato y se anotan las lecturas dadas para las revoluciones utilizadas.
6. Verificar constantemente la temperatura luego de cada lectura.
7. De no estar a la temperatura requerida (40°C), se coloca nuevamente en el baño maría hasta llegar a la temperatura.
8. Cambiar la espiga y repetir desde el paso 5.

Dicho laboratorio, nos reportó los valores de viscosidad en centiPoise (ver anexo 8), y las Normas ASTM nos las exigen en mm^2/seg . Para poder convertir las unidades dadas a las deseadas, se tuvo la necesidad de calcular la gravedad específica y luego de ello realizar el cálculo a las unidades correspondientes (ver anexos 9 y 10).

Valor de viscosidad: $10.90 \text{ mm}^2/\text{seg}$. a 40°C

Se encuentra fuera de los estándares establecidos para biodiesel, dados por las Normas ASTM para biodiesel.

Lavado:

Esta es la mejor prueba para el biodiesel porque:

- Si el combustible es de buena calidad, la separación es rápida y todas las impurezas quedan en el agua.
- Pero si no se separa y forma una emulsión (con el aspecto de la mayonesa), o se separa muy despacio, con una fina capa blanca entre la capa de biodiesel y la del agua, no es combustible de buena calidad.
- Mezclar en un bote, 50 mL de biodiesel (separado de la glicerina, después de doce horas de reposo) con 50 mL de agua.
- Colocar la tapa y agitar vigorosamente, durante 10 segundos, dejar reposar.
- En menos de media hora, quedó encima el biodiesel cristalino, y debajo agua lechosa.
- Lavado: **separación inmediata de las capas.**

Es decir, que se separó el biodiesel de las impurezas que pueda tener luego de llevada a cabo la reacción y la remoción de restos de glicerina que pudieron quedar al momento de separarla del biodiesel.

Determinar la calidad del biodiesel obtenido mediante la comparación de los resultados obtenidos en las pruebas antes mencionadas, con las normas ASTM, para biodiesel.

Para ello nos auxiliaremos de la siguiente tabla, en la cual se resumen algunas constantes de las normas ASTM para biodiesel. ⁽³⁾

Tabla 19. Propiedades de Combustibles Diesel y Biodiesel.

PROPIEDAD	UNIDAD	DIESEL	ESTANDARES DE BIODIESEL		
			ASTM D 6751 – 02	DIN EN 14214	BIODIESEL OBTENIDO
Densidad a 15°C	Kg/m ³	850		860-900	880
Viscosidad a 40 °C	mm ² /s	2.60	1.9 - 6.0	3.5 – 5.0	10.90
Valor de acidez	mg KOH/g	0.35	< 0.8	<0.5	0.5

Dado que el valor de acidez obtenido es de 0.5 mgKOH/g, y se encuentra dentro de la normativa ASTM para biodiesel que reporta el valor de < 0.8, concluimos que dicho valor es válido para la calidad del biodiesel obtenido.

En cuanto a la viscosidad, podemos decir que el valor obtenido experimentalmente, 10.90 mm²/s, no se encuentra dentro del rango de valores de la Norma ASTM (1.9 – 6.0 mm²/s); sin embargo, esta es una de las dos propiedades; además del punto de humo, que varían dependiendo de la especie de la cual se obtenga el biodiesel; de ahí el por qué de la variación entre el valor obtenido y el rango. Además los valores de viscosidad, generalmente, son utilizados cuando se pretenden hacer mezclas con diesel, ya que la viscosidad ayuda a calcular la proporción en la cual se mezclarán.

Con relación a la prueba de lavado, dicha prueba fue diseñada para la determinación de una reacción completa, es decir que no encontraríamos residuos de reactivos, o la formación de una emulsión si se agitaba y se dejaba reposar. Dado que hubo una separación inmediata de las capas, podemos decir que si se lleva a cabo toda la reacción y asegurar que el biodiesel obtenido es de buena calidad.

5.0 CONCLUSIONES.

1. El índice de acidez obtenido con el aceite puro es de 4.18 mgKOH/g, el cual representa el 82% de rendimiento de biodiesel; después de realizado el pretratamiento se obtuvo un índice de acidez de 2.09 mgKOH/g, representando el 93% de rendimiento, por lo tanto, es necesario realizar este proceso para mejorar el porcentaje de rendimiento de biodiesel.
2. Es necesario utilizar la Metodología de la Superficie de Respuesta para encontrar las mejores condiciones de obtención de biodiesel, cuando la cantidad de ácidos grasos libres es superior al 1%.
3. En base a los resultados obtenidos y el análisis de varianza, la cantidad de metanol no influye significativamente en la obtención del biodiesel.
4. La viscosidad no cumple con el rango establecido según las normas ASTM, pero eso no significa que el biodiesel obtenido sea de mala calidad, ya que su valor depende de la fuente de obtención, según el Reglamento Técnico Centroamericano⁽⁴⁾ y en base a éste así es la forma en que se va a utilizar.
5. El biodiesel obtenido a partir del *Sapindus saponaria*, es de alto rendimiento y de buena calidad, pero tiene la desventaja que es una especie que no es abundante en el país y que únicamente produce fruto una vez al año.

