

# UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO



## FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E INDUSTRIAL

### MAESTRÍA DE QUÍMICA, MENCIÓN QUÍMICA-FÍSICA

---

**Tema:** “SÍNTESIS DE ÉSTERES USANDO COMO FUENTE ALTERNA DE ENERGÍA MICROONDAS PARA SU POSIBLE USO COMO LUBRICANTE.”

---

Trabajo de Titulación previo a la obtención del Grado Académico de

Magíster en Química, mención Química - Física

Modalidad de titulación Proyecto de desarrollo

**Autor:** Ingeniero, Jonathan André Alvarez Chacón.

**Director:** Doctor, Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

Ambato-Ecuador

2022

## **APROBACIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN**

A la Unidad Académica de Titulación de la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial.

El Tribunal receptor de la Defensa del Trabajo de Titulación presidido por la Ingeniera Elsa Pilar Urrutia Urrutia, Magíster, e integrado por los señores: Licenciado Jorge Alexander Briceño Carrasquel, PhD. y Licenciada Noroska Gabriela Salazar Mogollón, PhD., designados por la Unidad Académica de Titulación de la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial de la Universidad Técnica de Ambato, para receptor el Trabajo de Titulación con el tema: “SÍNTESIS DE ÉSTERES USANDO COMO FUENTE ALTERNA DE ENERGÍA MICROONDAS PARA SU POSIBLE USO COMO LUBRICANTE”, elaborado y presentado por el Ingeniero Jonathan André Álvarez Chacón, para optar por el Grado Académico de Magíster en Química, mención Química-Física; una vez escuchada la defensa oral del Trabajo de Titulación el Tribunal aprueba y remite el trabajo para uso y custodia en las bibliotecas de la Universidad Técnica de Ambato.

-----  
Ing. Elsa Pilar Urrutia Urrutia, Mg.  
Presidente y Miembro del Tribunal de Defensa

-----  
Lic. Jorge Alexander Briceño Carrasquel, PhD.  
Miembro del Tribunal de Defensa

-----  
Lic. Noroska Gabriela Salazar Mogollón, PhD.  
Miembro del Tribunal de Defensa

## **AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN**

La responsabilidad de las opiniones, comentarios y críticas emitidas en el Trabajo de Titulación presentado con el tema: “SÍNTESIS DE ÉSTERES USANDO COMO FUENTE ALTERNA DE ENERGÍA MICROONDAS PARA SU POSIBLE USO COMO LUBRICANTE”, le corresponde exclusivamente al Ingeniero Jonathan André Álvarez Chacón, autor bajo la dirección de Doctor Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD., Director del Trabajo de Titulación; y el patrimonio intelectual pertenece a la Universidad Técnica de Ambato.

-----  
Ingeniero Jonathan André Álvarez Chacón.

**AUTOR**

-----  
Doctor Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

**DIRECTOR**

## **DERECHOS DE AUTOR**

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que el Trabajo de Titulación, sirva como un documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos de mi Trabajo de Titulación, con fines de difusión pública, además apruebo la reproducción de este, dentro de las regulaciones de la Universidad Técnica de Ambato.

-----  
Ingeniero Jonathan André Álvarez Chacón

C.C. 0502923154

## ÍNDICE GENERAL

### CONTENIDO

PORTADA .....	i
APROBACIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN .....	ii
AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN.....	iii
DERECHOS DE AUTOR.....	iv
ÍNDICE GENERAL.....	v
ÍNDICE DE TABLAS .....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS .....	x
AGRADECIMIENTO.....	xi
DEDICATORIA .....	xii
RESUMEN EJECUTIVO.....	xiii
EXECUTIVE SUMMARY .....	xiv
<b>1. CAPÍTULO I.....</b>	<b>1</b>
<b>EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Introducción.....	1
1.2 Justificación .....	3
1.3 Objetivos.....	6
1.3.1 General.....	6
1.3.2 Específico .....	6
<b>2. CAPITULO II .....</b>	<b>7</b>
<b>ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS.....</b>	<b>7</b>
2.1 Estado del arte.....	7
2.2.1 Química verde.....	7

2.2.2	Oleoquímica .....	9
2.2.3	Aceites Vegetales .....	10
2.2.4	Aceite de Ricino .....	11
a)	Definición .....	11
b)	Composición química .....	12
2.2.5	Esterificación de ácidos grasos.....	13
a)	Definición .....	13
b)	Mecanismo de Calentamiento.....	14
2.2.6	Aceites Lubricantes .....	15
a)	Definición .....	15
b)	Tipos de lubricantes .....	16
2.2.7	Bases Lubricantes .....	17
a)	Definición .....	17
b)	Propiedades de las bases lubricantes .....	18
2.2.8	Técnicas de Caracterización .....	21
<b>3.</b>	<b>CAPÍTULO III.....</b>	<b>24</b>
	MARCO METODOLÓGICO .....	24
3.1	Ubicación .....	24
3.2	Equipos y Materiales .....	24
3.2.1	Materiales .....	25
3.2.2	Equipos .....	26
3.2.3	Reactivos .....	26
3.3	Tipo de investigación.....	27
3.4	Prueba de Hipótesis .....	27

3.4.1	Hipótesis Alternativa ( $H_A$ ).....	27
3.4.2	Hipótesis Nula ( $H_0$ ) .....	27
3.5	Metodología Experimental .....	28
3.5.1	Introducción.....	28
3.5.2	Fase I: Caracterización y Preparación de reactivos .....	29
3.5.3	Fase II: Síntesis de las Bases Lubricantes .....	33
3.5.4	Fase III: Caracterización fisicoquímica de las bases lubricantes .....	46
3.6	Procesamiento de la información y análisis estadístico.....	57
<b>4.</b>	<b>CAPÍTULO IV .....</b>	<b>59</b>
	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....</b>	<b>59</b>
4.1	Resultado del Contenido de Ácidos Grasos del Aceite de Ricino .....	59
4.2	Resultados de Densidad Relativa.....	60
4.2.1	Densidad Relativa de Ácidos Grasos.....	60
4.2.2	Densidad Relativa de las Bases Lubricantes .....	61
4.3	Resultados de Viscosidad Cinemática .....	62
4.4	Resultados de Índice de Viscosidad.....	65
4.5	Resultados del Punto de Ecurrimiento .....	67
4.6	Resultados del Punto de Inflamación.....	68
4.7	Resultados del Contenido de ésteres de las bases lubricantes .....	71
4.8	Resultados de DSC .....	75
4.9	Resultados del Rendimiento .....	78
4.10	Resultados del Análisis Estadístico ANOVA .....	80
4.11	Prueba casera de aceite .....	81
<b>5</b>	<b>CAPÍTULO V.....</b>	<b>83</b>

<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....</b>	<b>83</b>
5.1 Conclusiones .....	83
5.2 Recomendaciones .....	85
Referencias Bibliográficas.....	86



## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Nomenclatura de ácidos grasos comunes. ....	11
<b>Tabla 2.</b> Composición general de los ácidos grasos del aceite de ricino. ....	13
<b>Tabla 3.</b> Parámetros requeridos y Métodos de ensayo de la norma NTE INEN 2029. ....	19
<b>Tabla 4.</b> Factores y dominio experimental. ....	34
<b>Tabla 5.</b> Matriz de experimentos. ....	36
<b>Tabla 6.</b> Composición y peso molecular promedio del aceite de ricino. ....	37
<b>Tabla 7.</b> Densidad Relativa de aceite de ricino y ácidos grasos a 25°C. ....	61
<b>Tabla 8.</b> Densidades relativas promedio de las bases lubricantes. ....	61
<b>Tabla 9.</b> Resultados de viscosidad de las bases lubricantes. ....	63
<b>Tabla 10.</b> Resultados de Índice de Viscosidad. ....	65
<b>Tabla 11.</b> Resultados del Punto de Ecurrimiento. ....	67
<b>Tabla 12.</b> Resultados de Punto de Inflamación. ....	69
<b>Tabla 13.</b> Temperatura de inicio de oxidación (OOT). ....	75
<b>Tabla 14.</b> Resultados de rendimiento de éster. ....	78
<b>Tabla 15.</b> Resultados de análisis ANOVA. ....	80

