



**UNIVERSIDAD DE QUINTANA ROO**  
**DIVISIÓN DE CIENCIAS E INGENIERÍA**

**PRODUCCIÓN DE BIODIESEL A PARTIR DE LODOS  
ACTIVADOS EMPLEANDO ZEOLITA COMO  
CATALIZADOR**

**TESIS**  
**PARA OBTENER EL GRADO DE**  
**INGENIERO AMBIENTAL**

**PRESENTA**  
**CITLALI GUADALUPE CARRILLO GARCÍA**

**DIRECTOR**  
**DR. JOSÉ MANUEL CARRIÓN JIMÉNEZ**

**ASESORES**

**DR. FERNANDO ENRIQUE FLORES MURRIETA**  
**MC. JOSÉ LUIS GONZÁLEZ BUCIO**  
**DR. GRACIANO CALVA CALVA,**  
**DR. VÍCTOR HUGO DELGADO BLAS**



CHETUMAL QUINTANA ROO, MÉXICO, JULIO DE 2017



**UNIVERSIDAD DE QUINTANA ROO**  
**DIVISIÓN DE CIENCIAS E INGENIERÍA**

**TRABAJO DE TESIS ELABORADO BAJO SUPERVISIÓN DEL COMITÉ DE  
ASESORÍA APROBADA COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE:**

**INGENIERO AMBIENTAL**

**COMITÉ DE TESIS**

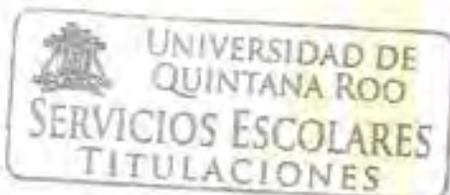
**DIRECTOR:** JOSÉ MANUEL CARRIÓN JIMÉNEZ  
DR.

**SUPERVISOR:** FERNANDO ENRIQUE FLORES MURRIETA  
DR.

**SUPERVISOR:** JOSÉ LUIS GONZÁLEZ BUCIO  
MC.

**SUPERVISOR:** GRACIANO CALVA CALVA  
DR.

**SUPERVISOR:** VÍCTOR HUGO DELGADO BLAS  
DR.



CHETUMAL QUINTANA ROO, MÉXICO, JULIO DE 2017

## DEDICATORIA

Con dedicatoria especial a mi madre Lilia por brindarme su amor incondicional y su apoyo en todo momento de este viaje extraordinario.

A mis hermanos Diego y David por ser ejemplo e inspiración para lograr mis metas.

A mi Padre Jesús Oscar Q.E.P.D. por todo el amor que pudo brindarme en vida.

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco enormemente al Dr. José Manuel Carrión Jiménez por su asesoría, apoyo y motivación en todo el proceso para la elaboración de este trabajo.

A mis asesores por involucrarse en este trabajo, agradezco el tiempo y el conocimiento otorgado.

Agradezco a la Universidad de Quintana Roo y al CINVESTAV.

Gracias a mis compañeros y amigos de la carrera de Ingeniería ambiental por apoyarnos en todo el transcurso de la carrera haciéndola placentera.

"Fructificar la razón: trascender nuestra cultura"

## Tabla de contenido

RESUMEN .....	4
CAPITULO I .....	5
1. INTRODUCCIÓN .....	6
1.1. <i>Biodiesel</i> .....	7
1.2. <i>Biocombustible a partir de Lodos Activados</i> .....	9
1.3. <i>Lípidos y ácidos grasos para la elaboración de biodiesel</i> .....	11
1.4. <i>Reacciones y Catalizadores</i> .....	14
1.5. Zeolita como catalizador .....	16
1.6. Planteamiento del problema .....	17
1.7. Justificación .....	19
1.8. Objetivos .....	19
CAPITULO II .....	21
2. MATERIALES Y METODOS.....	22
2.1. Preparación de la zeolita como catalizador .....	22
2.2. Preparación del lodo activado.....	22
2.3. Extracción de lípidos.....	22
2.4. Transesterificación directa .....	23
2.5. Reacción de Transesterificación empleando Zeolita.....	24
2.6. Cromatógrafo de gases, condiciones experimentales .....	25
CAPITULO III .....	26
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	27
3.1. Rendimiento gravimétrico del aceite de los lodos Fovissste V Etapa. ....	27
3.2. Rendimiento gravimétrico del aceite de los lodos de la Planta Huay-Pix. ....	28
3.3. Caracterización del aceite de los lodos .....	29
3.4. Rendimiento de Biodiesel .....	32
3.5. Rendimiento de Biodiesel con Zeolita.....	33
CAPITULO IV .....	34
4. CONCLUSIONES .....	35
4.1. RECOMENDACIONES .....	36
5. BIBLIOGRAFIA.....	37

## RESUMEN

Los recursos no renovables o recursos de génesis antigua han hecho de la vida del ser humano un lugar de confort facilitando muchas de las actividades diarias, sin embargo la vida útil de estos recursos se está quedando corta a medida que la población se extiende. Los biocombustibles como el bioetanol y el biodiesel pueden aportar alternativas al desarrollo sustentable a medida que se tengan definidas las técnicas y metodologías correspondientes. Las materias primas para la elaboración de dichos biocombustibles fungen un papel muy importante, son en realidad un punto clave en el tema de los biocombustibles. Las materias primas como las plantas oleaginosas, las bacterias, las micro y macro algas, aceites comestibles residuales, etc. han sido estudiadas y experimentadas para generar combustibles como el biodiesel.

Otra materia prima ideal gracias a su índole no comestible y de fácil acceso son los lodos activados. La formación, acumulación, distribución y utilización de los lodos activados puede aprovecharse también como composta o bio-fertilizante. Así mismo la apropiación de este recurso y los usos que se le han implementado, han dado lugar a más preguntas sobre como explotar y obtener más aplicaciones que pueda aportar esta biomasa. La generación de biodiesel es otra alternativa de aprovechamiento de los lodos activados basados en la integración de la productividad primaria de los ciclos biológicos (bacterias) y generación de las tecnologías apropiadas para transformar dicha biomasa de modo eficiente en biocombustible.

En el presente trabajo se elaboró biodiesel a partir de lodos activados, se obtuvo un rendimiento de 6.11% de aceite extraído. Se caracterizó y cuantificó los ácidos grasos totales y libres de los lodos activados. Obteniendo 99.99% de ácidos grasos totales de los cuales 60.68% son saturados y 39.31% insaturados y un promedio de 4% de ácidos grasos libres. Posteriormente se realizó la reacción de transesterificación con zeolita para obtener biodiesel, el rendimiento obtenido es de 6.11%. Los lodos activados pueden ser útiles como materia prima para elaborar biodiesel por lo que se recomienda tomar en cuenta factores como la humedad para poder extraer la mayor cantidad de aceite posible.

***Resumen: Biocombustibles, sustentable, materias primas, lodos activados, Transesterificación.***



# CAPITULO I

## Introducción

## 1. INTRODUCCIÓN

El uso de los combustibles fósiles ha facilitado todo tipo de actividades que el ser humano ha necesitado realizar en su día cotidiano, se ha utilizado en el transporte, para generar electricidad, para cocinar, etc., sin embargo la demanda de los combustibles fósiles ha incrementado en los últimos años debido al mundo globalizado en el que nos encontramos. Es preocupante el abastecimiento de estos combustibles en el futuro ya que este recurso tarda miles de años en formarse. Desde principios del siglo XX los combustibles renovables se han utilizado para sustituir a los combustibles prehistóricos (carbón, gas y petróleo). Los “Biocombustibles” se denominan como tal por obtenerse de la biomasa que día a día se genera por lo que son un importante recurso sustentable. Los biocombustibles más conocidos son el biogás, bioetanol y biodiesel, que pueden obtenerse de plantas oleaginosas o desechos en la agroindustria y urbanos. El biodiésel es un combustible alternativo para motores diésel potencialmente interesante, está conformado por ésteres metílicos o etílicos de ácidos grasos que se obtiene principalmente por reacción de un triacilglicérido o triglicérido (presente en aceites vegetales o en grasas animales) con un alcohol liviano como etanol o metanol. Esta reacción requiere fundamentalmente de catalizadores homogéneos o heterogéneos de carácter ácido o básico. Las características del biodiésel son partidarias al ambiente, consta de una viscosidad similar a la del diésel de petróleo, es biodegradable, disminuye significativamente las emisiones de gases tóxicos como los SO<sub>x</sub>, NO<sub>x</sub> y de otras sustancias volátiles cuando se quema como combustible. Existe una materia prima no comestible y de fácil acceso, ideal para la producción de biodiésel; Los lodos activados, éstos se encuentran presentes en las plantas de tratamiento de aguas residuales, han sido estudiados y se ha descubierto que contienen una cantidad considerable de lípidos como triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos y fosfolípidos, este último conformado por la membrana celular de las bacterias presentes en el lodo activado (Dufreche, Hernandez, & French, 2006). Esta materia prima es también ratificada por Siddiquee (Siddiquee, Kazemian, & Rohani, 2011) quien valora un porcentaje de hasta 30.14% de rendimiento de biodiesel obtenido de los lodos activados, lo que hacen de esta materia prima una opción factible para los biocombustibles.

### 1.1. Biodiesel.

Hablar de biodiesel es hablar de biocombustibles, los cuales se han tenido en cuenta desde finales del siglo XX e implementado desde entonces aunque en menor medida. La gasolina y el diésel son combustibles prehistóricos pero se les conoce con el nombre de combustibles fósiles porque están hechos de plantas y animales que han estado enterrados durante millones de años. Los biocombustibles como el biodiesel, son similares a los combustibles fósiles, excepto que los biocombustibles se fabrican a partir de plantas cultivadas en la actualidad. Hoy en día se han encontrado diversas materias primas para su obtención.

El biodiesel según la ASTM (American Society for Testing and Material Standard) es una mezcla de ésteres monoalquílicos de ácidos grasos. Cuando se emplea metanol en su proceso de producción el biodiésel es una mezcla de ésteres *metílicos* de ácidos grasos o ésteres *etilicos* de ácidos grasos cuando se utiliza etanol, siendo el metanol y el etanol los alcoholes más utilizados por su bajo peso molecular. El biodiesel se obtiene a base de lípidos saponificables; simples y/o complejos que pueden ser aceites vírgenes, aceites usados comestibles, no comestibles y grasas animales a través de la reacción de esterificación y transesterificación la cual consiste en separar los ácidos grasos de la glicerina con ayuda de un catalizador químico o biológico y unir cada uno de ellos a una molécula de metanol o de etanol (Baskar Thanaraj, 2016). La producción de este biocombustible ha sido incesantemente estudiada, en sus diversas fuentes como las plantas oleaginosas, (p. ej. maíz, soya, canola, etc.) micro algas (p. ej. *Chlorella sp.*) y bacterias (p. ej. *E. Coli*).