6. Después de aplicar la Metodología de Superficie de Respuesta las mejores condiciones para obtener biodiesel son: 60 minutos, 0.28% de ácido sulfúrico y 0.35% de metanol.

7. Para reducir la cantidad de ácidos grasos libres del aceite obtenido del *Sapindus saponaria*; en base a la información publicada resulta azaroso, debido a que cada especie vegetal posee un valor específico de dichos ácidos. Sin embargo es muy conveniente disponer y hacer uso de esta información.

6.0 RECOMENDACIONES.

1. Estudiar más alternativas de especies vegetales que sirvan como materia primas en la obtención de biodiesel y además que presenten la ventaja de recolectarse con facilidad en cualquier época del año, ya sea en el país o en la región Centroamericana.
2. Investigar otras alternativas; aparte de las especies vegetales, para producir biodiesel; dado que con ello podríamos colaborar en reducir la contaminación causada por aceites de deshecho.
3. Al estudiar otras fuentes que sirvan de materia prima para obtener biodiesel, podríamos tomar el ejemplo de América del Sur, que utilizan aceites de deshecho; los cuales se obtienen de los comedores universitarios y son utilizados como combustible.
4. Incentivar el cultivo del *Sapindus saponaria* (Pacún), en nuestro país, dado que es una especie de fácil cuidado y adaptable a nuestro tipo de suelo.

BIBLIOGRAFÍA

1. Abreu, O. 2005. Potencial medicinal del género *Sapindus* L. (*Sapindaceae*) y de la especie *Sapindus saponaria* L. En línea. La Habana, Cuba, Facultad de Ingeniería Química-Farmacia, Universidad de Camagüey. [http://Revista Cubana de Plantas Medicinales - Medicinal potential of the genus emSapindus -emL_ \(Sapindaceae\) and of the emSapindus saponaria -emL_ species](http://Revista Cubana de Plantas Medicinales - Medicinal potential of the genus emSapindus -emL_ (Sapindaceae) and of the emSapindus saponaria -emL_ species. Consultado el 8 de agosto de 2006.). Consultado el 8 de agosto de 2006.
2. Amaya Echeverría, C. A. y otros 2004. evaluación de la actividad antimicrobiana y antifúngica del extracto etanólico del fruto de *Sapindus saponaria* (Pacún), Licenciatura en Química y Farmacia, San Salvador, El Salvador, Universidad de El Salvador.
3. ASTM. 2003 American Standards for Testing of Materials. D 189 – 01, D 240 – 02, D 4052 – 96, D 445 – 03, D 482 – 74, D 5555 – 95, D 6751 – 02, D 93 – 02a, D 95 – 990, D 97 – 02.
4. CONACYT (Consejo Nacional de Ciencia y la Tecnología) y otros. Biocombustibles. Biodiesel (B100) y sus mezclas con aceite combustible diesel. Especificaciones. Reglamento Técnico Centroamericano RTCA 75.02.43:06. Adaptación de las especificaciones que aparecen en las normas ASTM D 6751-06^{el} y EN 14214:2003.

5. Cruz, R. L. y otros. 2004, Obtención, Refinación y Caracterización del aceite de la semilla de *Pasiflora edulis flavicarpa* (maracayá) Licenciatura en Química y Farmacia, San Salvador, El Salvador, Universidad de El Salvador, p. 23, 34 y 35
6. Facioli, N. L. y otros. 2002, Optimización del proceso de esterificación Química del destilado de desodorización del aceite de soja previamente saponificado y acidulado. En línea. España, instituto de la Grasa (CSIC) Revista, consultado el 24 de abril de 2006. [http://Instituto%20de%20la%20grasa%20\(CSIC\)%20Revista%20su%20res.htm](http://Instituto%20de%20la%20grasa%20(CSIC)%20Revista%20su%20res.htm).
7. Ghadge, S. V. y otros, 2005. Process optimization for biodiesel production from *mahua* (*madhuca indica*) oil using response surface methodology. (en línea) Kharagpur 721 India. Bioresource Technology. Consultado el 18 de marzo de 2006. www.sciencedirect.com
8. ITDG (Intermediate Technology Development Group) Soluciones practicas para la pobreza, Proyecto biodiesel, (en línea) Lima, Perú. Consultado el lunes 06 de marzo de 2006. <http://biodiesel\MunicipalidadesRurales.htm>
9. Jiménez, R. 2006. La contaminación tiene salida con bioenergéticos. (en línea), México D. F., México. Excelsior – el Periódico de la vida nacional.