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Reacción de esterificación Fisher-Speier.....	13
<b>Figura 2.</b> Reacción de esterificación de interés.....	14
<b>Figura 3.</b> Diferencia entre calentamiento convencional y por microondas.....	15
<b>Figura 4.</b> Marco Metodológico.....	29
<b>Figura 5.</b> Separación de fase orgánica y acuosa de los ácidos grasos.....	31
<b>Figura 6.</b> Reactor de referencia por calentamiento convencional.....	41
<b>Figura 7.</b> Calentamiento por microondas.....	43
<b>Figura 8.</b> Separación de fases de la base lubricante y catalizador.....	44
<b>Figura 9.</b> Picnómetro capilar.....	46
<b>Figura 10.</b> Viscosímetro Cannon-Fenske referencial.....	47
<b>Figura 11.</b> Equipo montado para determinar la viscosidad cinemática.....	49
<b>Figura 12.</b> Determinación del punto de escurrimiento.....	52
<b>Figura 13.</b> Equipo Flash Point.....	53
<b>Figura 14.</b> Equipo DSC 3500 Netzsch.....	54
<b>Figura 15.</b> Equipo de Cromatografía de gases acoplado con Espectrómetro de masas.....	57
<b>Figura 16.</b> Espectro de masa del ácido ricinoleico.....	59
<b>Figura 17.</b> Espectro de masas de la muestra de aceite de ricino.....	60
<b>Figura 18.</b> Comparación de densidades relativas en función de los datos promedio.....	62
<b>Figura 19.</b> Comparación de bases lubricantes en base al IV.....	66
<b>Figura 20.</b> Comparación de los puntos de inflamación.....	70
<b>Figura 21.</b> Espectros de masa de la base lubricante con metanol y NIST.....	71
<b>Figura 22.</b> Espectros de masa de la base lubricante con etanol y NIST.....	72
<b>Figura 23.</b> Espectros de masa de la base lubricante con 1-butanol y NIST.....	73
<b>Figura 24.</b> Espectros de masa de la base lubricante con alcohol isoamílico y NIST.....	74
<b>Figura 26.</b> Termogramas de OOT de las bases lubricantes.....	77
<b>Figura 27.</b> Base Lubricante mezclado con aditivo.....	82

## AGRADECIMIENTO

A:

**Dios en primer lugar, por darme la fuerza, sabiduría, vida y resistencia para poder seguir alcanzando mis metas propuestas.**

Mi padre, Guido Álvarez por su absoluto apoyo incondicional, sus consejos y experiencias que me ayudaron a seguir adelante.

Mi madre, Francisca Chacón por brindarme su cariño y apoyo incondicional, por brindarme su cariño eterno y por cuidar siempre de mí.

Mi abuelita, Eugenia Porras por ser una persona luchadora, fuerte y admirable; además de cuidarme y que no falte nada en esta vida.

Resto de mi familia por su apoyo incondicional, confianza brindada y cariño que depositaron en mí.

Mis amigos y docentes quienes forjaron y depositaron en mí una confianza, además, que sus valores éticos y morales los tendré siempre presentes.

A mi director de trabajo de titulación, Dr. Fernando Novillo, por su esfuerzo y dedicación constante me apoyó en el proceso de culminación del proyecto.

## **DEDICATORIA**

**Dios, por darme fuerza, motivación y dedicación para seguir adelante a pesar de los inconvenientes que se presentan.**

Mis queridos padres, Guido Álvarez y Francisca Chacón, a quienes les debo la vida y todo su sacrificio, por ser siempre esa parte primordial en mi vida que no me dejaba darme por vencido para poder conseguir mi título de cuarto nivel.

Mi abuelito, Héctor Chacón quién falleció el 02 de noviembre de 2021, le agradeceré por siempre por sus consejos, su apoyo moral y preocupación por mí.

Jonathan André Álvarez Chacón

**UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E**  
**INDUSTRIAL**

**MAESTRÍA EN QUÍMICA, MENCIÓN QUÍMICA - FÍSICA**

**TEMA:**

“SÍNTESIS DE ÉSTERES USANDO COMO FUENTE ALTERNA DE ENERGÍA  
MICROONDAS PARA SU POSIBLE USO COMO LUBRICANTE”

**AUTOR:** Ingeniero Jonathan André Álvarez Chacón

**DIRECTOR:** Doctor Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

**LÍNEA DE INVESTIGACIÓN:** Energías renovables y desarrollo sostenible.

**FECHA:** 04 de febrero de 2022.

**RESUMEN EJECUTIVO**

En este estudio, se obtuvo bases lubricantes sintetizadas mediante la reacción de esterificación del aceite de ricino con diferentes alcoholes y dos distintos tipos de calentamiento, ya que se tomó en cuenta algunos principios de la química verde, para obtener productos no contaminantes. La reacción se llevó a cabo con un tiempo de 2 horas, una temperatura de 90°C y una cantidad mínima de catalizador ácido. Se estableció un diseño experimental en base a estudios previos por triplicado, para determinar las propiedades fisicoquímicas importantes como densidad relativa, punto de ebullición, punto de escurrimiento, viscosidad cinemática e índice de viscosidad en base a la norma técnica ecuatoriana NTE INEN 2029:2013; además se estudió la temperatura de inicio de oxidación mediante calorimetría de barrido diferencial y se caracterizó mediante cromatografía de gases con espectrometría de masas. Se determinó que las bases lubricantes procedentes del alcohol 1-octanol poseen mayor temperatura de inicio de oxidación que las demás, y su valor es similar al de un aceite comercial 5W40, destacándose que la base lubricante es estable térmicamente a grandes cambios de temperatura.

**Descriptor:** Esterificación de Fischer, base lubricante, cromatografía, rendimiento, ricino, metanol, etanol, 1-butanol, isopentanol, 1-octanol, oxidación.

**UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E**  
**INDUSTRIAL**  
**MAESTRÍA EN QUÍMICA, MENCIÓN QUÍMICA - FÍSICA**

**THEME:**

"SYNTHESIS OF ESTERS USING MICROWAVES AS AN ALTERNATIVE ENERGY SOURCE FOR POSSIBLE USE AS A LUBRICANT".

**AUTHOR:** Engineer, Jonathan André Alvarez Chacón

**DIRECTED BY:** Doctor, Fernando Augusto Novillo Logroño, Ph.D.

**LINE OF RESEARCH:** Renewable energies and sustainable development.

**DATE:** February 04, 2022

**EXECUTIVE SUMMARY**

In this study, lubricant bases synthesized by the esterification reaction of castor oil with different alcohols and two different types of heating were obtained, since some principles of green chemistry were considered to obtain non-polluting products. The reaction was carried out with a time of 2 hours, a temperature of 90°C and a minimum amount of acid catalyst. An experimental design was established based on previous studies in triplicate, to determine important physicochemical properties such as relative density, boiling point, pour point, kinematic viscosity and viscosity index based on the Ecuadorian technical standard NTE INEN 2029:2013; in addition, the oxidation onset temperature was studied by differential scanning calorimetry and characterized by gas chromatography with mass spectrometry. It was determined that the lubricant bases from 1-octanol alcohol have a higher oxidation onset temperature than the others, and its value is like that of a commercial 5W40 oil, highlighting that the lubricant base is thermally stable at large temperature changes.

**Descriptors:** Fischer's esterification, lubricant base, chromatography, yield, castor, methanol, ethanol, 1-butanol, isopentanol, 1-octanol, oxidation.

# **1. CAPÍTULO I**

## **EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN**

### **1.1 Introducción**

El término lubricante se limita netamente a una sustancia que permite prescindir el contacto entre dos superficies metálicas en movimiento, y disminuir el desgaste de las mismas. Hace millones de años, los lubricantes se empleaban en distintas actividades del hombre primitivo; con el avance del tiempo se llevaron a cabo grandes desarrollos tecnológicos de maquinarias a base de hierro y acero, los cuales empleaban lubricantes provenientes de grasas animales y vegetales. En 1880 aproximadamente, comenzó la revolución de la industria del petróleo en Estados Unidos, y con esto se desarrollaron tecnologías innovadoras para procesar lubricantes de mejor calidad, donde se destilaba y fraccionaba el crudo de petróleo para obtener diversos productos entre ellos los aceites lubricantes. Sin embargo, la revolución de la industria automotriz en los años 1920 y 1930 dio lugar al desarrollo de nuevas tecnologías de motores dándose así la existencia de nuevos lubricantes sintéticos [1].