El biodiesel se ha convertido en una opción de combustible muy atractivo debido a sus beneficios medioambientales que se caracterizan por una baja emisión de combustión de monóxido de carbono, partículas y compuestos de azufre, además los subproductos generados no son tóxicos y son fácilmente biodegradables. Consta de una viscosidad similar a la del diésel de petróleo, pero difiere en que posee la propiedad de prolongar la vida útil de los motores, ya que tiene mayor lubricidad que el diésel (Fernando Chica, 2005). El biodiesel puede usarse como combustible para motores diésel, empleado como sustituto total (B100); también mezclado con diésel, por ejemplo (B30); o en una proporción baja como aditivo del 1 al 5%. Las denominaciones B5, B10, B20, B30, etc. Indican la proporción (%) de biodiesel utilizado.

En la actualidad el biodiesel es utilizado en muchos países del mundo, por ejemplo en Alemania, Austria y otros países de Europa Central están utilizando biodiesel puro (100%) proveniente de la Canola; Los franceses usan mezclas de biodiesel en porcentajes bajos (5%); en los EE.UU. se venden mezclas de biodiesel; en Japón existe gran interés por producir y utilizar este producto; de igual manera ocurre en

Latinoamérica, donde los principales productores de biodiesel son Brasil, Argentina y Ecuador (Fernando Chica, 2005).

El uso empleado de este biocombustible implica diversos sectores como; Agrícola, Industrias aceiteras, Industria química, Compañías petroleras, Cooperativas agrícolas, Administraciones locales, Áreas ambientalmente protegidas e Industria. Principalmente como combustible para el transporte. En este aspecto, no se necesita modificaciones en el motor, en el sistema de encendido ni en los inyectores de combustible de un motor diésel estándar. Tan sólo se necesita el cambio de algunos manguitos y materiales de revestimiento de piezas que estén en contacto directo con el combustible debido a su mayor corrosión. El rendimiento, desgaste y consumo del motor con biodiesel son similares al diésel (Blanco, 2010).

México cuenta con experiencias de uso de biodiesel, como el Estado de Chiapas, La compañía Chiapas Bioenergético tiene dos plantas de biodiesel a partir de aceite de palma africana y de aceites vegetales usados (Tuxtla Gutiérrez con 2,000 l/d y Puerto Chiapas con 28,000 l/d). Se propuso establecer 20,000 ha de *Jatropha curcas* para el año 2012. Ese biodiesel se utiliza en mezclas B5 y B20 en 40 vehículos de transporte público de Tuxtla Gutiérrez y Tapachula. (Cerutti, Coralli, Bustamante, & Enrique Riegelhaupt, 2011)

Los casos aterrizados del uso de biodiesel en México son una importante iniciativa hacia la sustentabilidad, y aunque hasta el momento no existe la suficiente producción a nivel mundial y su costo supera en el doble al del diésel, es de suponer que al ser un producto que se encuentra en auge, su producción aumentará su y los costos disminuirán (Cerutti, Coralli, Bustamante, & Enrique Riegelhaupt, 2011).

La elaboración de biodiesel puede obtenerse por diversas materias primas, de plantas oleaginosas como el cártamo, el girasol, la soja, la colza, el ricino o aquellas recomendadas por las políticas públicas mexicanas como la Higuierilla, la *Jatropha* y la Palma de aceite (Rodríguez, Barahona, Fernández, & Alfaro, 2014), de cuyas semillas o frutos puede extraerse el aceite y utilizarlo en algunos casos como aceite comestibles y en otros casos de uso industrial para biodiesel. Otras materias primas que se utilizan son la grasa animal, aceites comestibles usados, las bacterias y las algas. Es importante estudiar cada fuente para determinar la calidad y la cantidad de producción que cada materia prima pueda aportar, así como tener en cuenta los aspectos económicos y sociales de cada país y región en relación con el desarrollo local/regional. (Eleonice, 2012).



Imagen 1. Materias primas para la elaboración del biodiesel

En dicho sentido, generar biodiesel a base de plantaciones genera una problemática ambiental y social. Los monocultivos desencadenan una serie de impactos, tales como: Pérdida de biodiversidad (alimentos, medicinas, leña, materiales para vivienda, artesanías, entre otros), Alteración del ciclo hidrológico, que resulta tanto en la disminución y agotamiento de fuentes de agua, así como el aumento de las inundaciones y deslizamientos, Disminución de la producción de alimentos, Degradación de suelos, Pérdida de culturas indígenas y tradicionales dependientes de los ecosistemas originales, Conflictos con empresas forestales sobre tenencia de la tierra en territorios indígenas y de otras comunidades tradicionales, Disminución de fuentes de empleo en zonas de tradición agropecuaria, Expulsión de la población rural y Deterioro del paisaje en zonas turísticas.

El estudio de las materias primas para generar biodiesel continua en la búsqueda de aquella que genere menor impacto nocivo hacia el medio.

"Fructificar la razón: trascender nuestra cultura"

### 1.2. Biocombustible a partir de Lodos Activados.

Los lodos activados son una materia prima que se desarrolla inicialmente por una aireación prolongada bajo condiciones que favorecen el crecimiento de organismos que tienen la habilidad especial de oxidar materia orgánica. Básicamente los lodos activados consisten en una mezcla completa de bacterias y agua residual en un tanque de aireación, la materia orgánica en el agua residual les sirve a los microorganismos de alimento para su producción. A medida que la población de microorganismos aumenta, se agrupan y forman flóculos para producir una masa activa, (por ello el nombre de lodos activados) y formar un precipitado que se sedimenta con bastante

rapidez (Barbosa J. H., 2009). La imagen 1.2 representa el proceso de la elaboración de los lodos activados en una planta de tratamiento.

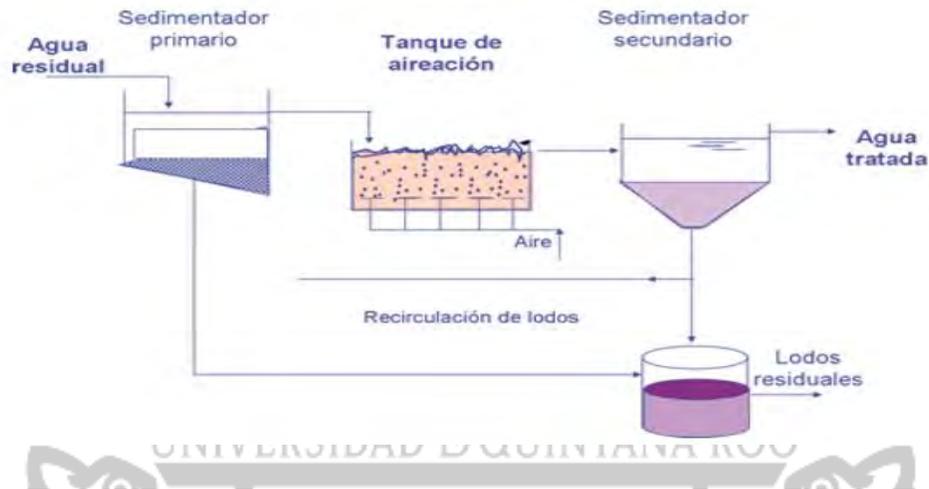


Imagen 1.2. Diagrama de una planta de tratamiento de agua residual. Jhojan A Herrera Barbosa, 2009, Lodos activados.

Los lodos activados provenientes de plantas de tratamiento de aguas residuales municipales contienen concentraciones considerables de lípidos derivadas de la adsorción directa de lípidos en los lodos. Estos lípidos fuente de energía incluyen triglicéridos, diglicéridos, monoglicéridos y fosfolípidos además de ácidos grasos libres contenidos en las grasas y aceites del lodo activado (Dufreche, y col., 2007, Mondala, y col., 2012, Revellame, y col., 2010, Siddique, y col., 2011). Es evidente el amplio rango de microorganismos, los cuales son capaces de incorporar en su biomasa cantidades significativas de lípidos bajo ciertas condiciones de propagación. Estos lípidos presentan un perfil de ácidos grasos en muchos casos adecuado para la producción de biodiesel. Se ha demostrado que la producción de aceites microbianos presenta varias ventajas con relación a la producción a partir de plantas de tratamiento, por ejemplo, poseen un tiempo de reproducción más corto, requieren operaciones menos complejas, no se afectan por los cambios climáticos o estacionales y su producción es mucho más fácil de escalar. (Vilaseca, 2001). Cabe señalar que los lípidos complejos presentes en los lodos activados constituyen el 25% gracias a las membranas fosfolípidas de los microorganismos antes mencionados (Dufreche, Hernandez, & French, 2006).

Dufreche en 2007 en su estudio elaborado sobre biodiesel a partir de lodos activados obtuvo de sus muestras un rendimiento del 28% de aceite extraído del cual obtuvo 6.23% de rendimiento en biodiesel utilizando como catalizador ácido sulfúrico al 1% en un tiempo y temperatura de reacción de 12h y 50°C respectivamente.

Un estudio realizado en 2011 por Muhammad N. Siddiquee, en su trabajo “Biodiesel Production from the Lipid of Wastewater Sludge Using an Acidic Heterogeneous Catalyst” registra un rendimiento del 30.14% de biodiesel. Siddiquee utilizó como catalizador un políácido  $H_3PO_4 \cdot 12WO_3 \cdot xH_2O$  ( $PW_{12}$ ) a una temperatura y tiempo de reacción de  $135^\circ C$  y 3 horas respectivamente.

En Japón, Yi-Hsu Ju y coadjutores realizaron un trabajo de investigación en varias PTAR. Los lodos activados deshidratados fueron adquiridos de instalaciones de tratamiento de aguas residuales de 4 plantas industriales diferentes en Taiwán. De las muestras se obtuvieron fosfolípidos, fosfatidilcolina (PC) con purezas de 40% y 98% de Nacali Tesque Inc. (Kyoto, Japón). Se obtuvieron patrones de ácidos grasos (FA) y ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) de Supelco (Bellfonte, PA, EE.UU.). Todos los disolventes y reactivos usados fueron cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) o calidad de reactivo analítico, obtenida a partir de fuentes comerciales.

Pansuwan Supaporn, Sung Ho Yeom (Pansuwan & Sung Ho, 2016) registran un rendimiento lipídico de 13.5% (g-lípido/g-lodo seco) obtenido mediante un proceso compuesto por extracción de lípidos de los lodos de aguas residuales mezclados. Para ello utilizaron 20 ml de disolvente / g de lodo seco, de la mezcla de disolventes utilizaron una relación 2/1 (v / v) de cloroformo y metanol. Obtuvieron un rendimiento del 39% de biodiesel y 5% de biodiesel global.

Otro trabajo realizado por Nor Aiman Hafizi Mustaphaa (Nor Aiman Hafizi Mustapha, 2017) toma en cuenta los parámetros de extracción tales como temperatura, tiempo de extracción y relación lodo / disolvente, estos parámetros fueron Investigados con el fin de optimizar el proceso de extracción de lípidos de los lodos de aguas residuales primarias. Se observó que el rendimiento del lípido extraído era de 40.21% en peso cuando la temperatura y el tiempo de extracción estaban a  $86^\circ C$  y 7,45 h. Se determinó que la relación lodo / disolvente de 2: 1 era el valor óptimo para extraer el rendimiento de lípidos. La Optimización se llevó a cabo utilizando la metodología de superficie de respuesta (RSM). El análisis de los lodos reveló que la composición del ácido graso libre estaba dominada por Ácido oleico monoinsaturado.