Consultado el 13 de mayo de 2006.

<http://www.nuevoexcelsior.com.mx/XStatic/excelsior/template/noticia.aspx?s=1&s1=1&s...>

10. Montgomery, D. C. 2004, Diseño y Análisis de Experimentos, 2^a edición, Balderas 95, México, D. F. Editorial Limusa, S. A. de C. V., Grupo Noriega Editores p. 218-227, p. 271- 274, p. 427- 461.
11. Pozzolo, O. y otros. 2003. Estudio de algunos parámetros para la elaboración de biodiesel. (en línea) Rivadavia 1439 (1033) Buenos Aires, Argentina. Instituto Nacional de Tecnología Agropecuaria INTA. Consultado el 20 de febrero de 2006.
http://elaboraciondebiodiesel_archivosdiesel1.html
12. Rodríguez de, B. M. y otros. Análisis de Alimentos, tomo 1, Universidad Central de Venezuela, Organización de Bienestar Estudiantil. Caracas 1980. p. 36-38.
13. Van Gerpen, J.H. 1996. determinación de la influencia de los contaminantes en las propiedades del biodiesel. (en línea), Iowa, Estados Unidos. Consultado el 22 de febrero de 2006.
<http://www.biodiesel.org/resources/reportsdatabase/reports/gen/gen014.pdf>.

14. Vilchis, C. XX Congreso Nacional de Control de Calidad. octubre de 1992. Tijuana, BC, México. Adaptada de la ponencia “Después del Control, la Optimización”. Tijuana, México. ICT Mexicana S.A. de C.V. p. 7-1 – 7-16

ANEXOS

Anexo 1.

Figura 6. Fruto de *Sapindus saponaria*Figura 7. Semillas de *Sapindus saponaria*Figura 8. Arbol de *Sapindus saponaria*

Anexo 2.

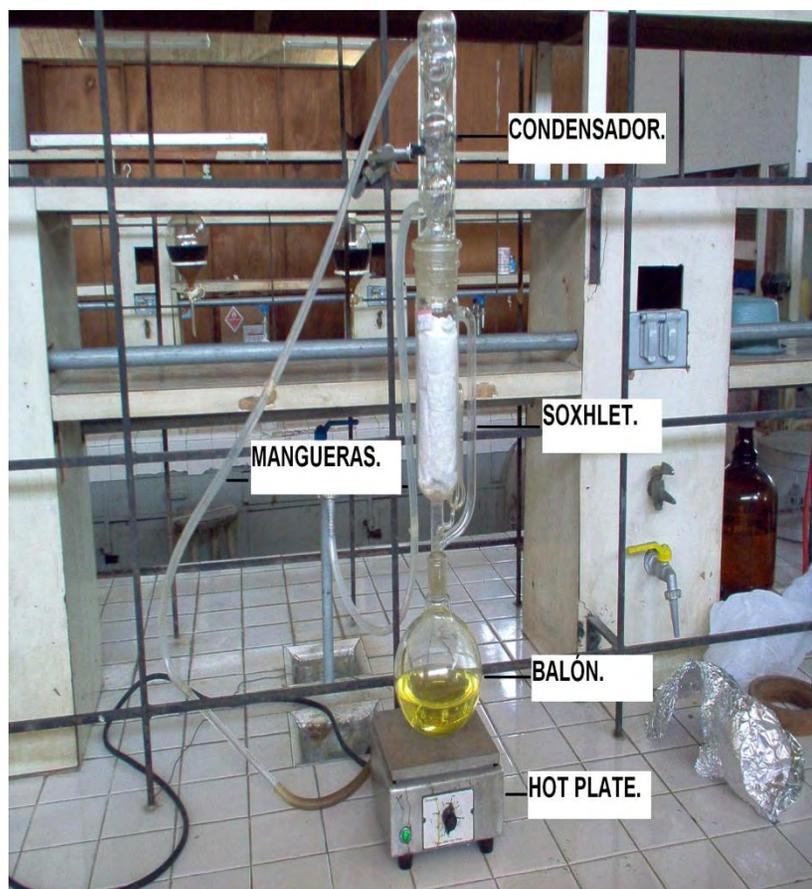


Figura 9. Equipo de extracción soxhlet.

Anexo 3.