Los aceites lubricantes son considerados productos provenientes del crudo de petróleo, su consistencia o apariencia es líquida, son empleados generalmente a nivel mundial en diferentes campos de la industria automotriz. El hombre con el pasar el tiempo ha ido consumiendo las distintas fuentes de energía no renovable, como el crudo de petróleo, que es considerado una mezcla de hidrocarburos ligeros y pesados, que son convertidos en múltiples productos y derivados como los aceites lubricantes que son empleados en casi todas las actividades de la sociedad. Durante el proceso de obtención de aceites lubricantes se generan grandes cantidades de sustancias contaminantes, que se dispersan en el aire, agua y suelo; generando grandes problemas para la salud del ser humano. Por tanto, el desarrollo de la química contemporánea ha contribuido con el descubrimiento de tecnologías alternas y procesos innovadores, para obtener aceites lubricantes

sintéticos, que cumplan ciertas especificaciones similares a un aceite lubricante proveniente de la industria petrolera. [2]

Los aceites lubricantes están compuestos por una mezcla de aceites base y aditivos, los cuales cumplen una serie de especificaciones para cada aplicación mecánica [3]. La revolución de los aceites lubricantes se basó en el desarrollo de aceites lubricantes sintéticos, estos están conformados por varios componentes como ésteres, éteres, siliconas, silicatos, etc. En el año 1990, empezó la aplicación de aceites derivados de aceites vegetales como base para aceites lubricantes biodegradables, por ejemplo, los ésteres sintéticos poseen aproximadamente entre el 70-90% de biodegradación. Los aceites vegetales constituyen una fuente alternativa para reemplazar los aceites lubricantes provenientes del crudo de petróleo [4].

Los bio-lubricantes son considerados sustancias alternativas que permiten lubricar, biodegradarse y no poseer toxicidad para el ser humano y el medio ambiente. La mayoría de los bio-lubricantes se derivan de aceites vegetales (como el aceite de ricino), para formar bases compuestas por ésteres sintéticos que luego se mezclarán con aditivos específicos que también serán amigables con el medio ambiente. Los biolubricantes poseen ventajas verdaderamente superiores a los aceites minerales provenientes del crudo de petróleo; ya que, poseen una alta lubricidad, viscosidad, estabilidad térmica y un elevado índice de viscosidad, permitiendo minimizar la emisión de gases contaminantes en los motores de combustión interna. [5]

En la investigación de Mishra y cols. (2016), desarrollaron la síntesis orgánica de esterificación del ácido oleico con alcohol isoamílico (3-metilbutanol), para producir el éster oleato de isoamilo como aceite base, donde se consiguió determinar las condiciones óptimas de reacción, según las variables tales como la temperatura, la relación molar de ácido oleico/alcohol, la cantidad de catalizador, que afectan directamente el rendimiento del éster y el tipo de desecante; además de algunas propiedades fisicoquímicas del aceite. El estudio concluyó que el mayor rendimiento se obtuvo cuando la cantidad de catalizador fue del 1%, temperatura de 70°C y la relación molar de 1:2 [6]. Se demuestra la factibilidad de obtener lubricantes, a partir de materias primas renovables como los



aceites vegetales, con propiedades fisicoquímicas y tribológicas similares que los aceites provenientes del crudo de petróleo.

## **1.2 Justificación**

Hoy en día la gran mayoría de lubricantes, provienen de aceites vegetales y ésteres sintéticos producidos por la industria petroquímica, estos lubricantes poseen claras ventajas en comparación con los lubricantes provenientes de aceites minerales; sus propiedades de lubricación son superiores en todos los aspectos como un alto grado de biodegradabilidad, baja toxicidad para el ser humano y organismos acuáticos, alto índice de viscosidad, elevado punto de inflamación y ebullición para no generar contaminantes al aire y la buena adhesión a las superficies metálicas. [6]

La química verde se enfoca en varios principios de la química contemporánea, esto se debe al desarrollo de tecnologías alternativas que son más limpias, seguras y respetuosas con el medio ambiente; lo que ha promovido a una menor presión con el entorno natural. Por lo tanto, un área de investigación importante es la producción de energía renovable y productos químicos a partir de recursos sustentables; dando así una gran consideración al empleo y el uso de la biomasa; ya que, esta es una alternativa ideal a futuro de los recursos no renovables, debido a que ha sido considerado como una fuente de carbón verde similar al crudo de petróleo. Existen diferentes fuentes de biomasa como son los aceites vegetales, entre los cuales existen aceites vegetales comestibles y no comestibles. Los aceites vegetales no comestibles como por ejemplo el aceite de ricino, tiene la particularidad de ser tóxicos para el consumo humano y animal. [2]

Encontrar fuentes alternativas para obtener productos como aceites lubricantes es de suma importancia, debido a múltiples problemas con el crudo de petróleo, ya que se tiene una dependencia total de recursos no renovables; es por esto, que existen problemas ambientales generados por la extracción de los recursos no renovables, además se suma la contaminación del suelo, agua y aire por la generación de desechos tóxicos; por todo esto, es importante encontrar alternativas amigables para disminuir la contaminación

ambiental, y a su vez tener en cuenta la química verde para obtener lubricantes alternativos con una baja toxicidad donde se pueda aprovechar los diferentes recursos renovables. [7]

Se ha descrito en la investigación de Fernandes y cols. (2018), la utilización de polioles como el trimetilolpropano y neopentilglicol, para obtener bio-lubricantes mediante esterificación de ácidos grasos que son considerados productos verdes por su alta biodegradabilidad y baja contaminación ambiental. El estudio se centró en obtener mono, di y tripoliol ésteres utilizando un catalizador enzimático, para luego evaluar las propiedades de los bio-lubricantes, así como también las condiciones de reacción. Hoy en día, proteger el medio ambiente y el ser humano es de suma importancia, ya que las temáticas innovadoras se centran en producir, aplicar y eliminar de forma ecológica desechos de los lubricantes, es por esto, que se deben tomar mejores medidas para disminuir el daño al medio ambiente y garantizar la sostenibilidad ambiental. Todo lo antes descrito, se puede lograr al emplear bio-lubricantes que no sean tóxicos, se puedan renovar y eliminar de forma ecológica como los bio-lubricantes de trioleato de trimetilpropano con un alto rendimiento y buenas propiedades tribológicas. [8], [9]

Se han realizado investigaciones previas para reemplazar los aceites lubricantes de origen mineral por aceites lubricantes derivados de aceites vegetales; esta temática es importante ya que se requiere productos que sean biodegradables y menos tóxicos, tanto para el ecosistema y el ser humano; muchos reportes investigativos recalcan que los aceites vegetales tienen altos índices de viscosidad, altos puntos de inflamación y son provenientes de materias primas renovables. Actualmente, Ecuador no es un país exportador de aceite de ricino; pero existen múltiples cultivos de la planta de ricino, en la provincia de Manabí. El aceite de ricino proviene del prensado de las semillas de la planta de ricino, donde se obtiene aproximadamente 350 a 650 Kg de aceite por hectárea de cultivo. Este proyecto de obtener aceite de ricino en el país será a futuro; ya que el aceite de ricino es una materia prima para la industria de pinturas, revestimientos, lubricantes y polímeros. [10]

El aceite de ricino o también conocido como aceite de castor, se puede emplear como materia prima para obtener productos químicos importantes, sin la necesidad de preocuparse de la soberanía alimentaria, que está en contra de la utilización de productos comestibles para la fabricación y producción de energía y productos químicos. El aceite de ricino está compuesto por ácidos grasos en forma de triglicéridos, diglicéridos y monoglicéridos; su contenido mayoritario es el ácido ricinoleico, aproximadamente comprendido entre un 80-90%. Debido a su estructura química del ácido ricinoleico, el aceite de ricino es valioso para la producción de recubrimientos, plásticos, cosméticos y lubricantes, etc. [2]

Por lo tanto, es recomendable el empleo de aceites lubricantes alternativos provenientes de los aceites vegetales, para que sean amigables con el medio ambiente, además que posean buenas propiedades fisicoquímicas que los aceites minerales provenientes del crudo de petróleo no los tiene; de esta manera se impulsará la química verde, el empleo de materias primas renovables, la optimización del consumo de energía y la disminución de la contaminación ambiental.

### **1.3 Objetivos**

#### **1.3.1 General**

- Sintetizar ésteres usando como fuente alterna de energía microondas para su posible uso como lubricante.

#### **1.3.2 Específico**

- Determinar el perfil lipídico en el aceite de ricino, en especial cuantificar el ácido ricinoleico mediante la técnica de GC/MS.
- Sintetizar diferentes ésteres a partir del ácido ricinoleico con diferentes alcoholes como el metanol, etanol, 1-butanol, alcohol isoamílico y el 1-octanol.
- Caracterizar las propiedades fisicoquímicas de los ésteres sintetizados.
- Evaluar las propiedades fisicoquímicas más importantes de las bases lubricantes aplicando la norma NTE INEN 2029 como: densidad, viscosidad cinemática, índice de viscosidad, punto de escurrimiento y punto de inflamación.
- Comparar las propiedades fisicoquímicas más importantes de las bases lubricantes con un aceite mineral, aplicando la norma INEN 2029 y la prueba de estabilidad oxidativa.