Como bien lo plantea Olkiewicz, el principal desafío para la producción del biodiesel es una eficiente extracción de los lípidos del agua. Por lo tanto deben tomarse en cuenta factores como el tiempo y la temperatura, concentración del catalizador y los que plantea Dufreche et al 2007, la deshidratación y el secado que constituyen más del 50% del coste total de producción de biodiesel.

### 1.3. *Lípidos y ácidos grasos para la elaboración de biodiesel.*

Los lípidos presentes en los lodos activados son de gran importancia en este trabajo ya que la cantidad de ácidos grasos presentes nos revelará si es factible utilizar esta

o cualquier otra materia prima para la elaboración de biodiesel. Para los lodos activados, cualquiera que sea el origen de éstos, cuentan con una distribución comprendida por ácidos grasos en el rango de C10-C18 (Yaya, 2015).

Los lípidos son un grupo heterogéneo de moléculas de origen biológico. Se consideran lípidos aquellas moléculas como los fosfolípidos, los esteroides, los carotenoides, las grasas y los aceites, que se diferencian mucho en cuanto a estructura y función.

Son solubles en disolventes orgánicos (p. ej. cloroformo, benceno, etc.), y muy poco o nada solubles en agua debido al tipo de carácter no polar, es decir, poseen una gran parte apolar o hidrofóbica. Otros lípidos constan de una estructura polar o hidrofílica por lo que tienden a asociarse con solventes polares como el agua. Por otro lado cuando una molécula lipídica tiene una región hidrófoba (dominio apolar) y otra hidrófila (dominio polar) se dice que tiene carácter de anfipático.

Los lípidos que son hidrofóbicos que generalmente corresponden a los lípidos de largas cadenas, no son capaces de establecer un grado sustancial de afinidad con las moléculas de agua por lo que no se mezclan. Es decir que, estos lípidos son insolubles en agua porque no hay adhesión entre las moléculas de agua y la sustancia lipídica. (Mendoza, 2014)

La clasificación de los lípidos consiste en la estructura molecular y se divide en dos grupos; Lípidos insaponificables, son una clase de lípidos que no se hidrolizan en presencia de hidróxidos (alcoholes). En este se encuentran: los esteroides, el terpeno, prostaglandinas etc. Por lo tanto los lípidos de interés en este trabajo son los lípidos saponificables.

- Lípidos saponificables. Este grupo de lípidos contiene ácidos grasos en su molécula y produce reacciones químicas de saponificación, se subdivide en dos: simples y compuestos (o complejos).

- Lípidos simples. Se conforman de ésteres de ácidos grasos con diversos alcoholes:

Ácidos grasos saturados. Son lípidos que no presentan dobles enlaces entre sus átomos de carbono. Se encuentran en el reino animal. Ejemplos: ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido araquídico y ácido lignocérico.

Ácidos Insaturados. Poseen dobles enlaces en su configuración molecular. Se encuentran en el reino vegetal. Por ejemplo: ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido elaídico, ácido linoleico, ácido linolénico y ácido araquidónico y ácido nervónico.

- Lípidos compuestos o complejos. Conformados por ésteres de ácidos grasos que contienen otros grupos químicos además de un alcohol y del ácido graso:

Fosfolípidos. Se caracterizan por tener un grupo fosfato en su configuración molecular. Son los principales constituyentes lipídicos de las membranas.

Glucolípidos. Son lípidos que se encuentran unidos a un glúcido (sacárido).

Existen diversas metodologías para la extracción de lípidos como el método de Destilación por arrastre de vapor, Extracción con disolventes, Extracción por fluidos supercríticos y por medio del uso de microondas, siempre con ayuda de solventes tales como etanol, éter etílico, éter de petróleo, hexano y metanol, siendo el hexano y metanol los más utilizados como anteriormente se mencionó.

Un estudio realizado por Dufreche (2006) menciona los solventes que utilizó para extracción de lípidos en lodos activados de las Plantas de tratamiento de aguas residuales tales como el hexano, metanol y una mezcla de Hexano: Metanol: Acetona. En la tabla de Dufreche se observa que el metanol puede extraer hasta un 22% de lípidos. Los lípidos son extraídos usando solventes orgánicos que pueden presenciarse con diferentes polaridades.

El contenido de ácidos grasos en las materias primas es importante debido a que los ácidos grasos influyen en las propiedades del biodiesel.

Las principales propiedades comprendidas por los ácidos grasos son: la estabilidad oxidativa, propiedades a baja temperatura (punto de nube, punto de fluidez y el punto de obstrucción del filtro de la fría), el número de cetano, viscosidad y el calor de combustión (Eleonice, 2012)

Estas propiedades se determinan por la cantidad de cada ácido graso presente en la molécula del triglicérido (longitud de cadena y el número de dobles enlaces), y estos tienen una implicación directa en las propiedades físicas del biodiesel. Por ejemplo, al aumentar el largo de cadena de Carbono aumenta la viscosidad del biodiesel, sin embargo al aumentar el grado de insaturación disminuye la viscosidad. Otro ejemplo es, a mayor contenido de ácidos grasos saturados mejora la estabilidad a la oxidación y aumenta el número de cetano. Hay que señalar que el número de cetano (NC) es una de las propiedades más importantes para evaluar la calidad del proceso de combustión de un combustible tipo diésel. Es uno de los parámetros que caracterizan un combustible diésel desde el punto de vista químico y de su proceso de combustión (Rodríguez, Barahona, Fernández, & Alfaro, 2014). Otra de las propiedades es el

punto de fusión, el cual al aumentar el grado de insaturación disminuye la temperatura de fusión lo que genera que los “empaques” sean menos eficientes.

Obtener un perfil de los ácidos grasos puede obtenerse aun después de la reacción de transesterificación puesto que dicha reacción no altera la composición de los ácidos grasos de la materia prima utilizada en la producción de biodiesel, los ésteres formados tienen el mismo perfil de fuente de ácidos grasos de aceite vegetal o grasa animal de fuente. Así, la composición y la concentración son parámetros críticos en la determinación de las propiedades del combustible (Eleonice, 2012).

#### 1.4. Reacciones y Catalizadores.

Los catalizadores cumplen fundamentalmente la función de acelerar la reacción que dará como resultado los ésteres mono-alquílicos de ácidos grasos.

##### 1.4.1. Reacciones de Transesterificación y Esterificación

###### Transesterificación

Esta reacción transforma las grasas o aceite con ayuda de un alcohol y un catalizador para obtener ésteres y glicerina (Blanco, 2010). Esta reacción implica un intercambio de los grupos funcionales, uniéndose el grupo OH del alcohol con el glicerol y uniéndose el ácido graso junto con su grupo carboxilo con la molécula carbonada del alcohol.

###### Esterificación

La esterificación es el proceso por el cual se sintetiza un éster. Mediante la separación del hidrógeno del ácido graso para unirse a un radical alcohólico (grupo hidroxilo del alcohol) con la finalidad de formar un éster a través de la unión del ácido graso y la molécula carbonada del alcohol eliminando una molécula de H<sub>2</sub>O. Dichas reacciones son explicadas en la imagen 1 que a continuación se presenta.

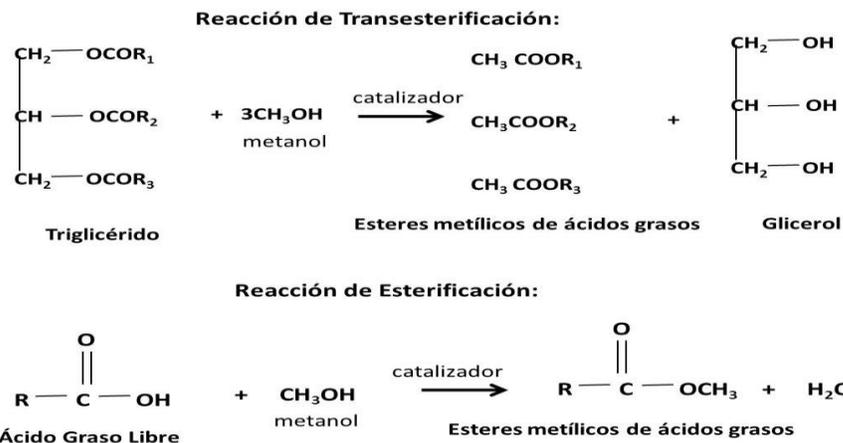


Imagen 1.2 Reacción de transesterificación y esterificación

La Esterificación se realiza para disminuir el valor de acidez, generalmente hasta 1%, con el fin de evitar la formación de jabón y emulsiones que generan los AGL (ácidos grasos libres) y que disminuyen el rendimiento de la reacción de transesterificación para la obtención de biodiésel. Los ácidos grasos libres son los únicos lípidos o grasas que no están unidos a una lipoproteína. También suele llamárseles ácidos grasos no esterificados. Algunos ácidos grasos como los triglicéridos pueden transformarse directamente a ésteres monoalquílicos de ácidos grasos con sólo una reacción de transesterificación, por otro lado los ácidos grasos libres al no estar unidos con la molécula de glicerina, tienen que pasar primeramente por la reacción de esterificación y posteriormente la transesterificación (Mazo, Galeano, Restrepo, & Ríos, 2007).

#### 1.4.2. Catalizadores

Podemos definir a un catalizador como una entidad que cambia la velocidad de la reacción química, tomando parte íntimamente en ella, pero sin llegar a ser un producto (Guerra, 2005). Generalmente los catalizadores pueden utilizarse en su estado homogéneo o heterogéneo, de carácter ácido o básico. Las enzimas como las lipasas también son utilizadas como catalizadores.

##### *Catalizadores Homogéneos*

El método de transesterificación catalítica básica homogénea utiliza principalmente; NaOH (Hidróxido de Sodio), CH<sub>3</sub>NaO (Metóxido de Sodio) o KOH (Hidróxido de Potasio) y generalmente produce dos fases: éster y glicerina cruda.

La transesterificación catalítica ácida (homogénea) es más lenta que la catálisis básica. Aunque la reacción ácida no resulta tan afectada por la presencia de ácidos grasos libres. Para ello se han utilizado H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (ácido sulfúrico), HCl (ácido

clorhídrico),  $\text{BF}_3$  (Trifluoruro de boro),  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (ácido Fosfórico) y ácidos orgánicos sulfurados. De hecho el catalizador ácido puede catalizar las dos reacciones a la vez; esterificación y transesterificación. Una gran ventaja de la catálisis ácida es que puede producir biodiesel directamente de los lípidos de materias primas de bajo coste como el aceite de cocina y grasas que suelen tener niveles de ácidos grasos libres mayores del 6%. Además de que el único subproducto que se genera con este catalizador es agua (Blanco, 2010).

Sin embargo los problemas asociados con los catalizadores homogéneos son múltiples como el alto consumo energético, la formación indeseada de jabones por reacción de ácidos grasos libres, la mala separación del catalizador del producto esto en el caso de catalizadores básicos y la generación de gran cantidad de aguas residuales en el caso del catalizador ácido durante la separación y la limpieza (Blanco, 2010).

#### *Catalizadores Heterogéneos*

Por lo que el uso de catalizadores heterogéneos podría ser una opción interesante. Un catalizador homogéneo se encuentra en el mismo estado físico que el reactante, mientras que el catalizador heterogéneo se encuentra en un estado físico diferente al del reactante, por lo que las ventajas de este tipo de catalizador es que catalizan simultáneamente la transesterificación y la esterificación y no hace falta combinarlo como el catalizador básico (Bengoagrostiza, 2012).