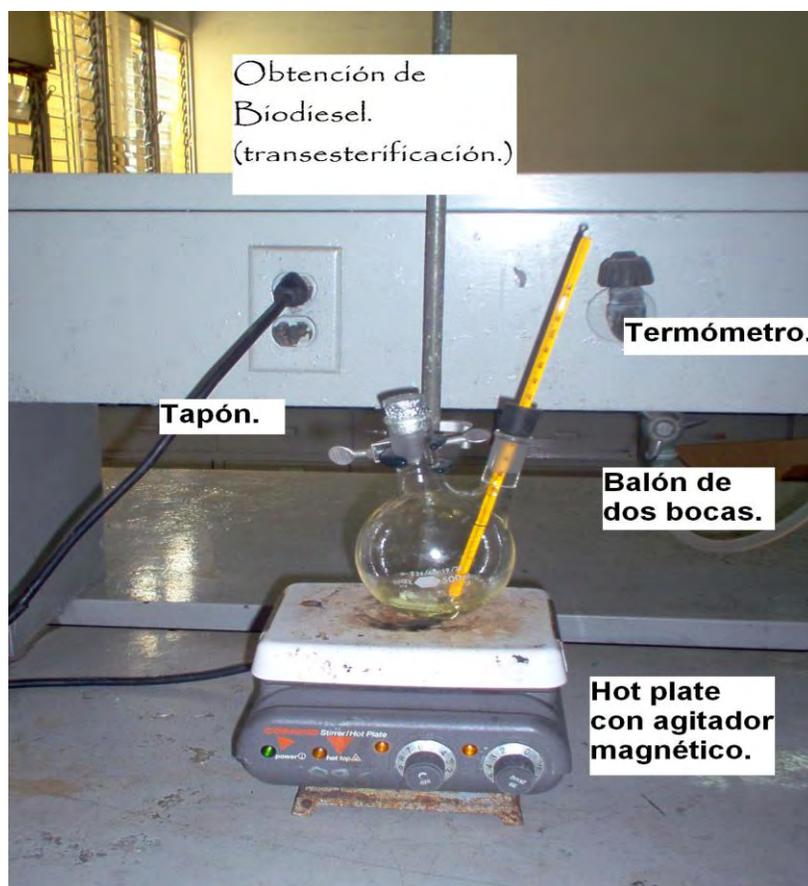


Figura 10. Equipo para Obtención de Biodiesel.

Anexo 4.

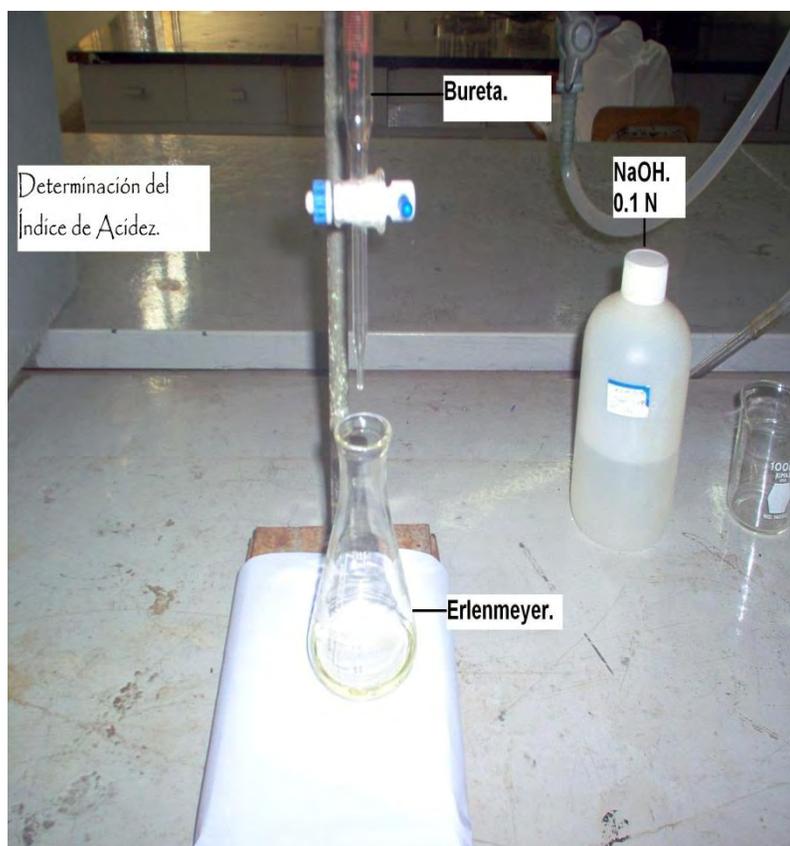


Figura 11. Equipo para la Determinación del Índice de Acidez.

Anexo 5.