## **2. CAPITULO II**

### **ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS**

#### **2.1 Estado del arte**

La presente investigación se trata sobre la obtención de una base lubricante mediante la reacción de esterificación a partir de los ácidos grasos provenientes del aceite de ricino con diferentes alcoholes como el metanol, etanol, butanol, isopentanol y octanol. El proceso de esterificación se realiza mediante un calentamiento convencional y por calentamiento microondas, para obtener ésteres que se analizan bajo la normativa INEN NTE 2029, referente a bases lubricantes. El presente capítulo se abordan los fundamentos teóricos y técnicos, para profundizar sobre las bases lubricantes provenientes de la biomasa, que son considerados sustancias alternativas al carbono, las cuales se pueden obtener diversos productos químicos, que sean amigables con el medio ambiente y el ser humano.

#### **2.2.1 Química verde**

##### **a) Definición**

La química verde trata sobre la química sostenible como nueva temática de los últimos tiempos, es decir, que se dinamiza en la revolucionaria forma de procesar y sintetizar sustancias químicas, con un objetivo a largo plazo de eliminar la contaminación ambiental en su mayor parte, mediante el diseño de plantas y tecnologías innovadoras. Esta temática nueva utiliza métricas, que permiten tener presente la cantidad de masa, la energía empleada, la eliminación de sustancias peligrosas o tóxicas y la disminución de impactos al ambiente. El química verde se originó en el año 1990 en Estados Unidos, gracias a la aprobación del acta para la prevención de la contaminación (Pollution Prevent Act), la cual permitió disminuir la producción de sustancias tóxicas mediante un arduo control en los procesos de ingeniería de detalle, diseño de plantas y tecnología.[11]

La química verde hace referencia al término adoptado por Anastas Paul, en la década de 1990, en conjunto con la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA). Se trataron temas importantes del área de ingeniería química, la química contemporánea y la química centrada; adoptando metodologías químicas para minimizar el uso y producción de sustancias peligrosas. Este concepto y temática nueva aborda temas esenciales como la eficiencia, rendimiento y selectividad de una reacción, la reducción de residuos, la economía del átomo y la eliminación total de sustancias peligrosas para el medio ambiente y el ser humano.[12]

El propósito de la Química verde es inevitablemente el desarrollo de innovadoras metodologías, tecnologías y procesos verdes, que se complementen con el desarrollo de la química sostenible, manteniendo la seguridad humana y ambiental. Se busca emplear reactivos que sean considerados materias primas renovables no contaminantes, que no perjudiquen la soberanía alimentaria ni ambiental; es por esto que las metodologías alternativas en la síntesis química deben enfocarse en procesos eficientes, condiciones de reacción suaves, procedimientos sencillos al momento de experimentar, evitar producir sustancias tóxicas y residuos contaminantes.[12]

#### **b) Principios de la química verde**

Existen doce principios que permitirán manejar un mejor desarrollo de los nuevos procesos y proyectos dentro de la química verde, de los cuales se podrán alinear a diferentes proyectos de innovación; estos son:

- 1) **Prevención de residuos:** Evitar la producción de residuos contaminantes o peligrosos antes del proceso en sí, ya que luego se debe limpiar los residuos que se formaran.
- 2) **Economía del átomo:** Este principio se enmarca a los procesos de síntesis química, donde deben diseñarse para que el producto de interés sea el de mayor proporción ante los subproductos, y así se reducir la formación de productos incensarios o contaminantes.

- 3) Síntesis química menos peligrosa: Este principio recalca que se debe implementar una metodología acorde o más directa para diseñar proyectos que contemplen poca generación de compuestos tóxicos para el ser humano y el ambiente.
- 4) Proyectos químicos seguros: Los productos químicos deberán ser diseñados para mantener la eficacia y reducir su toxicidad.
- 5) Disolventes seguros y auxiliares: Se debe evitar el uso de sustancias auxiliares o contaminantes prohibidas.
- 6) Disminución del consumo energético: Se debe disminuir los requerimientos o gastos energéticos de las empresas ya que luego serán catalogados por el impacto ambiental y económico que generen.
- 7) Uso de materias primas renovables: La materia prima debe ser renovable y económicamente sustentable.
- 8) Evitar derivados innecesarios: Se evitará la formación de productos no deseados o tóxicos.
- 9) Catálisis: Se empleará catalizadores con alta selectividad y reutilizables; además de la última tendencia de los biocatalizadores.
- 10) Generar productos biodegradables: Se planearán productos químicos que no persistan en el medio ambiente y posean la facilidad de degradarse.
- 11) Desarrollar metodologías analíticas para el monitoreo en tiempo real: Se controlará la formación de sustancias peligrosas en tiempo real mediante tecnologías innovadoras.
- 12) Minimizar el potencial de accidentes químicos: Se tomarán en cuenta las sustancias en procesos químicos de tal forma que se reduzca el potencial de accidentes como derrames químicos, incluidas las emanaciones, explosiones e incendios u otro peligro amenazante.[11]

### **2.2.2 Oleoquímica**

La oleoquímica es una rama de la química que se encarga del estudio de la funcionalización de grasas y aceites naturales, para obtener derivados y sustancias de alto

valor agregado como, por ejemplo: los ésteres, epóxidos, sales grasas, aminas grasas, alcoholes, entre otros; estos derivados son empelados para elaborar productos necesarios y muchas de las veces sustituyen a los productos provenientes del crudo de petróleo. Las sustancias oleoquímicas son consideradas todas aquellas grasas y aceites vegetales y animales, que son empleados en la industria petroquímica como precursores para obtener diversos productos intermedios y finales dentro de la cadena de producción química. [2], [13]

La química verde y la oleoquímica están relacionados, ya que se centran en la producción de energía y productos químicos provenientes de recursos renovables, como los aceites vegetales. Ambas temáticas promueven la valorización y la importancia de emplear biomasa para obtener los distintos productos similares a los que provienen de los recursos fósiles. Se considera que la biomasa es una fuente de carbón verde similar al crudo de petróleo, donde este campo de la investigación está siendo fuertemente abordado. [2], [14]

### **2.2.3 Aceites Vegetales**

#### **a) Definición**

Los aceites vegetales son productos obtenidos a partir de las semillas o frutos de plantas aceitosas u oleaginosas; son considerados productos naturales compuestos por triglicéridos, diglicéridos y ácidos grasos libres o monoglicéridos. Los ácidos grasos pueden contener saturaciones o insaturaciones en la cadena lineal que varían entre cuatro a veinticuatro átomos de carbono. Los triglicéridos son macromoléculas que están formados por glicerol y ácidos grasos, que dependen de la procedencia de la semilla o fruto. [14] En la tabla 1, se puede evidenciar la nomenclatura de los ácidos grasos saturados e insaturados más comunes presentes en el aceite vegetal.



**Tabla 1.** Nomenclatura de ácidos grasos comunes.

<b>Ácidos Grasos Saturados</b>		
<b>Nombre Trivial</b>	<b>Nombre IUPAC</b>	<b>Número Lipídico</b>
Ácido Láurico	Ácido. Dodecanoico	C12:0
Ácido Mistérico	Ácido. Tetradecanoico	C14:0
Ácido Palmítico	Ácido. Hexadecanoico	C16:0
Ácido Esteárico	Ácido. Octadecanoico	C18:0
<b>Ácidos Grasos Insaturados</b>		
Ácido Palmitoleico	Ácido. Cis-Hexadecanoico	C16:1
Ácido Oleico	Ácido. Cis-9-Octadecanoico	C18:1
Ácido Linoléico	Ácido. Octadecadiénico	C18:2
Ácido Ricinoleico	Ácido. 12-Hidroxi-9-Octadecanoico	C18:1

Fuente: [14]

Elaborado por: Álvarez J. (2021)

El número lipídico es una manera convencional de representar la insaturación de un ácido graso insaturado, ya que, si se refiere al ácido oleico que posee un número lipídico C18:1, esto significa, que el ácido presenta dieciocho átomos de carbono, y el número 1 significa que posee una insaturación en la cadena lineal. Las insaturaciones se refieren al doble enlace entre carbonos. [2], [14]

## **2.2.4 Aceite de Ricino**

### **a) Definición**

El aceite de ricino lleva por nombre científico latín *Ricinus communis*, pertenece a la familia de las euforbiáceas y procede originariamente de Asia y África. El fruto de ricino es espinoso y de color rojo verdoso; sus semillas contienen aceite aproximadamente 50% en total. El aceite de ricino es también conocido como aceite de castor, posee un alto contenido de ácido ricinoleico, el cual posee una insaturación, es decir, un enlace doble en el carbono nueve y un grupo hidroxilo (OH) en el carbono doce.[14], [15]