Los óxidos de metales alcalinotérreos, zeolitas y heteropoliácidos son catalizadores heterogéneos. En términos generales, estos catalizadores han demostrado ser eficientes, selectivos, fáciles de separar, reutilizables y algunos más que otros tolerables a la presencia de agua y de ácidos grasos libres (Ortega, Mercado, & Arrieta, 2014).

#### 1.5. Zeolita como catalizador.

Las zeolitas fueron descritas por primera vez como un grupo de minerales por el mineralogista sueco barón Axel Cronstedt en 1756. El nombre de zeolita proviene de las palabras Zeos - hervir; lithos - piedra, es decir piedra hirviente. Las zeolitas forman un grupo grande de aluminosilicatos hidratados que muestran similitud en composición, asociación y forma. Son aluminosilicatos cristalinos con estructura tridimensional, constituidas por tetraedros de óxidos de sílice y alúmina. Los átomos de silicio (Si) se unen entre sí por compartición de un oxígeno, creando una estructura de tetraedros de ( $\text{SiO}_4$ ) (Guerra, 2005).

Las características de este material geológico pueden ser modificadas analíticamente de manera específica para ser útil como catalizador, purificador o absorbente debido a que este material histórico evolucionado naturalmente posee varias propiedades

importantes no presentadas en los catalizadores tradicionales amorfos, tales como: Alto grado de hidratación, baja densidad y gran volumen libre, estabilidad de la estructura cristalina, intercambio de catión, canales de dimensión molecular uniformes en el cristal deshidratado, conductividad eléctrica, adsorción de gases y vapores y propiedades catalíticas (Guerra, 2005).

Las cavidades de las zeolitas ofrecen un área superficial grande, por lo que el área de contacto de los centros activos de la zeolita con los reactivos y productos es muy grande, también la acción de sus tamices moleculares puede aprovecharse para controlar las moléculas que tienen acceso a los sitios activos o que pueden abandonarlos. Por lo tanto el uso de las zeolitas es ampliamente aplicado como catalizadores en la refinación de petróleo y en las industrias petroquímicas o como filtro/depurador para potabilizar el agua y en los tratamientos de agua residual (Guerra, 2005).

La actividad catalítica de las zeolitas descationizadas se atribuye a la presencia de los sitios ácidos debidos a las unidades tetraédricas de  $[AlO_4]$  en la red. Estos sitios ácidos pueden tener carácter tipo Brønsted o Lewis. Los sitios ácidos pueden tener carácter tipo Brønsted o Lewis. Por definición los sitios ácidos de Brønsted son los sitios que pueden donar protones y los sitios ácidos de Lewis son los sitios que pueden aceptar un par de electrones (Guerra, 2005).

En este trabajo se utilizó zeolita pura denominada Adsorbente de Micotoxinas o como Clinoptilolita, obtenida de la Mina San Francisco, San Luis Potosí. Esta zeolita es un mineral 100% natural obtenido de la extracción directa de yacimientos derivados de depósitos de rocas sedimentarias de origen volcánico. Como todas las zeolitas, la clinoptilolita tiene una carga negativa y, por tanto, como un imán, atrae ciertas sustancias que suelen tener carga positiva. Se propone a la zeolita natural clinoptilolita como catalizador en la reacción de triglicéridos y un alcohol para la obtención de ésteres-mono-alquílicos de ácidos grasos por la selectividad de la misma, alta resistencia a la temperatura, resistencia química y estabilidad mecánica, su abundancia y bajo precio en México (Guerra, 2005).

La preparación del catalizador se realizó de acuerdo a la técnica realizada por Jerzy y Janues e Ivanova descrita en la parte experimental en este trabajo.

#### 1.6. Planteamiento del problema.

Las materias primas para la producción de biodiesel con más auge hoy en día a nivel internacional son las plantaciones oleaginosas, siendo la soya, la higuera, la palma y la *Jatropha* algunos ejemplos como materia prima, y si bien se han realizado numerosos

estudios y usos con el aceite de plantas oleaginosas para la obtención de biodiesel hay que señalar que existen tres factores que tomar en cuenta.

1. La competencia alimenticia entre aceite comestible y biodiesel. Este hecho incrementa el costo de los productos puesto que el uso de las materias primas se bifurca en dos grandes necesidades.
2. La gran cantidad de ácidos grasos libres que presenta el aceite de las plantas oleaginosas, hecho que reduce el rendimiento de la obtención de los ésteres monoalquílicos de ácidos grasos.
3. Los monocultivos, como se mencionó previamente, los problemas ambientales y sociales que genera esta alternativa de plantaciones son cuestionados ya que desencadenan una serie de impactos como: Pérdida de biodiversidad, alteración del ciclo hidrológico, disminución de la producción de alimentos, degradación de suelos, pérdida de culturas indígenas y tradicionales dependientes de los ecosistemas originales, entre otros conflictos.

#### *¿Por qué los Lodos Activados?*

Este trabajo plantea la alternativa de los lodos Activados como materia prima para la elaboración de biodiesel, puesto que esta biomasa no es comestible y por ser un desecho urbano de fácil acceso.

En la actualidad Quintana Roo cuenta con 33 plantas de tratamiento de aguas residuales (PTARS), ubicadas principalmente en centros de población urbanos, turísticos y/o cercanos a la costa o cuerpos de agua, operando con estándares que se apegan a las normas establecidas (PlanQuintanaRoo, 2016).

La mayor parte de las instalaciones para el tratamiento de las aguas residuales están concentradas en las zonas urbanas más importantes y pobladas del estado, destacando las ciudades de Cancún, Playa del Carmen, Cozumel, Chetumal y Tulum; se incluyen las cabeceras municipales y las localidades de Huay Pix, Subtte. López, Mahahual, Bacalar, Puerto Morelos, Puerto Aventuras, Chemuyil, Akumal, Holbox y Chiquilá cuya cercanía con cuerpos superficiales de agua susceptibles a la contaminación o actividad turística relevante, han propiciado la instalación de infraestructura para su saneamiento (PlanQuintanaRoo, 2016).

Las plantas (PTAR) del Estado tienen capacidad conjunta de tratamiento de hasta 2,349 litros por segundo (lps). De las 33 instalaciones en el Estado, 20 operan con Lodos Activados como proceso principal de tratamiento (PlanQuintanaRoo, 2016), por lo que no debe descartarse el estudio, uso y aprovechamiento de esta materia prima como alternativa para biocombustibles.

### 1.7. Justificación.

México se encuentra en una situación crítica en cuestiones económicas, además de ello son cada vez más el número y la cantidad de impuestos que se imponen a los ciudadanos para pagar la deuda que se carga el país desde hace años y a pesar de contar con el capital humano y natural para ser un país de primer mundo son los intereses políticos entre otros factores los que frenan el desarrollo en este país.

En materia de bioenergéticos, México tiene petróleo, sin embargo este producto se exporta a tierras extranjeras para luego paradójicamente comprarlo como producto pero sobre todo a un precio excesivamente alto. El IEPS (Impuesto Especial sobre Producción y Servicios) no sería necesario si se realizará la inversión en refinerías e investigación de energías alternativas y de esta manera ser autosustentables y utilizar los recursos monetarios en otros sectores. Esta idea es necesaria pero está muy lejos de concebirse.

La investigación sobre bioenergéticos que puedan poco a poco sustituir al petróleo es fundamental para una nación autosustentable, puesto que la vida útil de los combustibles fósiles según investigadores no sería mayor a 50 años.

El auge en el que se encuentra el biodiesel permite investigar las diversas materias primas para su elaboración, de esta manera aumentará su producción y bajará su precio. Por otro lado impulsar la investigación de biocombustibles en nuestro país puede ayudar a generar la obtención de metodologías ideales para la producción de bioenergéticos y por consiguiente un país más sustentable.

### 1.8. Objetivos.

#### Objetivo general

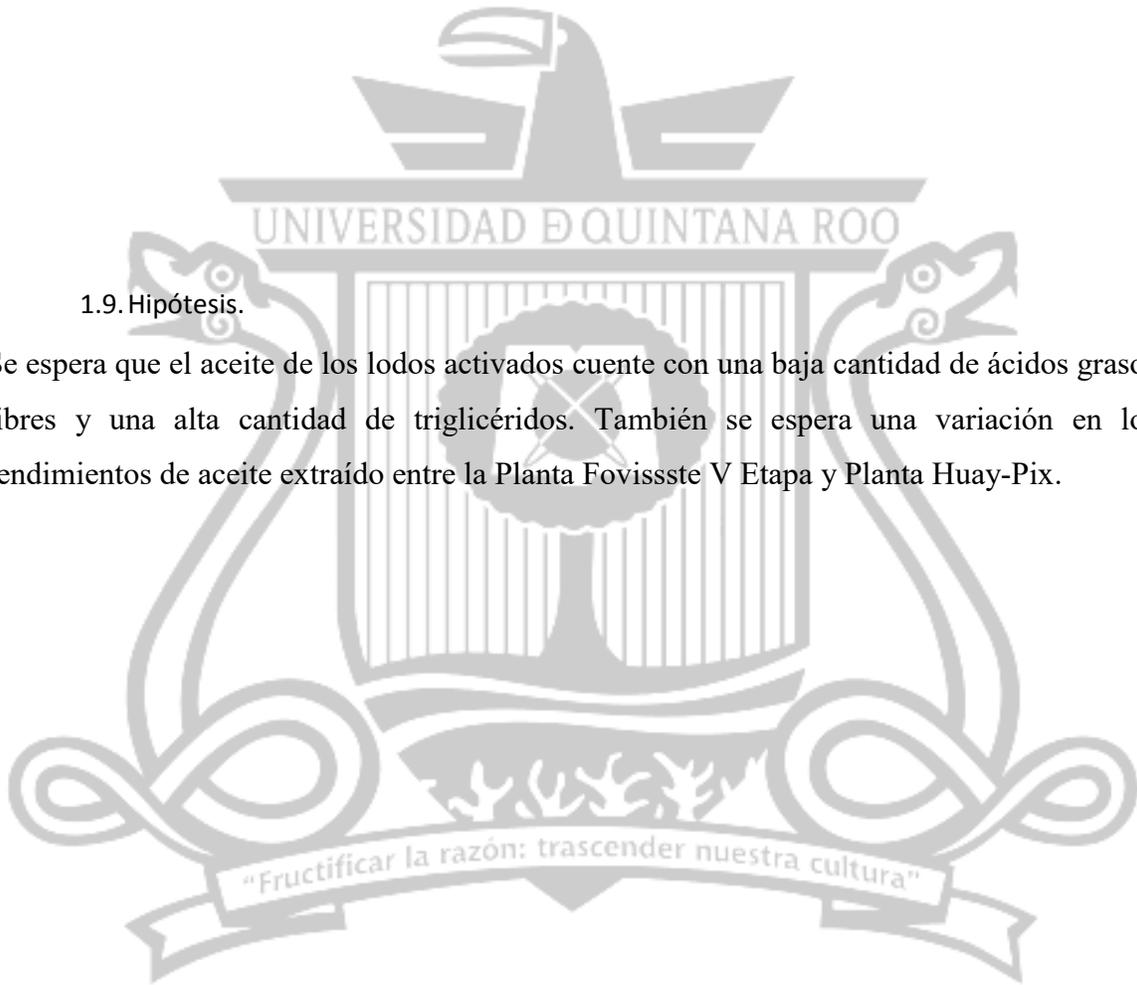
- Caracterizar el aceite extraído de los lodos activados del reactor de la Planta Fovissste V Etapa mediante cromatógrafo de gases.