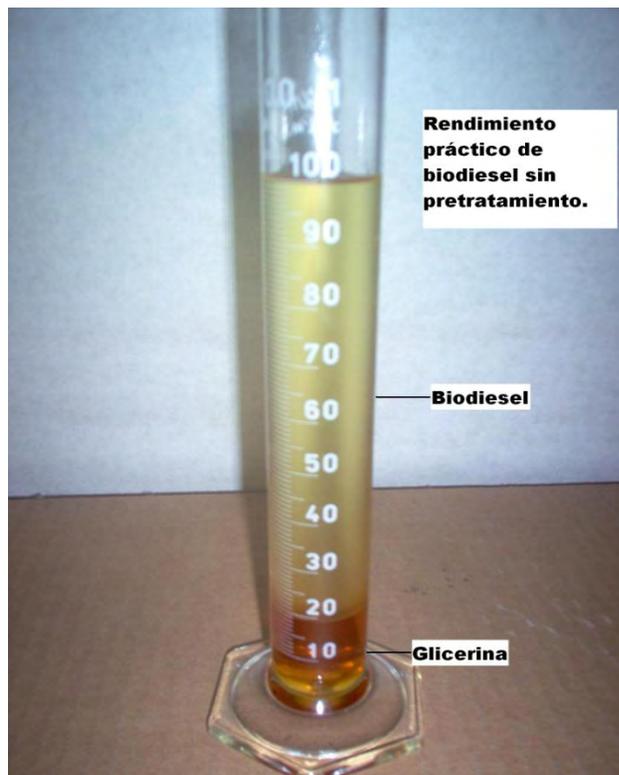


Figura 12. Rendimiento práctico de biodiesel sin pretratamiento.

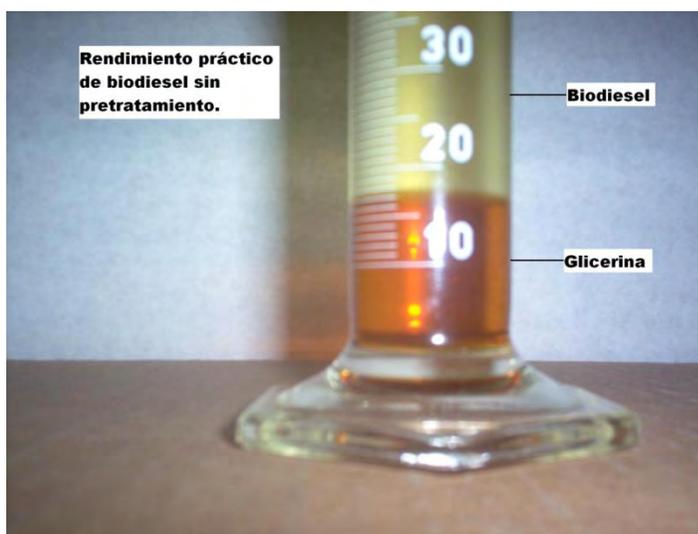


Figura 13. Rendimiento práctico de biodiesel sin pretratamiento. Vista cercana

Anexo 6.

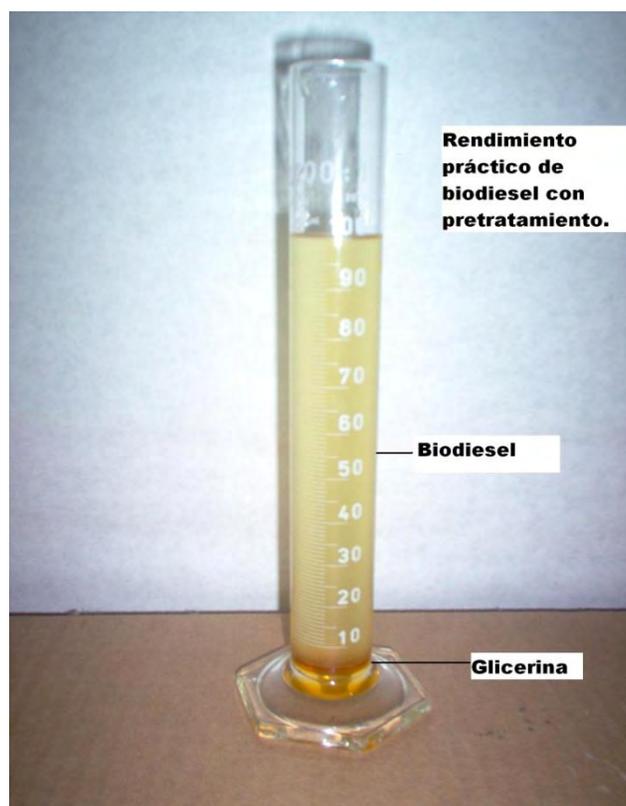


Figura 14. Rendimiento practico de biodiesel con pretratamiento.