El aceite de ricino posee una alta viscosidad, su apariencia es amarillenta pálida, no es volátil con un ligero olor característico. El aceite de ricino se emplea muchas veces en la industria farmacéutica como laxante, en la industria cosmética como aceite para baño, labiales y champú. El aceite de ricino tiene muchas aplicaciones a nivel industrial, esto se debe, a que posee buenas propiedades lubricantes y una alta viscosidad lo que lo hace idóneo para fabricar aceites lubricantes. Además, se emplea sus ácidos grasos en la oleoquímica, como el ácido ricinoleico destinado a la producción de pinturas, lacas, tintas, polímeros, espumas y bases lubricantes.[14]–[16]

### **b) Composición química**

El ácido ricinoleico forma aproximadamente el 90% del contenido total de ácidos grasos en el aceite de ricino. La estructura del ácido ricinoleico contiene la mayor parte de las propiedades químicas y físicas del aceite de ricino, debido a que el grupo hidroxilo mejora totalmente las propiedades físicas y químicas, entre estas tenemos una mayor viscosidad y solubilidad en disolventes. La química del aceite de ricino permite modificar sus diferentes grupos funcionales, como el grupo hidroxilo, vinilo y éster. [14], [17]

El aceite de ricino puede utilizarse como modificador de la viscosidad en materiales poliméricos. La estructura del aceite de ricino, como la naturaleza trifuncional, contribuye a la dureza del aceite, y la larga cadena de ácidos grasos a su flexibilidad para la modificación química. Las características estructurales del aceite de ricino son su alta solubilidad, su pequeño diámetro hidrodinámico y su bajo punto de fusión. La otra ventaja de utilizar el aceite de ricino es el hecho de que no es comestible y, por tanto, no compite con la seguridad alimentaria. [17] En la tabla 2, se puede apreciar la composición general aproximada de los ácidos grasos en el aceite de ricino.

**Tabla 2.** Composición general de los ácidos grasos del aceite de ricino.

Ácido graso	Composición %
Ácido palmítico	0.80-1.10
Ácido esteárico	0.70-1.0
Ácido Oleico	2.20-3.30
Ácido Linoléico	4.10-4.70
Ácido Linolénico	0.50-0.70
Ácido Ricinoleico	87.70-90.40

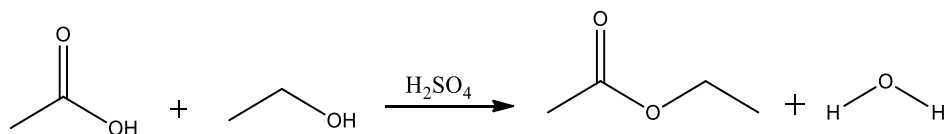
Fuente: [15]

Elaborado por: Álvarez J. (2021)

### 2.2.5 Esterificación de ácidos grasos

#### a) Definición

La reacción de esterificación catalizada por un ácido fuerte se denomina esterificación de Fisher Speier. Esta reacción se combina un ácido graso o carboxílico provenientes de aceites vegetales o animales con un alcohol, para obtener un éster como producto principal y un subproducto que es el agua. En 1895, se desarrolló la reacción de esterificación por primera vez gracias a los investigadores Emil Fischer y Arthur Speier; la reacción tiene la singularidad de emplear una mínima cantidad de catalizador ácido, que en su mayoría es el ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ). [18], [19] En la figura 1, se puede apreciar la reacción de esterificación de Fisher-Speier.

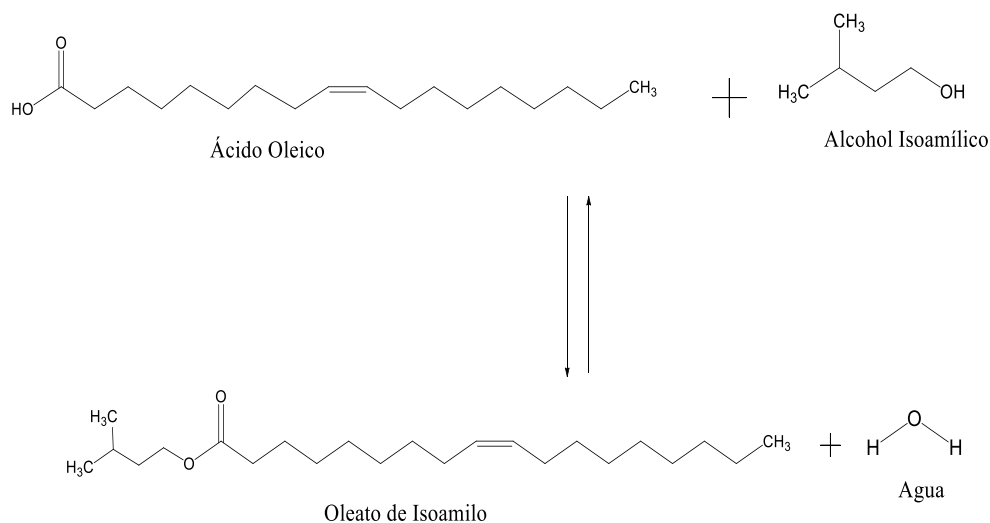


**Figura 1.** Reacción de esterificación Fisher-Speier.

La esterificación es una reacción química orgánica, que permite sintetizar ésteres a partir de los ácidos grasos mediante una reacción en exceso de alcohol con un catalizador ácido o enzima [20]. La esterificación se da en presencia de un desecante a fin, ya que permite trasladar el equilibrio hacia la derecha y obtener el producto deseado. La esterificación

catalizada con ácido, se produce mediante un mecanismo de adición – eliminación, donde empieza con la protonación del ácido carboxílico para dar un ion oxonio, luego se da el ataque nucleofílico del alcohol, dando como resultado la formación de enlaces éster y la liberación de agua [21].

Las reacciones de esterificación de interés son las que se dan entre el ácido ricinoleico proveniente del aceite de ricino con varios alcoholes como el metanol, etanol, n-butanol, 2-metilbutanol (alcohol isopentílico) y el 1-octanol; todos los alcoholes son de grado analítico, donde se produce varios ésteres empleando como catalizador al ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). [22] En la figura 2, se puede visualizar la reacción de esterificación de los componentes de interés.



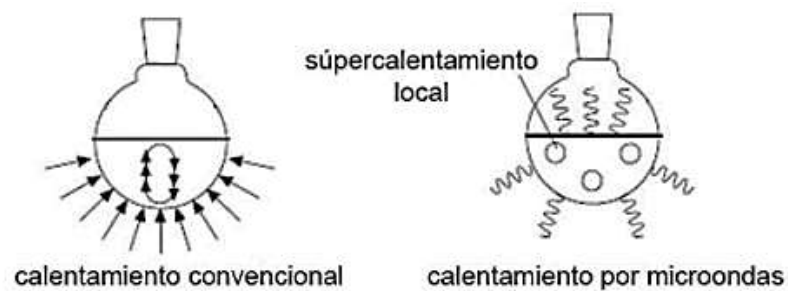
**Figura 2.** Reacción de esterificación de interés.

**Fuente:** Elaboración propia.

### b) Mecanismo de Calentamiento

El calentamiento se lleva a cabo mediante dos mecanismos: la rotación dipolar y la conducción iónica. Es necesario en reacciones de síntesis orgánica calentar a una temperatura estipulada por el investigador, para llevar a cabo la reacción de forma más rápida. El movimiento rotacional dipolar se orienta a moléculas polares donde se alienan sobre sí unas a otras, dentro de un campo magnético generándose fricción molecular, este

mecanismo se conoce como calentamiento por microondas. El calentamiento tradicional o convencional el calor generado por una fuente de energía, es tornada al recipiente hasta su interior, donde la temperatura más alta se aloja en las paredes y se difunde hacia los reactivos del recipiente en su parte interna. Sin embargo, el calentamiento por microondas se da cuando la radiación incide de forma directa en las moléculas del interior del recipiente, produciéndose un calentamiento interno que luego se propagará hacia fuera de las paredes del recipiente. [23], [24] En la figura 3, se puede evidenciar la diferencia entre calentamiento convencional y calentamiento por microondas.