#### Objetivos particulares

- Realizar reacciones de transesterificación y esterificación.
- Cuantificar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de los lodos activados.
- Cuantificar los FAME (biodiésel) obtenidos mediante cromatógrafo de gases.
- Analizar los datos obtenidos con el método de superficie de respuesta.

#### 1.9. Hipótesis.

Se espera que el aceite de los lodos activados cuente con una baja cantidad de ácidos grasos libres y una alta cantidad de triglicéridos. También se espera una variación en los rendimientos de aceite extraído entre la Planta Fovissste V Etapa y Planta Huay-Pix.



# CAPITULO II

Desarrollo Experimental

## 2. MATERIALES Y METODOS

### 2.1. Preparación de la zeolita como catalizador.

La preparación del catalizador se realizó de acuerdo a la técnica realizada por Jerzy y Janues e Ivanova. La decateonización de la clinoptilolita se llevó a cabo por el siguiente método, se depositó la zeolita en un matraz de 500 ml con ácido clorhídrico (HCl) a 0.1N por un período de 6 días a una temperatura constante de 50° C. Al finalizar se lavó, se filtró, se dejó secar y posteriormente se recogió el catalizador en su forma ácida (ZCM).

### 2.2. Preparación del lodo activado.

Los lodos activados se colectaron del reactor de lodos activados de la Planta Fovissste V Etapa. Se esperó un tiempo de una hora para que los lodos colectados sedimenten. Posteriormente fueron sometidos a un proceso físico de filtración y prensado mecánico.

El lodo filtrado se colocó en una estufa a 100°C por 24 horas, una vez seco se pulverizó en un mortero y se colocó a secado nuevamente por 1 hora a 100 °C. Seguidamente el análisis de contenido de humedad del lodo se realizó mediante una balanza térmica OHAUS MB45. Finalmente se almacenó en refrigeración para su posterior análisis de AGL.

### 2.3. Extracción de lípidos.

Se colocaron aprox. 10g de lodo seco en un matraz de fondo plano de 250 ml previamente a peso constante y se realizó la extracción de lípidos con la técnica de reflujo con refrigerante Graham utilizando 50 ml de mezcla de Cloroformo: Metanol: Agua desionizada (1:2:0.8) respectivamente durante hora y media. La mezcla de los lodos se filtró con ayuda de un embudo Buchner 70mm y papel filtro fino. Una vez filtrado los solventes fueron evaporados con un rota vapor a 40°C a 300 rpm para así obtener la fracción oleosa. Posteriormente la etapa crítica de la extracción consistió en adicionar al matraz que contiene la fracción oleosa 20 ml de hexano para captar los lípidos, se colocó en un embudo de separación de 250 ml y manualmente se agitó durante 10 segundos por 3 veces abriendo y cerrando la llave posterior

a cada agitación para liberar el gas del hexano, se esperó 5 min para obtener la separación de fases y se procedió a la separación de la fase orgánica (agua+ solventes trazas+ impurezas) y de la inorgánica (hexano+ fracción lipídica). Esta agitación para la extracción se realizó 3 veces. El hexano recuperado (90ml aprox.) más la fracción lipídica u oleosa se colocó en matraces de 250 ml y se llevó al rota vapor 40°C y 300 rpm a sequedad. Una vez evaporado el hexano se resuspendió la fracción lipídica en 2 ml de hexano y se recuperó con una micro pipeta colocándolo en un vial de 5 ml, nuevamente se adicionaron 2 ml al matraz para arrastrar la fracción lipídica colocándolo en el vial de 5 ml. Subsiguientemente los viales se llevaron al termoblock 60°C a sequedad. Una vez evaporado el hexano se volvió a resuspender la fracción oleosa con 1.5 ml de hexano para recuperarlo y colocarlo en viales de centrifuga de 2ml. Se centrifugó por 14 min. A 13 rpm. Se recuperaron las muestras sin impurezas y se colocan en viales de vidrio 2 ml (previamente a peso constante) colocándolos en termoblock 60°C hasta sequedad o peso constante. La fracción lipídica obtenida se obtuvo mediante la diferencia de los pesos de los viales (peso constante del vial – peso del vial con fracción lipídica).

#### 2.4. Transesterificación directa.

La fracción lipídica extraída de los lodos fue resuspendida en 1ml de hexano. Posteriormente se tomó una alícuota equivalente a 10 mg y se colocó en tubos de ensayo de 10 ml para llevarlos a sequedad. Una vez seco el hexano se adicionó 3 ml de una mezcla de solventes Metanol: HCl: Cloroformo (10:1:1) mezclándolo en el vortex por 5 min. Una vez mezclado los tubos se colocaron en rota vapor a baño María durante 120 min. A 90°C, manteniendo los 3 ml de mezcla (Metanol: HCl: Cloroformo) en los tubos. Ya transcurrido el tiempo se dejaron enfriar a temperatura ambiente y se adicionaron 2 ml de agua desionizada, pasándolo por el vortex 2 seg. 3 veces. Posteriormente se realizaron las extracciones con 2mL de hexano: cloroformo (4:1) por triplicado. Se recuperó la fase superior (hexano) y se le agregó 0.5g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro para mantener condiciones libres de humedad. La mezcla se recuperó en tubos de ensayo 10ml sin el Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro, posteriormente se llevó el tubo a evaporación en rota vapor-baño maría a 60°C, la muestra seca se resuspendió en 100 mcl de hexano, se colocó en viales de 300 mcl, se llevó a sequedad y se resuspendió en 50 mcl, finalmente se analizó por cromatografía de gases.

Transesterificación directa. Como se mencionó anteriormente las muestras transesterificadas fueron resuspendidas en 50mL de hexano, posteriormente se dejaron evaporar. Nuevamente se adicionaron 50mL de hexano y se analizaron los ácidos grasos transesterificados en cromatografía de gases. En este paso la mezcla de solventes con su respectiva relación Metanol: HCl: Cloroformo (10:1:1) sirvió para neutralizar los ácidos grasos libres de las muestras y hacer reaccionar los triglicéridos para obtener esteres metílicos de ácidos grasos (Biodiesel)

Hidrolisis. Para determinar los ácidos grasos totales se realizó como primer paso la **Saponificación** de las muestras. En primer instante se agregó 1ml de solución Metanol: Cloroformo (1:1) a las muestras secas. Se colocaron en vasos de precipitado de 50ml, 0.5g de NaOH, las muestras, 20 ml de metanol y 3 ml de agua en dicho orden. Se colocaron los vasos de precipitado en una parrilla a 75° - 80° C hasta que se evaporaron los solventes y se formó una masita (esto aprox. 1 hora). Se dejó enfriar las muestras a temperatura ambiente. Seguidamente la etapa de la **Metilación** consistió en verter a las muestras 20 ml de metanol y 3ml de HCl con ayuda de una micro pipeta poco a poco por las paredes y se colocaron en una parrilla a 75° - 80° C (aprox. 1 hora). Las muestras, una vez estables a temperatura ambiente fueron sometidas a la extracción de lípidos. Se adicionó 20ml de hexano en los vasos de precipitado lavando bien las paredes, la muestra se colocó en embudos de separación de 50ml, el vaso de muestra fue nuevamente lavado pero esta vez con 10ml de agua desionizada, se lavó bien el vaso de precipitado y se incorporó al embudo de separación. El embudo de separación fue agitado y reposado para que las fases se separen. El hexano se separó y se colocó en nuevos vasos de precipitado de 50ml dejándolos en la campana para que el hexano se evapore, una vez concluido este paso, se resuspendieron en 500mL de hexano y se analizaron por cromatografía de gases.

Una vez obtenidos los ácidos grasos totales (obtenidos mediante hidrolisis) y los ésteres metílicos de ácidos grasos, se obtuvo por diferencia los ácidos grasos libres.

#### 2.5. Reacción de Transesterificación empleando Zeolita.

El aceite extraído se resuspendió en matraces 250 ml, a una relación molar aceite/metanol de 1:50, es decir el sólido se puso en contacto con la mezcla de aceite y metanol. La reacción de

transesterificación empleando zeolita como catalizador al 2% en peso, se llevó a cabo a 50°C a presión atmosférica en un sistema de control de temperatura y agitación. El tiempo de reacción es el principal parámetro a medir con un intervalo de tiempo de 3, 6, 8, 12 y 24 h a 50°C respectivamente, el contenido se sometió a una intensa y continua agitación para que de esta manera el catalizador se mantenga en suspensión.

2.6. Condiciones experimentales del cromatógrafo de gases. Se utilizó un CG Perkin Elmer serie 9000. Detector de flama ionizada con un gradiente de 150°C-250°C; inyector Split 220°C. Columna Omegawax™ 250. Fused Silica Capillary column (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) film thickness. Flujo de 8.6 PSI. Se inyectaron 2mL de cada muestra al cromatógrafo de gases para el correspondiente análisis de ácidos grasos, cada muestra tuvo un tiempo de análisis de 57 min.

La imagen 2 resume los procesos involucrados para la obtención del biodiesel.