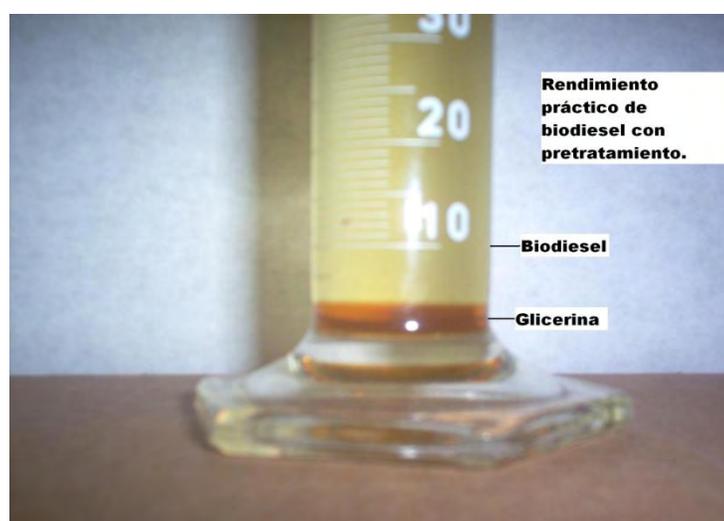


Figura 15. Rendimiento practico de biodiesel con pretratamiento. Vista cercana

Anexo 7.



Figura 16. Viscosimetro de BROOKFIELD



Figura 17. Espigas.

Anexo 8.

INFORME DE VISCOSIDAD.



INSTITUTO DE INVESTIGACION Y DESARROLLO QUIMICO BIOLOGICO S.A. de C.V.

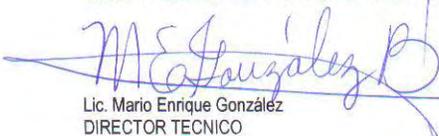
Inscrito en el Consejo Superior de Salud Publica
Bajo el Número 522

INFORME DE ANALISIS

NOMBRE DEL PRODUCTO: BIODIESEL	LOTE No. -----
PROCEDENCIA: Bachiller Marvin Ferrer	CONTROL No. 11975
DIRECCION: Urbanización Dolores 3ª. Etapa, Pasaje 6, Polígono H, Mejicanos.	FAB.: ----
FORMA QUIMICA: EXTRACTO DE ORIGEN NATURAL	VENCE: ----
FECHA DE RECEPCION: 04 DE MAYO 2007	METODO: USP - 27
FECHA DE ANALISIS: 04 DE MAYO 2007	PAG.: 1/1
DESCRIPCION: LIQUIDO OPACO DE COLOR AMARILLO.	

DETERMINACIONES	RESULTADO	LIMITES	REFERENCIA
VISCOSIDAD BROOKFIELD	RPM	CP	METODO PROPIO
A 40°C	3	600	
ESPIGA 4	6	300	
	12	100	
	30	80	
	60	30	
	100	12	
VISCOSIDAD BROOKFIELD	RPM	CP	METODO PROPIO
A 40°C	2.5	144	
ESPIGA 3	4	150	
	5	96	
	10	48	
	20	24	
	50	12	
	100	9.6	

OBSERVACIONES: EL INFORME CORRESPONDE UNICA Y EXCLUSIVAMENTE A LA MUESTRA REMITIDA.


Lic. Mario Enrique González
DIRECTOR TECNICO

Lic. MARIO ENRIQUE GONZALEZ BARRERA
QUIMICO FARMACEUTICO
Insc. J.V.P.O.F. No. 1372

República de El Salvador
C.S.S.P.
LABORATORIO INDUSTRIAL DE ANALISIS
Y CONTROL DE CALIDAD
INSTITUTO DE INVESTIGACION Y DESARROLLO
QUIMICO BIOLOGICO, S.A. de C.V. (IQB, S.A. de C.V.)
Nº de Inscripción 522
Propietario: INSTITUTO DE INVESTIGACION Y DESARROLLO
QUIMICO BIOLOGICO, S.A. de C.V. (IQB, S.A. de C.V.)
Lugar: Nueva San Salvador
Teléfono: (503) 2229-1567

Anexo 9.

CÁLCULOS DE GRAVEDAD ESPECÍFICA.⁽¹²⁾

Secar el balón volumétrico de 10 mL en una estufa a 105°C por 30 min.

- Pesar el balón seco.
- Repetir las dos operaciones anteriores hasta obtener por lo menos dos pesos constantes.
- Pesar el balón volumétrico con agua a 15°C, anotar.
- Pesar el balón volumétrico con muestra a 15°C, anotar.
- Calcular la gravedad específica mediante la siguiente fórmula:

$$Ge = d_{mx}/d_{agua}$$

Donde:

Ge: gravedad específica

d_{mx} : densidad de la muestra

d_{agua} : densidad del agua

Peso del balón de 10 mL: 88.8g

Peso del balón + agua: 98.8g

Peso del agua = 98.8g – 88.8g = 10g

Peso del balón + muestra: 97.6g

Peso de la muestra = 97.6g – 88.8g = 8.8g

$$Ge = \frac{8.8g/10mL}{10.0g/10mL} = 0.88$$

Anexo 10.