**Figura 3.** Diferencia entre calentamiento convencional y por microondas.

**Fuente:** [23]

## 2.2.6 Aceites Lubricantes

### a) Definición

Los aceites lubricantes son considerados sustancias líquidas que permiten disminuir la fricción y el desgaste de piezas en movimiento, gracias a la formación una película fina de lubricante entre superficies en movimiento. El objetivo principal de un aceite lubricante es disminuir al máximo el desgaste de piezas metálicas, además de minimizar la fricción entre superficies, prevenir y reducir la oxidación. El aceite lubricante de buenas propiedades físicas y tribológicas debe poseer las siguientes particularidades: un alto punto de ebullición, bajo punto de congelamiento, alto índice de viscosidad, estabilidad térmica, prevención de la corrosión y alta resistencia a la oxidación [25] [26].

## **b) Tipos de lubricantes**

Los aceites lubricantes se clasifican de diversas formas según sea su aspecto físico, el origen del aceite base o composición, la viscosidad, entre otros aspectos. De manera general, se describe la clasificación según el origen del aceite base, debido a que la base lubricante a obtenerse proviene del aceite de ricino, que es un aceite vegetal. [25]

### **Según su origen del aceite base**

El aceite lubricante está compuesto en su mayoría de una base lubricante o aceite base entre un rango porcentual de 75% y 85%, y de aditivos entre un rango de 15% y 25%, la mezcla de la base lubricante y el aditivo forman el aceite lubricante para distintas aplicaciones tribológicas con distintas propiedades para trabajo. La base lubricante se divide en mineral y sintética. [25], [27]

- **Base Mineral**

Los lubricantes con origen mineral son derivados del crudo de petróleo, se obtienen en refinerías mediante el fraccionamiento del petróleo, donde el rango de temperatura de 300 a 370°C es el límite para obtener lubricantes, que contienen de 20 a 40 átomos de carbono en cada molécula. Las moléculas presentes en los lubricantes obtenidos en este rango de temperatura se encuentran presentes alcanos de cadena larga, cicloalcanos y compuestos aromáticos. Los aceites lubricantes de base mineral se pueden clasificar en lubricantes de base nafténica y en lubricantes de base parafínica [25].

- **Base Sintética**

Los lubricantes de origen sintético son productos que se obtienen por síntesis química, a partir de derivados del crudo de petróleo y aceites vegetales; se caracterizan por tener un alto índice de viscosidad, gran peso molecular y bajos puntos de escurrimiento. Últimamente, los lubricantes sintéticos son los más empleados en la industria automotriz, ya que poseen mejores propiedades que los aceites a base mineral; se destacan por tener una alta estabilidad térmica, baja volatilidad y fricción, resistencia a la oxidación, entre

otras características importantes. Estos lubricantes son empleados en condiciones específicas de trabajo, como por ejemplo en máquinas o motores de alta exigencia de rendimiento y temperatura. [26]

En la mayoría de los lubricantes sintéticos, están presentes compuestos como polialfaolefinas, polioles y ésteres. El éster es considerado una base lubricante sintética proveniente de los ácidos grasos de los aceites vegetales, por lo que consideran lubricantes biodegradables. [26], [27]

### **2.2.7 Bases Lubricantes**

#### **a) Definición**

Las bases lubricantes son productos que están compuestos de distintas materias primas como aceites vegetales, grasas animales y derivados del crudo de petróleo, además se los conoce como aceites base. Se debe tener siempre en cuenta las propiedades físicas y químicas de las bases lubricantes al momento de emplearla en cualquier aplicación industrial. Las bases lubricantes compuestas por ésteres, ftalatos, polioles, entre otros; son considerados bio-lubricantes debido a que la mayoría de estas bases lubricantes, son capaces de degradarse en el ambiente y no son tóxicos para el ser humano. [21], [28]

En los últimos años, las bases lubricantes han tenido gran impacto en la sociedad, ya que las nuevas generaciones de investigadores buscan obtener aceites biodegradables, con un alto potencial de responsabilidad social y ambiental. [29] La fuente principal para obtener bases lubricantes biodegradables es los aceites vegetales, ya que dichos aceites están conformados por altos contenidos de ácidos grasos, que servirán para obtener ésteres, polioles, ftalatos y epóxidos. Las bases lubricantes de origen sintético tienen la capacidad de degradarse en condiciones anaerobias y aerobias, por lo que los hace llamativos para las industrias que emplean maquinaria con mecanismos internos de movimiento. [21][28]

## **b) Propiedades de las bases lubricantes**

Las bases lubricantes deben poseer propiedades tribológicas para la aplicación industrial acorde a las especificaciones de cada máquina. Las propiedades más importantes para una base lubricante es la densidad, viscosidad, el índice de viscosidad, el alto punto de inflamabilidad y estabilidad térmica oxidativa. Por lo tanto, las bases lubricantes deben regirse siempre a una normativa vigente, donde la ASTM (American Society for Testing and Materials) estipula las propiedades de los aceites, bases lubricantes, grasas, entre otros; siendo así, que dicha organización establece los criterios y métodos estandarizados para especificar si el aceite lubricante, cumple con los requisitos mínimos de lubricidad y tiempo de trabajo. La Sociedad Americana de Pruebas y Materiales (ASTM) es una organización estadounidense, que fija los límites de ensayos y niveles de desempeño para cada propiedad fisicoquímica a evaluarse. [30]

En Ecuador, la organización encargada de determinar y establecer los criterios y métodos estandarizados es la INEN (Instituto Ecuatoriano de Normalización), donde se basa directamente de los criterios de las normas ASTM. Para las bases lubricantes existe la norma NTE INEN 2029 que se refiere a: “Bases lubricantes para uso automotor”; esta norma describe y establece los parámetros mínimos que deben cumplir las bases lubricantes provenientes del crudo de petróleo. [31] En la tabla 3, se muestra los parámetros y requisitos de las propiedades físicas y químicas con sus respectivos métodos de ensayo. El anexo 1, se adjunta la norma INEN NTE 2029, con sus parámetros y rangos de clasificación para las bases lubricantes.



**Tabla 3.** Parámetros requeridos y Métodos de ensayo de la norma NTE INEN 2029.

REQUISITOS	MÉTODOS DE ENSAYO
Viscosidad Cinemática	NTE INEN 810
Índice de Viscosidad	ASTM D 2 270
Punto de Inflamación	NTE INEN 808
Punto de Escurrimiento	NTE INEN 1 982
Determinación del Color	ASTM D 1 500
Acidez Total	ASTM D 974
Contenido de Cenizas	ASTM D 482
Contenido de agua	ASTM D 95
Policíclicos aromáticos	NT IP 346

**Fuente:** [31]

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

- **Densidad**

La densidad es una propiedad intensiva que relaciona parámetros físicos como la masa y el volumen. Toda sustancia posee una densidad, ya que relaciona la masa de la sustancia, ya sea esta sólida, líquida o gaseosa con respecto a un volumen determinado que ocupa dicha sustancia. La densidad de los aceites lubricantes es inferior a la densidad del agua, por que tiende a flotar sobre esta sustancia común. La densidad ( $\rho$ ) es directamente proporcional a la temperatura de la sustancia; por lo que siempre se debe reportar a la temperatura en la que se realiza la medición. Las unidades de la densidad son kilogramos por metro cúbico en el sistema internacional y en el sistema cegesimal de unidades es gramo por mililitro o centímetro cúbico. La densidad se puede medir por varios métodos según sea las características de la sustancia, como, por ejemplo, por gravimetría empelando un instrumento de vidrio denominado picnómetro, por hidrometría, entre otros métodos.[32]

- **Viscosidad Cinemática**

La viscosidad es una propiedad física importante para cualquier fluido, en especial para los lubricantes, ya que dicha propiedad muestra las especificaciones de trabajo destinadas a máquinas y motores de combustión. Un fluido al moverse bajo cierta temperatura presenta la formación de capas o películas delgadas de fluido una sobre otra; entre las capas se presenta la resistencia a fluir, este fenómeno se denomina viscosidad. La viscosidad relaciona la velocidad de corte y el espesor de la película de fluido. Valores altos de viscosidad presentan una alta resistencia a fluir; la temperatura es inversamente proporcional al valor de viscosidad, y la presión es directamente proporcional, esto se debe a que presenta mayor capacidad de carga del fluido lo que los hace idóneos para ser empelados en máquinas grandes o pesadas. [15], [32]

La viscosidad se divide en viscosidad dinámica y cinemática. La viscosidad dinámica o también conocida como viscosidad absoluta, se determina al medir el esfuerzo cortante y la velocidad de cizallamiento o tangencial del fluido; se expresa las unidades en centipoises (cP). En cambio, la viscosidad cinemática es la relación entre la viscosidad absoluta y la densidad del fluido a cierta temperatura; sus unidades se expresan en centistokes (cSt o  $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ). La viscosidad cinemática se mide convencionalmente a dos temperaturas estándar: 40°C y 100°C, mediante el uso de viscosímetros capilares calibrados de vidrio para cada tipo de sustancia a medirse, este proceso recomienda la norma ecuatoriana NTE INEN 810 que se basa en la norma americana ASTM D445. [31], [32]