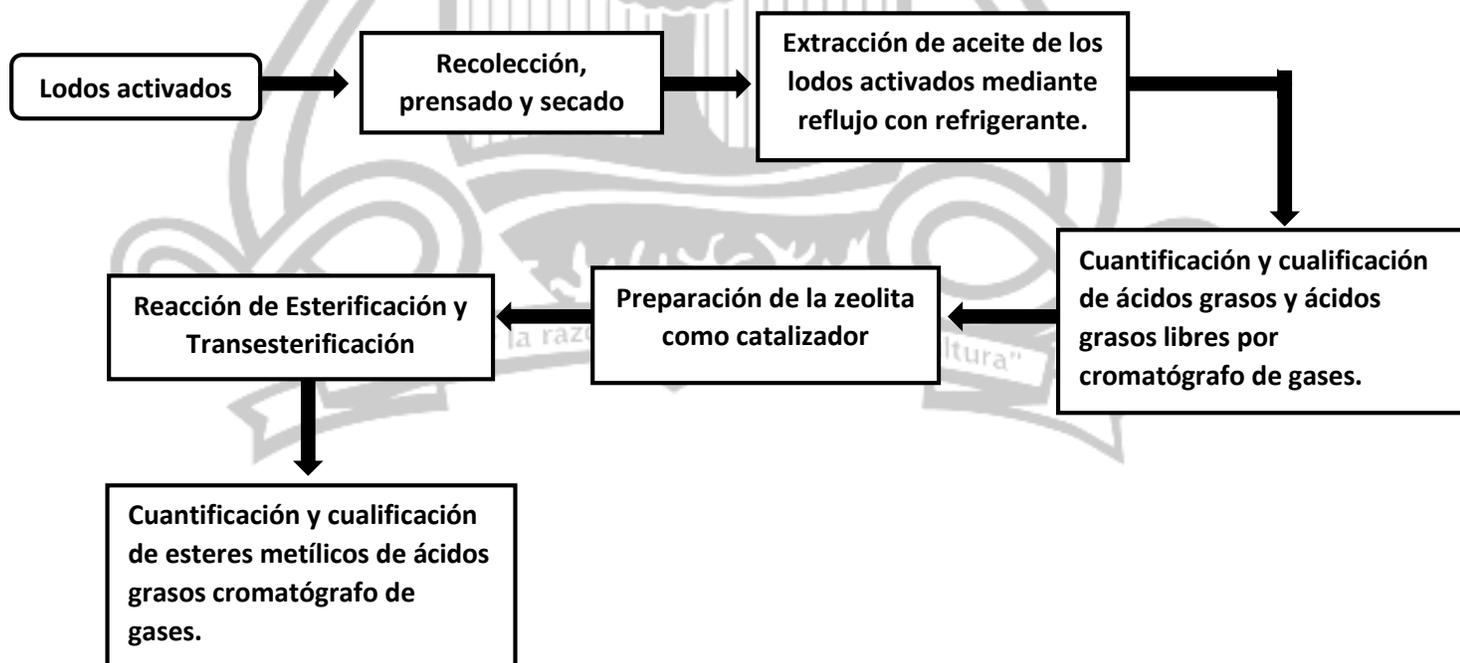


Imagen 2 Diagrama de flujo de Biodiesel

# CAPITULO III

Resultados y discusión

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Rendimiento gravimétrico del aceite de los lodos Fovissste V Etapa. Como primera etapa del trabajo se realizaron extracciones de aceite en muestras de lodos recolectadas a diferentes fechas de la Planta de Tratamiento. La Tabla 3.1 presenta los rendimientos gravimétricos de aceite obtenidos, como se puede observar los rendimientos variaron en las fechas analizadas, obteniéndose un rendimiento máximo de 6.11% y un mínimo de 0.14%. Estos rendimientos obtenidos en este trabajo están por debajo de los valores reportados por Dufreche *et al*, 2007. Ellos evaluaron el rendimiento gravimétrico de aceite utilizando diferentes solventes y reportaron rendimientos de 1.94% utilizando Hexano al 100%, 21.96% utilizando Metanol al 100% y 27.43% utilizando una mezcla de 60% Hexano, 20% Metanol y 20% Acetona. En este trabajo se utilizó metanol como solvente de extracción y como se mencionó anteriormente solo se logró un rendimiento máximo del 6.11%. Adicionalmente se realizó la extracción de aceite para evaluar el rendimiento de muestras de lodos de la planta Huay Pix para establecer un punto de comparación con la planta Fovissste.

Tabla 3.1.- Rendimiento de aceite obtenidos de muestras de Lodos Activados la Planta Fovissste. Rendimiento gravimétrico de aceite en gramos de aceite por gramo de lodo seco

<i>Fecha</i>	<i>Cantidad de muestra (g)</i>	<i>Aceite extraído (g)</i>	<i>Humedad (%)</i>	<i>Rendimiento gravimétrico de aceite* (%)</i>
06-Jul-16	20	0.0236	1.37	0.14
13-Jul-16	15	0.2319	25	2.06
13-Jul-16	12	0.4983	25	5.30
26-Oct-16	10	0.0404	1	0.45
26-Oct-16	10	0.0374	1	0.42
26-Oct-16	10	0.0451	1	0.51
31-Oct-16	10	0.1323	1	1.47
31-Oct-16	10	0.1351	1	1.50

31-Oct-16	10	0.1246	1	1.38
28-Nov-16	10	0.26	1	2.89
28-Nov-16	10	0.29	1	3.22
28-Nov-16	10	0.3	1	3.33
21-Feb-17	10	0.5501	1	6.11
21-Feb-17	10	0.4786	1	5.31
21-Feb-17	10	0.5501	1	6.11
3-Marzo-17	10	0.3634	1	3.92
3-Marzo-17	10	0.3886	1	4.32
3-Marzo-17	10	0.3584	1	3.98

\* Rendimiento gravimétrico de aceite (gramos de aceite por gramos de muestra).

3.2. Rendimiento gravimétrico del aceite de los lodos de la Planta Huay-Pix. Se obtuvo un rendimiento máximo de aceite de 3.59% en lodos con 22% de humedad siguiendo con 3.47% y 3.30% como lo indica la tabla 3.2. El rendimiento de los lodos de la planta Huay Pix se encuentra por debajo de los valores reportados por Dufreche *et al*, 2007.

Tabla 3.2.- Rendimiento de aceite obtenidos de muestras de Lodos Activados la Planta Huay-Pix. Rendimiento gravimétrico de aceite en gramos de aceite por gramo de lodo seco

<i>Fecha</i>	<i>Cantidad de muestra (g)</i>	<i>Aceite extraído (g)</i>	<i>Humedad (%)</i>	<i>Rendimiento gravimétrico de aceite (%)</i>
12-Mayo-2017	10	0.2707	22	3.47
12-Mayo-2017	10	0.2800	22	3.59
12-Mayo-2017	10	0.2556	22	3.30

Los rendimientos generados se deben a factores como la humedad de los lodos y el solvente que intervienen en el proceso de extracción (Olkiewicz *et al*, 2013). También es importante factores como el buen funcionamiento del reactor de lodos activados e inclusive el buen funcionamiento general de la PTAR.

### 3.3. Caracterización del aceite de los lodos.

La tabla 3.3 muestra las cantidades de los ácidos grasos libres, los cuales se obtuvieron mediante la diferencia de los ácidos grasos hidrolizados menos los ácidos grasos transesterificados. Hay que recordar que la reacción de hidrólisis se utilizó para romper todos los enlaces de glicerol y ácidos grasos presentes en el aceite de los lodos y obtener así los ácidos grasos totales, mientras que en la transesterificación directa mediante la mezcla de solventes metanol: HCl: cloroformo (10:1:1) que se utilizó sirvió para neutralizar los ácidos grasos libres y poder reaccionar los ácidos grasos saturados y así obtener los ácidos grasos metilados. El contenido total de ácidos grasos libres en el aceite de lodos activados oscila entre 0.38% a 7.64 %, con un valor promedio de 4%. Por otro lado, el contenido total de ácidos grasos libres en el aceite de *Jatropha curcas* varía desde valores reportados de 5.29% a 21.60 % (Berchmans y Hirata, 2008, Folaranmi, 2013, Vyas y col., 2009) con un valor promedio de 14 % (Koh y Ghazi, 2011). Los ácidos grasos libres del aceite de lodo activado se encuentran por debajo de los ácidos grasos libres de *Jatropha curcas*.

Tabla 3.3. Porcentaje de ácidos grasos libres en aceite de lodos activados

<i>Peso de aceite.</i>	<i>Cont. Total (mcgAG/g lodo) Muestra Transesterificadas</i>	<i>Cont. Total (mcgAG/g lodo) Muestra Hidrolizadas</i>	<i>Cont. AGL (mcg/g de muestra)</i>	<i>gramos</i>	<i>Porcentaje %</i>
0.0404	2921.94625	3075.9488	154.00255	0.000154003	0.38
0.0374	688.7445798	3451.3436	2762.59902	0.002762599	7.38
0.0451	651.1617386	1308.5107	1965.859661	0.00196586	4.35
0.1323	2752.041591	6093.7468	3341.705209	3341.705209	2.52
0.1351	6405.04	16738.94064	10333.90064	0.010333901	7.64

\*Gramos de lodo muestra (10gramos)

De la misma forma en el perfil cromatográfico se puede observar que el aceite de los lodos se compone de ácidos grasos y otros hidrocarburos. El perfil se observa en la gráfica 3.1 el cual se logró mediante una comparación cromatográfica de las muestras de aceite de los lodos con el cromatograma de un FAME estándar. La gráfica 3.1 indica los ácidos grasos con mayor peso molecular en el aceite de lodos activados, de los que destacan el Palmítico

(C16:0), Estearico (C18:0), Oleico (C18:1), Palmitoleico (C16:1),  $\alpha$ -Linolénico (C18:3) y Mirístico (C14:0) respectivamente.



Gráfica 3.1. Perfil de ácidos grasos en aceite de lodos

A continuación, se observa en la tabla 3.3.1 que el aceite de los lodos activados Fovissste V etapa es rico en ácido Palmítico, de manera que es el ácido graso de mayor contenido e incidencia, manifestándose con el 37.95% de los ácidos grasos, seguidamente del Estearico con 14%, el ácido Mirístico con 3%, y 4.68 de otros ácidos grasos saturados. Caracterizando el aceite también observamos que los lodos activados cuenta con un 60.68% de ácidos grasos saturados y 39.31% de ácidos grasos Insaturados como el Oleico con 14%, Palmitoleico con 7%, Linoleico con 3% y  $\alpha$ -Linolénico con 7%. Las tablas 3.3.2 y 3.3.3 indican el porcentaje de ácidos grasos saturados e insaturados respectivamente presentes en los lodos.

Tabla 3.3.1.- Contenido y porcentaje de ácidos grasos en aceite de 10g de lodos.

	<b>Ácidos Grasos</b>	<b>Contenido (mcg/g)</b>	<b>Porcentaje (%)</b>
<b>C16:0</b>	Palmitic	2120.67007	37.95
<b>C18:0</b>	Stearic	796.31584	14.25
<b>C18:1n9c</b>	Oleic	778.585465	13.93
<b>C16:1</b>	Palmitoleic	415.163585	7.43
<b>C18:3n3</b>	α-Linolenic	413.862727	7.40
<b>C14:0</b>	Myristic	190.651487	3.41
<b>C17:1</b>	cis-10-Heptadecenoic	154.886092	2.77
<b>C18:2n6c</b>	Linoleic	148.980014	2.66
<b>C17:0</b>	Heptadecanoic	90.9405034	1.62
<b>C15:0</b>	Pentadecanoic	88.6447908	1.58
<b>C20:4n6</b>	Arachidonic	72.4561616	1.29
<b>C20:3n3</b>	cis-11,14,17-Eicosatrienoic	61.0068351	1.09
<b>C20:0</b>	Arachidic	55.0037769	0.98
<b>C20:2</b>	cis-11,14-Eicosadienoic	43.763622	0.78
<b>C22:2</b>	cis-13,16-Docosadienoic	29.7433954	0.53
<b>C24:0</b>	Lignoceric	26.6574874	0.47
<b>C24:1n9</b>	Nervonic	24.9839235	0.44
<b>C12:0</b>	Lauric	21.4563716	0.38
<b>C20:1n9</b>	cis-11-Eicosenoic	20.7628986	0.37
<b>C20:5n3</b>	cis-5,8,11,14,17-Eicosapentaenoic	19.0949763	0.34
<b>C15:1</b>	cis-10-Pentadecenoic	13.4512759	0.24

Tabla 3.3.2.- Porcentaje de ácidos grasos Saturados en aceite de lodos.