CÁLCULOS PARA CONVERTIR cP A mm^2/seg .

$$\text{cP} = \text{mm}^2/\text{seg} \times \text{Ge}$$

Donde:

cP: es centiPoise

mm^2/seg : milímetros cuadrados por segundo

Ge: gravedad específica.

9.6 cP: valor obtenido en IQB

$$\text{mm}^2/\text{seg} = \text{cP}/\text{Ge}$$

$$\text{mm}^2/\text{seg} = 9.6\text{cP}/0.88 = 10.90$$

Anexo 11.

ÍNDICE DE ACIDEZ₍₁₂₎

Procedimiento.

1. en un matraz de tapón esmerilado, disolver 5.0g de la muestra en una mezcla de volúmenes iguales de etanol-éter previamente neutralizado
2. Agregar la solución indicadora de Fenolftaleína
3. Valorar con solución 0.1 N de Hidróxido de Potasio hasta que la solución permanezca ligeramente rosa durante 30 segundos después de la adición.
4. Determinar el índice de acidez mediante la siguiente fórmula:

Índice de acidez.

$$\text{Fórmula I. A.} = \frac{V \cdot FC \cdot 5.61}{P_{mx}}$$

Donde:

V: volumen gastado de KOH

FC: factor de corrección (1.097)

5.61: meq de KOH

P_{mx}: peso de la muestra usada.

Ejemplo:

$$\text{I.A.} = \frac{4.4\text{mL de KOH} \times 1.097 \times 5.61}{5\text{g}} = 5.41$$

Anexo 12.

Analysis of Variance for IACIDEZ

Source	Sum of Squares	DF	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:ACIDO	0.0338	1	0.0338	0.09	0.7809
B:METANOL	0.0098	1	0.0098	0.03	0.8805
C:TIEMPO	1.9602	1	1.9602	5.13	0.0861
AB	0.0338	1	0.0338	0.09	0.7809
AC	1.3122	1	1.3122	3.44	0.1374
BC	0.0242	1	0.0242	0.06	0.8136
Total error	1.52736	4	0.381841		
Total (corr.)	4.90136	10			

R-squared = 68.838 percent
 R-squared (adjusted for d.f.) = 22.095 percent
 Standard Error of Est. = 0.617933
 Mean absolute error = 0.289587
 Durbin-Watson statistic = 2.32466 (P=0.4412)
 Lag 1 residual autocorrelation = -0.220441

The StatAdvisor

The ANOVA table partitions the variability in IACIDEZ into separate pieces for each of the effects. It then tests the statistical significance of each effect by comparing the mean square against an estimate of the experimental error. In this case, 0 effects have P-values less than 0.05, indicating that they are significantly different from zero at the 95.0% confidence level.

The R-Squared statistic indicates that the model as fitted explains 68.838% of the variability in IACIDEZ. The adjusted R-squared statistic, which is more suitable for comparing models with different numbers of independent variables, is 22.095%. The standard error of the estimate shows the standard deviation of the residuals to be 0.617933. The mean absolute error (MAE) of 0.289587 is the average value of the residuals. The Durbin-Watson (DW) statistic tests the residuals to determine if there is any significant correlation based on the order in which they occur in your data file. Since the P-value is greater than 0.05, there is no indication of serial autocorrelation in the residuals.

Anexo 13.

Analysis of Variance for IACIDEZ

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
C:TIEMPO	1.9602	1	1.9602	9.63	0.0146
AC	1.3122	1	1.3122	6.44	0.0348
Total error	1.62896	8	0.20362		
Total (corr.)	4.90136	10			

R-squared = 66.7651 percent

R-squared (adjusted for d.f.) = 58.4564 percent

Standard Error of Est. = 0.451243

Mean absolute error = 0.321983

Durbin-Watson statistic = 2.18753 (P=0.3638)

Lag 1 residual autocorrelation = -0.14825

The StatAdvisor

The ANOVA table partitions the variability in IACIDEZ into separate pieces for each of the effects. It then tests the statistical significance of each effect by comparing the mean square against an estimate of the experimental error. In this case, 2 effects have P-values less than 0.05, indicating that they are significantly different from zero at the 95.0% confidence level.

The R-Squared statistic indicates that the model as fitted explains 66.7651% of the variability in IACIDEZ. The adjusted R-squared statistic, which is more suitable for comparing models with different numbers of independent variables, is 58.4564%. The standard error of the estimate shows the standard deviation of the residuals to be 0.451243. The mean absolute error (MAE) of 0.321983 is the average value of the residuals. The Durbin-Watson (DW) statistic tests the residuals to determine if there is any significant correlation based on the order in which they occur in your data file. Since the P-value is greater than 0.05, there is no indication of serial autocorrelation in the residuals.