- **Índice de Viscosidad**

El índice viscosidad (VI) es un parámetro de medida, que varía en función de la temperatura a la cual se realiza el ensayo; se toma dos temperaturas referenciales de 40°C y 100°C. Los aceites vegetales y lubricantes poseen altos índices de viscosidad, lo que resulta ser beneficioso en la industria que emplea motores de combustión interna, ya que demuestra que el fluido empleado es estable a cambios de temperaturas muy bajos. La temperatura es un factor primordial en cuanto a los aceites lubricantes, debido que, si

posee un alto índice de viscosidad, existirá cambios pequeños en la viscosidad cuando se trabaje con temperaturas altas. [32] La norma ASTM D2270, describe el modelo matemático para obtener el valor de índice de viscosidad mediante ecuaciones estipuladas y valores tabulados. [31]

- **Punto de Inflamación**

El punto de inflamación es una propiedad física, que se basa en la temperatura mínima de combustión cuando el fluido o sustancia emite suficiente vapor para mezclarse con el aire del entorno y pueda combustionarse mediante una llama. Esta propiedad permite determinar la volatilidad de las sustancias, la capacidad de resistir al fuego y en la seguridad de las sustancias; ya que se puede evidenciar a qué temperatura se puede transportar y almacenar dichas sustancias. El punto de inflamación se emplea como parámetro de calidad, ya que se puede verificar si el producto está posiblemente contaminado. La norma ASTM D92, describe el procedimiento para determinar el punto de inflamación ya sea empleando un recipiente cerrado o abierto. [31], [32]

## **2.2.8 Técnicas de Caracterización**

### **a) Cromatografía de Gases y Espectrometría de Masas**

La técnica de cromatografía de gases y espectrometría de masas (GC-MS) es una técnica analítica, que acopla el cromatógrafo de gases y un espectrómetro de masas, para determinar el contenido aproximado de una muestra, es decir, reconocer e identificar los componentes presentes en la muestra de manera aproximada. La cromatografía de gases y espectrometría de masas es la técnica más empleada en el análisis cualitativo y cuantitativo, ya que identifica y estima la composición relativa de una muestra, en base a un cromatograma que proporciona datos de cada especie química que resaltan a través del tiempo de ensayo y el espectrómetro ioniza la muestra mediante el bombardeo de electrones a altas velocidades; este proceso permite fragmentar la sustancia en iones moléculas y radicales que se llevan a un campo magnético donde se generan impactos y espectros de carga/masa. Cada compuesto posee una forma diferente de fragmentarse y

tendrá un espectro de masas diferente, donde se identifica y compara en la biblioteca del equipo para conocer el compuesto desconocido. Para cuantificar los compuestos en la muestra, se determina el área de cada pico del cromatograma y se relación en función del total del área del cromatograma, lo que permite conocer el contenido relativo de la muestra. [33]

La cromatografía de gases permite vaporizar los componentes de la muestra al inyectarlos, para posterior separarlos mediante la columna cromatográfica donde los componentes se separan en la fase gaseosa y estacionaria. La elución de los componentes se lleva a cabo en la fase móvil con gas inerte, ya que permite transportarlos sin interferir a través de la columna. La espectrometría de masas barre la masa de la muestra dispersa que sale de la columna de forma repetida, durante un tiempo estipulado; los componentes son detectados en forma de picos cromatográficos y permite identificar su espectro de masa. La información se analiza de varias maneras, con ayuda de un sistema integrado o por otros métodos de cuantificación.[33]

#### **b) Calorimetría de Barrido Diferencial**

La técnica de calorimetría de barrido diferencial (DSC) permite determinar cualquier cambio de energía en función de la temperatura. La calorimetría de barrido diferencial es un método de análisis térmico cuantitativo, donde los calentadores elevan la temperatura a una tasa especificada; la técnica permite medir el flujo de calor entre la muestra y la referencia. La calorimetría de barrido diferencial permite obtener calores de fusión y el grado de cristalinidad de materiales; las temperaturas de transición vítrea y las temperaturas de fusión son determinados para el control de calidad de las muestras de materiales.[33]

El estudio de la estabilidad oxidativa es importante en los lubricantes, ya que permite estimar un punto de seguridad del fabricante, siempre y cuando la temperatura de trabajo aumente excesivamente, lo que induce a una oxidación y por ende provoque daños permanentes en las superficies metálicas. La temperatura de inicio de oxidación es un

parámetro importante en los aceites lubricantes, ya que permite determinar la temperatura en la cual el aceite empieza a oxidarse; este parámetro previene el envejecimiento acelerado del aceite y evita el deterioro natural de los productos durante el tiempo de trabajo. Los estudios de estabilidad oxidativa ayudan a la industria a cerciorarse que los productos a emplearse en las aplicaciones de lubricidad cumplan con las normas de calidad específicas. [29], [34]

La temperatura de inicio de oxidación (Oxidation Onset Temperature, OOT) es un parámetro importante de estudio, ya que permite determinar si un lubricante posee una buena calidad o no, frente a condiciones controladas de operación y largos periodos de uso del lubricante. [35], [36] La técnica de calorimetría de barrido diferencial (DSC) permite determinar la temperatura de inicio de oxidación, la cual estima la temperatura donde los componentes de una muestra empiezan a oxidarse; las altas temperaturas de inicio de oxidación muestran una alta estabilidad oxidativa de una muestra. Para obtener la temperatura de inicio de oxidación, se extrapola una tangente a la línea base en la pendiente más pronunciada de la exoterma de reacción y dependerá de cada componente de la muestra. [37], [38]

### **3. CAPÍTULO III**

#### **MARCO METODOLÓGICO**

En el presente capítulo se describirá los materiales, equipos empleados; el método de síntesis empleado, la caracterización en base a la normativa y los correspondientes análisis estadísticos.

##### **3.1 Ubicación**

La presente investigación se realizó en varios sitios como:

El laboratorio de química de Unidad Educativa “La Salle”, ubicado en la ciudad de la Latacunga, situada a 2770 metros sobre el nivel del mar, a una temperatura promedio de 5°C-18°C, presión atmosférica de 762 mm Hg y humedad relativa de 40-60%.

El laboratorio de DPEC (Departamento de Petróleos, Energía y Contaminación), ubicado en la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Central del Ecuador (UCE), situada a 2850 metros sobre el nivel del mar, a una temperatura promedio de 16°C-17°C, presión atmosférica de 544,1 a 546,1 mm Hg y humedad relativa de 40-70%.

El laboratorio de Termodinámica, ubicado en la Facultad de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional (EPN), situada a 2800 metros sobre el nivel del mar, a una temperatura promedio de 16°C-19°C, presión atmosférica de 544,1 a 546,1 mm Hg y humedad relativa de 40-70%.

##### **3.2 Equipos y Materiales**

Los distintos equipos, materiales e instrumentos utilizados para llevar a cabo el proyecto de investigación se detallan a continuación:

### 3.2.1 Materiales

- ✓ Vasos de precipitación de 50 mL, 100 mL, 400 mL, 600mL.
- ✓ Espátula.
- ✓ Probetas 50 mL, 100 mL, 200 mL, 1000 mL.
- ✓ Soportes metálicos.
- ✓ Varilla de agitación.
- ✓ Embudos.
- ✓ Pinzas metálicas.
- ✓ Embudos de separación de 250 mL.
- ✓ Crisoles.
- ✓ Refrigerante de serpentín.
- ✓ Mecheros de bunsen.
- ✓ Mangueras de caucho.
- ✓ Balón de dos bocas de 500 mL.
- ✓ Pipetas de 1 mL, 2 mL y 10 mL.
- ✓ Picnómetros de 25 mL.
- ✓ Tubos de ensayo grandes.
- ✓ Recipiente de vidrio grande.
- ✓ Tapones de caucho de varios tamaños.
- ✓ Toallas de cocina.
- ✓ Frascos color ámbar de 50 mL.
- ✓ Micropipetas.
- ✓ Pera de succión de goma.
- ✓ Erlenmeyer de 50 mL.
- ✓ Termómetro.