<b>Ácidos grasos Saturados</b>	<b>Porcentaje (%)</b>
<b>C:12:0 Lauric</b>	0.38
<b>C14:0 Myristic</b>	3.41
<b>C:15:0 Pentadecanoic</b>	1.58
<b>C:16:0 Palmitic</b>	37.95
<b>C:17:0 Heptadecanoic</b>	1.62
<b>C:18:0 Stearic</b>	14.25
<b>C:20:0 Arachidic</b>	0.98
<b>C:24:0 Lignoceric</b>	0.47
<b>Total</b>	<b>60.68</b>

Tabla 3.3.3.- Porcentaje de ácidos grasos Insaturados en aceite de lodos.

Ácidos grasos Insaturados	Porcentaje (%)
C18:1n9c Oleic	13.93
Palmitoleic	7.43
$\alpha$ -Linolenic	7.40
cis-10-Heptadecenoic	2.77
Linoleic	2.66
Arachidonic	1.29
cis-11,14,17-Eicosatrienoic	1.09
cis-11,14-Eicosadienoic	0.78
cis-13,16-Docosadienoic	0.53
Nervonic	0.44
cis-11-Eicosenoic	0.37
cis-5,8,11,14,17-Eicosapentaenoic	0.34
cis-10-Pentadecenoic	0.24
<b>Total</b>	<b>39.31</b>

#### 3.4. Rendimiento de Biodiesel

Posterior a la cuantificación y cualificación del perfil de los esteres metílicos de ácidos grasos se pudo calcular los rendimientos, visibles en la tabla 3.4. En donde los valores oscilan entre 4.60% a 12.39% siendo éste último el rendimiento máximo. Así mismo el trabajo de Dufreche *et al 2007* indica los valores de rendimientos del biodiesel con lodos activados, los cuales varían de 0.14% a 7.85% como máximo. El rendimiento obtenido en este trabajo se encuentra significativamente por encima del valor registrado por Dufreche *et al 2007* pero por debajo del rendimiento reportado por Siddiquee *2011*.

Tabla 3.4.- Gramos de Ester metílicos de ácidos grasos producidos por 10g de lodo activado utilizando H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como catalizador.

Gramos de aceite	Mcg AG/g lodo <sup>1</sup>	gAG/g <sup>2</sup>	Rendimiento <sup>3</sup> (%)
0.0404	3075.948763	0.00307595	7.61373456
0.0374	3451.343608	0.00345134	9.22819147
0.0451	2617.021457	0.00261702	5.80270833
0.1323	6093.746889	0.00609375	4.60600672
0.1351	16738.94064	0.01673894	12.3900375

<sup>1</sup>. Microgramos de ácidos grasos por muestra (10g de lodo)

<sup>2</sup>. Gramos de ácidos grasos por muestra (10g de lodo)

<sup>3</sup>. Gramos de ácidos grasos por gramos de aceite en muestra (10 gramos de lodo)

### 3.5. Rendimiento de Biodiesel con Zeolita.

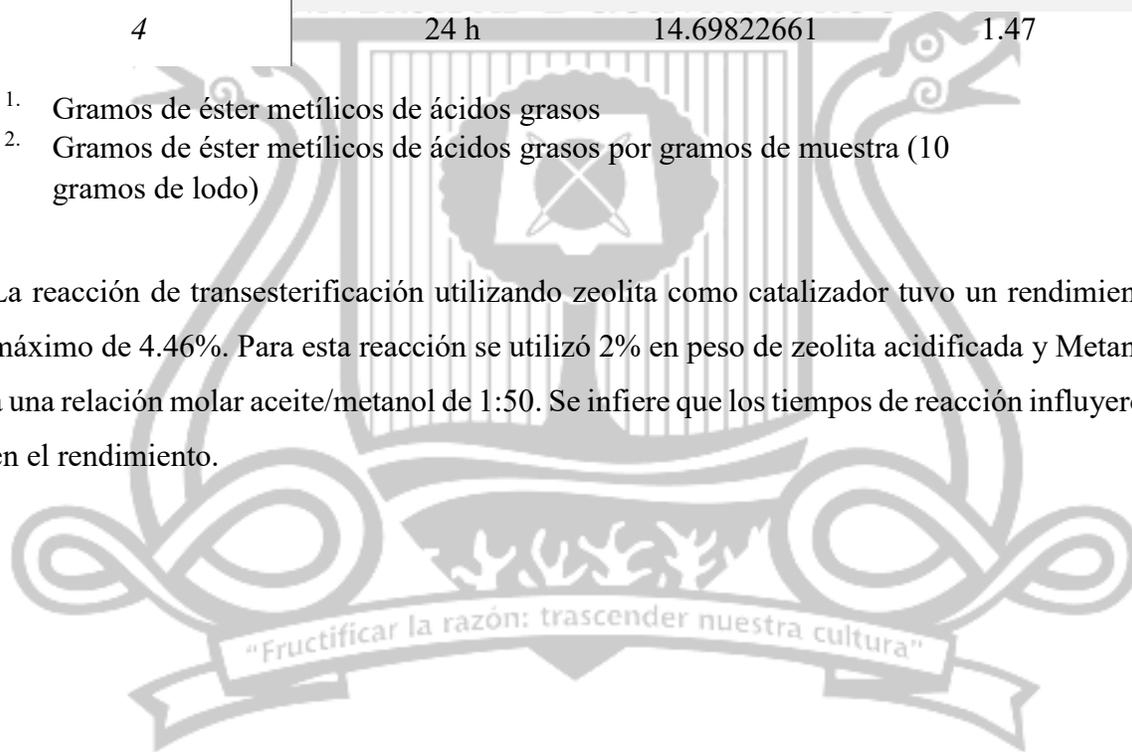
La tabla 3.5 indica los intervalos de tiempo de reacción y los rendimientos en función del tiempo de reacción establecido empleando zeolita como catalizador.

Tabla 3.5. Rendimiento de biodiesel en función del tiempo de reacción utilizando zeolita como catalizador.

<i>Muestras</i>	<i>Temperatura 50° C</i>	<i>AG mg/ml<sup>1</sup></i>	<i>Rendimiento (%)<sup>2</sup></i>
1	3 h	6.981313149	0.70
2	6 h*	44.58375657	4.46
3	12 h	6.856074485	0.70
4	24 h	14.69822661	1.47

1. Gramos de éster metílicos de ácidos grasos
2. Gramos de éster metílicos de ácidos grasos por gramos de muestra (10 gramos de lodo)

La reacción de transesterificación utilizando zeolita como catalizador tuvo un rendimiento máximo de 4.46%. Para esta reacción se utilizó 2% en peso de zeolita acidificada y Metanol a una relación molar aceite/metanol de 1:50. Se infiere que los tiempos de reacción influyeron en el rendimiento.





# CAPITULO IV

## Conclusiones

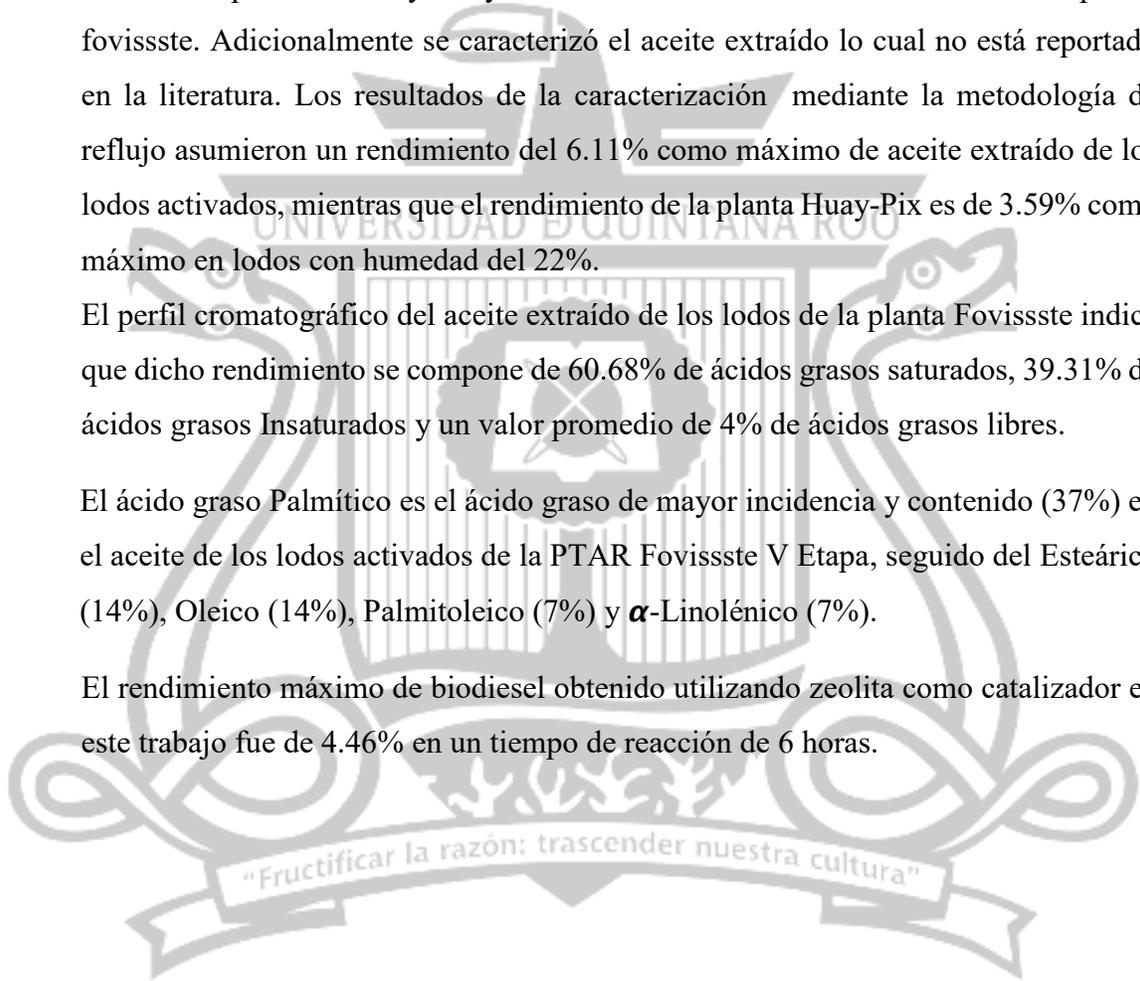
#### 4. CONCLUSIONES

Se estudió la producción de biodiesel con lodos activados de la planta Fovissste V etapa como materia prima utilizando zeolita como catalizador, se caracterizó el contenido de aceite en muestras de lodos de esta planta. Se obtuvieron rendimientos menores a los reportados en la literatura, por lo cual se caracterizó el contenido de aceite de la planta de Huay-Pix y se encontró un rendimiento similar a la de la planta fovissste. Adicionalmente se caracterizó el aceite extraído lo cual no está reportado en la literatura. Los resultados de la caracterización mediante la metodología de reflujo asumieron un rendimiento del 6.11% como máximo de aceite extraído de los lodos activados, mientras que el rendimiento de la planta Huay-Pix es de 3.59% como máximo en lodos con humedad del 22%.

El perfil cromatográfico del aceite extraído de los lodos de la planta Fovissste indica que dicho rendimiento se compone de 60.68% de ácidos grasos saturados, 39.31% de ácidos grasos Insaturados y un valor promedio de 4% de ácidos grasos libres.