Regression coeffs. for IACIDEZ

constant = -43.4832

A:ACIDO = 202.5

C:TIEMPO = 0.9135

AC = -4.05

The StatAdvisor

This pane displays the regression equation which has been fitted to the data. The equation of the fitted model is

$$\text{IACIDEZ} = -43.4832 + 202.5 \cdot \text{ACIDO} + 0.9135 \cdot \text{TIEMPO} - 4.05 \cdot \text{ACIDO} \cdot \text{TIEMPO}$$

where the values of the variables are specified in their original units. To have STATGRAPHICS evaluate this function, select Predictions from the list of Tabular Options. To plot the function, select Response Plots from the list of Graphical Options.

Anexo 14.

Analysis of Variance for ACIDEZ

Source	Sum of Squares	DF	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:ACIDO	0.100225	1	0.100225	6.94	0.1189
B:TIEMPO	0.060025	1	0.060025	3.13	0.2191
AB	0.015625	1	0.015625	0.81	0.4622
Lack-of-fit	0.486096	1	0.486096	25.32	0.0373
Pure error	0.0384	2	0.0192		
Total (corr.)	0.733371	6			

R-squared = 28.4815 percent
 R-squared (adjusted for d.f.) = 0.0 percent
 Standard Error of Est. = 0.138564
 Mean absolute error = 0.260816
 Durbin-Watson statistic = 1.95964 (P=0.2690)
 Lag 1 residual autocorrelation = -0.261378

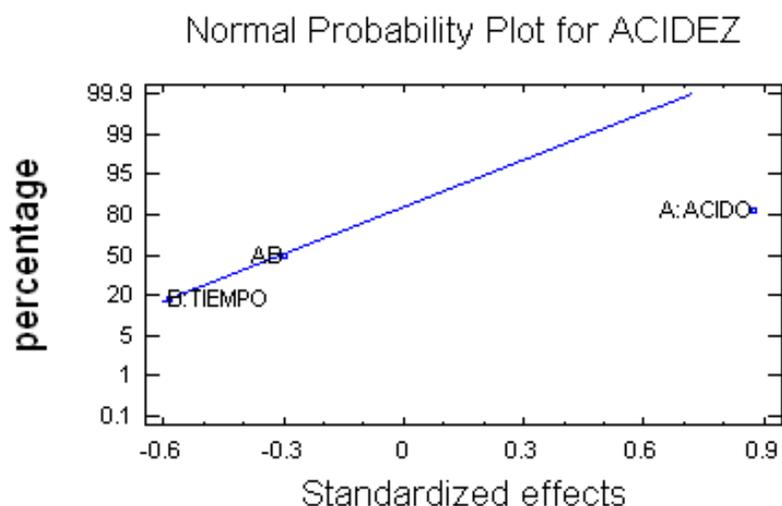
The StatAdvisor

The ANOVA table partitions the variability in ACIDEZ into separate pieces for each of the effects. It then tests the statistical significance of each effect by comparing the mean square against an estimate of the experimental error. In this case, 0 effects have P-values less than 0.05, indicating that they are significantly different from zero at the 95.0% confidence level.

The lack of fit test is designed to determine whether the selected model is adequate to describe the observed data, or whether a more complicated model should be used. The test is performed by comparing the variability of the current model residuals to the variability between observations at replicate settings of the factors. Since the P-value for lack-of-fit in the ANOVA table is less than 0.05, there is statistically significant lack-of-fit at the 95.0% confidence level. This means that the model as fitted does not adequately represent the data.

The R-Squared statistic indicates that the model as fitted explains 28.4815% of the variability in ACIDEZ. The adjusted R-squared statistic, which is more suitable for comparing models with different numbers of independent variables, is 0.0%. The standard error of the estimate shows the standard deviation of the residuals to be 0.138564. The mean absolute error (MAE) of 0.260816 is the average value of the residuals. The Durbin-Watson (DW) statistic tests the residuals to determine if there is any significant correlation based on the order in which they occur in your data file. Since the P-value is greater than 0.05, there is no indication of serial autocorrelation in the residuals.

Anexo 15.



Analysis Summary

File name: <Untitled>

Estimated effects for ACIDEZ

average	=	2.47429	+/-	0.0523723
1:ACIDO	=	0.365	+/-	0.138564
3:TIEMPO	=	-0.245	+/-	0.138564
1B	=	-0.125	+/-	0.138564

Standard errors are based on pure error with 2 d.f.

The StatAdvisor

This table shows each of the estimated effects and interactions. Also shown is the standard error of each of the effects, which measures their sampling error. To plot the estimates in decreasing order of importance, select Pareto Charts from the list of Graphical Options. To test the statistical significance of the effects, select ANOVA Table from the list of Tabular Options. You can then remove insignificant effects by pressing the alternate mouse button, selecting Analysis Options, and pressing the Exclude button.