El ácido graso Palmítico es el ácido graso de mayor incidencia y contenido (37%) en el aceite de los lodos activados de la PTAR Fovissste V Etapa, seguido del Estearico (14%), Oleico (14%), Palmitoleico (7%) y  $\alpha$ -Linolénico (7%).

El rendimiento máximo de biodiesel obtenido utilizando zeolita como catalizador en este trabajo fue de 4.46% en un tiempo de reacción de 6 horas.



#### 4.1. RECOMENDACIONES

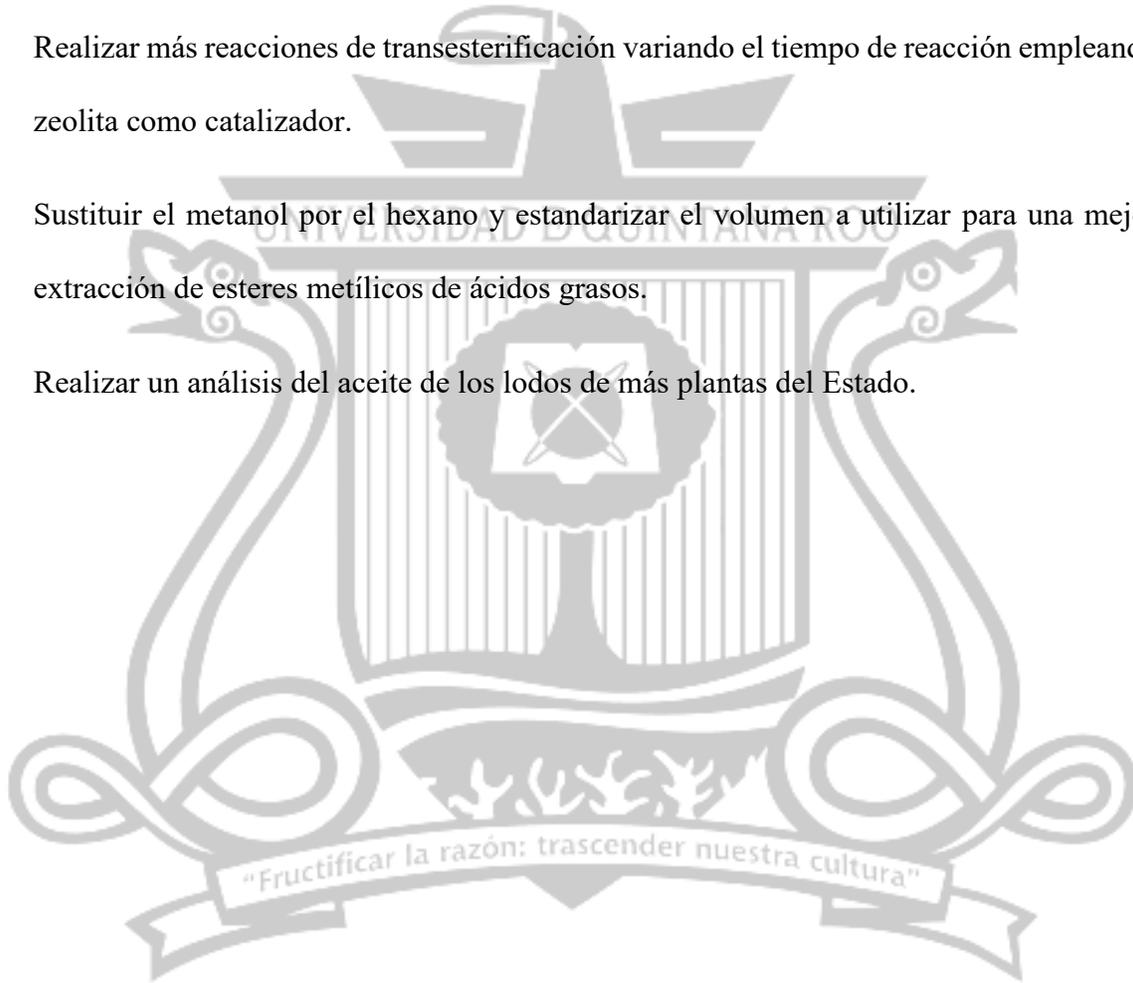
Realizar pruebas de Microscopía Electrónica de barrido SEM para la caracterización de la zeolita.

Realizar más número de pruebas con la zeolita para registrar su rendimiento catalítico.

Realizar más reacciones de transesterificación variando el tiempo de reacción empleando zeolita como catalizador.

Sustituir el metanol por el hexano y estandarizar el volumen a utilizar para una mejor extracción de esteres metílicos de ácidos grasos.

Realizar un análisis del aceite de los lodos de más plantas del Estado.



## 5. BIBLIOGRAFIA

- Barbosa, J. A. (2009). *Lodos Activados*. Colombia.
- Barbosa, J. H. (2009). *Lodos activados*. México: Monografías.
- Baskar Thanaraj, Z. J. (2016). Effect of silica coating on Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles for lipase immobilization and their application for biodiesel production. *Arabian Journal of Chemistry*.
- Bastos, A. A., Álvarez, J. E., Groba, J. R., Villar, Á. M., Arribas, M. R., & Rus, A. B. (2015). Cultivo de algas para la producción de biodiesel. *UVIGO*, 138 - 146.
- Bengoagorostiza, P. (2012). *Síntesis de biodiesel mediante catálisis ácida heterogénea a partir de mezclas de aceites y ácidos grasos*. Pamplona: Universidad Pública de Navarra.
- Bharathi, P., K. S. (2014). *Extraction of lipids from municipal Sewage Sludge for production of biodiesel via transesterification process*. Karpaga Vinayaga: International Journal of Pharma and Bio Sciences.
- Bioquímica. (2013). *Lípidos y membranas*.
- Blanco, E. L. (2010). *Estudio y desarrollo de una planta piloto para la obtención de biodiesel*.
- Cerutti, O. M., Coralli, F., Bustamante, C. G., & Enrique Riegelhaupt, T. A. (2011). *La bioenergía en México*. México: Red Mexicana de bioenergía, A.C.
- Christophe Bengoa, M. O. (2015). *Efficient extraction of lipids from primary sewage sludge using ionic liquids for biodiesel production*. España: Elsevier.
- Dufreche, S., Hernandez, R., & French, T. (2006). *Extraction of Lipids from Municipal Wastewater Plant Microorganisms for Production of Biodiesel*. Mississippi State: Springer AOCs .
- Eleonice, M. S. (2012). *Principales características de las materias primas utilizadas en la producción de biodiesel*. Brasil: INGENIUM Revista de la Facultad de Ingeniería.
- Emilie Jardé, L. M. (2005). *Organic markers in the lipidic fraction of sewage sludges*. France: Elsevier.
- Fernando Chica, F. E. (2005). Estudio y aplicación del biodiesel. *INGENIUS*, 6.
- Guerra, R. O. (2005). *Actividad y selectividad de la zeolita natural clinoptilolita como catalizador para la obtención de compuestos alquilaromáticos*. Nuevo León: Universidad Autónoma de Nuevo León.
- Hernández, P. N., Santamaría, J. R., & Ríos, L. A. (2009). *Biodiesel; Producción, Calidad y Caracterización*. Colombia: Universidad de Antioquia.
- Ju, Y.-H., Nguyena, P. L., Goa, A. W., Ayucitrab, A., & Ismadji, S. (2013). *Production of biodiesel from activated sludge*. Indonesia: Seminar rekayasa kimia dan proses.
- Leal, Q. E. (s.f.). *Curso básico de cromatografía de gases*. México: CINVESTAV.

- Luz Marina, J. (2002). *Química Orgánica general*. Santiago de Cali: Universidad del Valle.
- Macías, J. G. (8 de Julio de 2013). Los lodos de las plantas de tratamiento de aguas residuales, ¿Problema o recurso? Jalisco, Guadalajara, México. Obtenido de Ingeniería Química, Guda: [http://www.ai.org.mx/ai/images/sitio/201309/ingresos/jglm/doc\\_ingreso\\_gualberto\\_limon\\_trabajo\\_de\\_ingreso.pdf](http://www.ai.org.mx/ai/images/sitio/201309/ingresos/jglm/doc_ingreso_gualberto_limon_trabajo_de_ingreso.pdf)
- Mazo, P., Galeano, L., Restrepo, G., & Ríos, L. (2007). *Esterificación de los ácidos grasos libres (FFA) del aceite crudo de palma*. Colombia: Scientia et Technica.
- Mendoza, Y. (24 de Noviembre de 2014). *uaembiochemistry*. Obtenido de Bioquímica: <http://uaembiochemistry.blogspot.mx/2014/11/generalidades-de-lipidos-que-son-los.html>
- Montero, R. A., & Schuchardt. (2003). *Estudio de la transesterificación de Aceite Vegetal con Metanol*. Madrid: Universidad Rey Juan Carlos.
- NationalGeographic. (2015). Biocombustibles. *National Geographic*.
- Nor Aiman Hafizi Mustapha, W. S. (2017). *Optimisation of Lipid Extraction from Primary Sludge by Soxhlet Extraction*. Malaysia: CHEMICAL ENGINEERING TRANSACTIONS.
- Olkiewicz, M., Caporgno, M., Fortuny, A., Stüber, F., Fabregat, A., Font, J., & Bengoa, C. (2013). Extracción directa de lípidos a partir de fangos de depuradora: un. *Universitat Rovira i Virgili*, 1-4.
- Ortega, G. C., Mercado, E. R., & Arrieta, B. M. (2014). *Transesterificación de aceites vegetales empleando catalizadores heterogéneos*. Colombia: Prospect, Vol 12, N° 2, 90-104, 2014.
- Pansuwan, S., & Sung Ho, Y. (2016). *Optimization of a two-step biodiesel production process comprised of lipid extraction from blended sewage sludge and subsequent lipid transesterification*. Korea: Biotechnol Bioproc E.
- PlanQuintanaRoo. (2016). *Programa Institucional de Infraestructura Hidráulica y Sanitaria*. Chetumal: Quintana Roo Solidario.
- Rodríguez, B., Barahona, L. F., Fernández, L., & Alfaro, T. (2014). Biocombustibles potenciales de especies forestales de Quintana Roo. *FOMIX-QUINTANA ROO*, 31 - 38.
- Rosana, Uzcátegui<sup>1</sup>, N., Seijas<sup>1</sup>, V., Sazo, M., Ríos, S., Buhman, C. M., & López. (2012). Síntesis y caracterización de zeolitas mesoporosas. En *Catálisis 1* (págs. 11-21). Carácas Venezuela: Sociedad Venezolana de Catálisis.
- Siddiquee, M. N., Kazemian, H., & Rohani, S. (2011). *Biodiesel Production from the Lipid of Wastewater Sludge Using an Acidic Heterogeneous Catalyst*. London, ON, Canada: Chemical Engineering Technology.
- Vilaseca, M. (2001). *Observación microscópica de fangos activados en los tratamientos de depuración biológica*. Catalunya: Boletín INTEX U.P.C.

Yaya, N. B. (2015). *Producción continua de ésteres metílicos por extracción reactiva, empleando un módulo de membrana de fibra hueca*. Bogotá D.C, Colombia: Universidad Nacional de Colombia.