### 3.2.2 Equipos

- ✓ Viscosímetro Opaque Cannon-Fenske, marca Cannon, tamaño de capilar 100.
- ✓ Cromatógrafo de gases, marca PerkinElmer Clarus 680.
- ✓ Espectrómetro de masas, marca PerkinElmer Clarus SQ 8 T.
- ✓ Mufla, marca Thermo Scientific F47954.
- ✓ DSC 3500 (Calorímetro de Barrido Diferencial), marca Netzsch.
- ✓ Centrífuga, marca Boeco modelo C-28 A.
- ✓ Baño María, marca Boeco modelo PWB-8.
- ✓ Balanza digital marca Boeco.
- ✓ Microondas marca Lg.

### 3.2.3 Reactivos

- ✓ Aceite de ricino USP, 4 L.
- ✓ Agua destilada
- ✓ Alcohol Etanol anhidro, pureza: 99.9%, marca PanReac AppliChem, 2 L.
- ✓ Alcohol Metanol, pureza: 99.9%, marca Merck, 2 L.
- ✓ Alcohol 1-Butanol, pureza 99.9%, marca Merck, 1L (Ref. 1.01990.1000).
- ✓ Alcohol Isoamílico, pureza 98.5%, marca Lobal Chemie, 1L.
- ✓ Alcohol 1-Octanol, pureza 99%, marca Acros organics, 1L.
- ✓ Ácido Sulfúrico, pureza: 95%-97%, marca: Merck, 2 L.
- ✓ Sílica gel con indicador amarillo, pureza: 98.8%, marca Sorbtech, 1 Kg.
- ✓ Hidróxido de Sodio, pureza: grado analítico, marca Merck, 1 Kg.
- ✓ Hidróxido de Potasio, pureza: grado analítico, marca Merck, 1 Kg.
- ✓ Cloroformo, pureza 99.9%, marca Merck, 5 L.
- ✓ Acetona, pureza 99.9%, marca Merck, 2L.
- ✓ Hexano, pureza 99.9%, marca Merck, 5L.



### **3.3 Tipo de investigación**

El presente trabajo de titulación se emplea una investigación de tipo experimental, ya que el proyecto de investigación tiene un enfoque cuantitativo y cualitativo de procesos químicos analíticos; es de enfoque cualitativo debido a que describirá cualidades específicas del producto obtenido y verificará si las bases lubricantes cumplen con los parámetros establecidos dentro de la normativa ecuatoriana NTE INEN 2029 para bases lubricantes. De igual manera, presenta un enfoque cuantitativo ya que determinará parámetros como el rendimiento de la esterificación, densidad, temperatura de inicio de oxidación (DSC) y la caracterización del aceite de ricino y las bases lubricantes para conocer la composición relativa mediante la cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS).

### **3.4 Prueba de Hipótesis**

#### **3.4.1 Hipótesis Alternativa ( $H_A$ )**

Los rendimientos de la reacción de esterificación del aceite de ricino son diferentes para cada tipo de calentamiento y el tipo de alcohol empleado.

#### **3.4.2 Hipótesis Nula ( $H_0$ )**

Los rendimientos de la reacción de esterificación del aceite de ricino no son diferentes para cada tipo de calentamiento y el tipo de alcohol empleado.

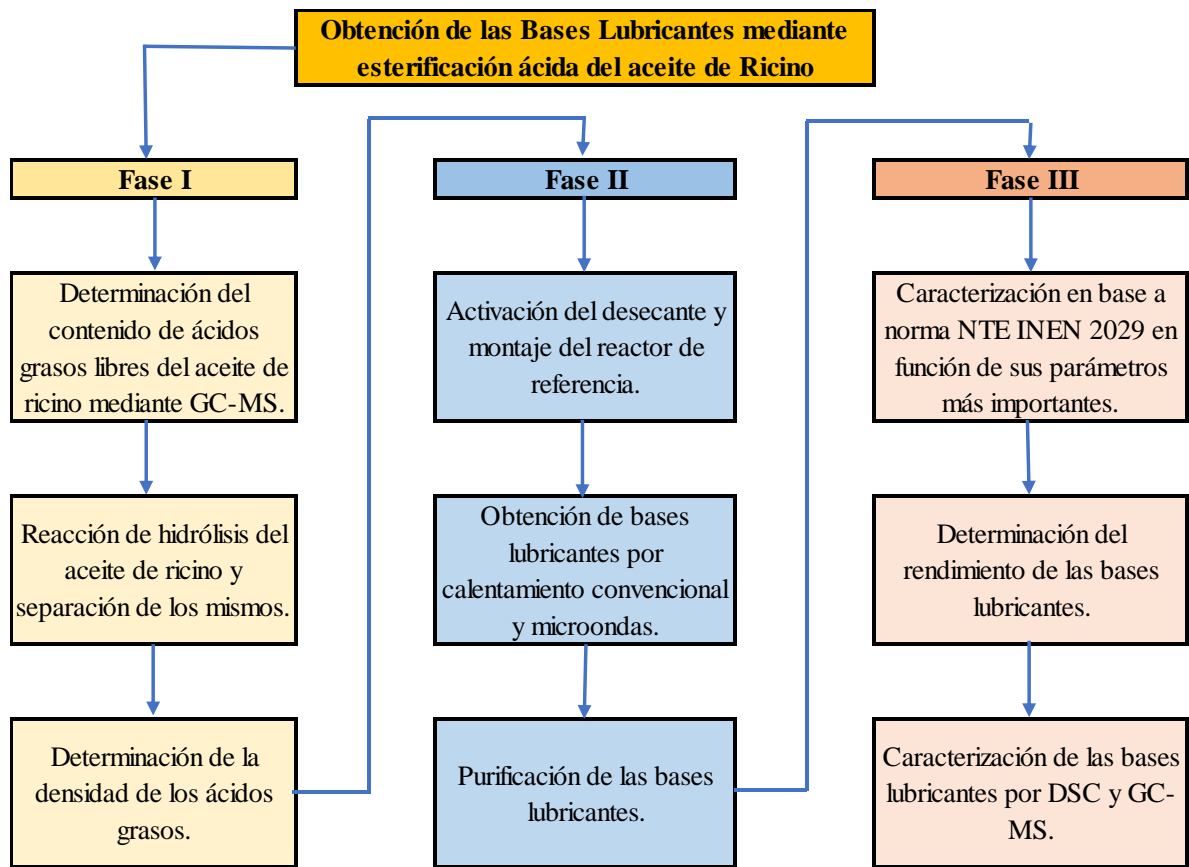
## **3.5 Metodología Experimental**

### **3.5.1 Introducción**

En este apartado, se detalla las tres etapas o fases que se plantearon para obtener las bases lubricantes. La primera etapa trata sobre determinar el contenido de ácido ricinoleico de una muestra de aceite de ricino comercial, mediante la técnica de cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS); además se determina la densidad del aceite de ricino y la obtención de ácidos grasos libres.

La segunda etapa se refiere a la síntesis de esterificación de los ácidos grasos libres del aceite de ricino con los diferentes alcoholes como el metanol, etanol, 1-butanol, alcohol isoamílico y el 1-octanol; incluyendo la purificación de las bases lubricantes. La síntesis se lleva a cabo mediante calentamiento convencional y microondas.

La última etapa se refiere a la caracterización fisicoquímica en base a la norma NTE INEN 2029 enfocándose en sus parámetros más importantes como: densidad, viscosidad cinemática, índice de viscosidad, punto de escurrimiento y punto de inflamación. Se caracterizará mediante GC-MS y DSC las bases lubricantes más sobresalientes en cuanto a rendimiento. En la figura 4, se puede observar el proceso que se llevó a cabo para desarrollar el proyecto de titulación.



**Figura 4.** Marco Metodológico.

### 3.5.2 Fase I: Caracterización y Preparación de reactivos

#### 3.5.2.1 Contenido de ácidos grasos del aceite de ricino

Para determinar el contenido de ácidos grasos libres en el aceite de ricino, se empleó la técnica de cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS), en forma cualitativa y cuantitativa, para esto se preparó una muestra de FAMES (Fatty Acid Methyl Esters). Para realizar dicho análisis, se envió una muestra de 20 mL de aceite de ricino al laboratorio de DPEC de la facultad de Ingeniería Química en la Universidad Central del Ecuador. El técnico del laboratorio detalló lo siguiente: en primer lugar, obtuvo esteres metílicos (FAMES), mediante una solución de metóxido de potasio, donde la solución fue hidróxido de potasio disuelta en metanol, en un volumen de 10 mL de solución a una

concentración establecida de 1 M, para lo cual se realizó los respectivos cálculos estequiométricos. [39]

En un recipiente con tapa de 5 mL, se colocó 1 mL de aceite de ricino y añadir 2 mL de la solución antes preparada, en este caso metóxido de potasio 1 M, luego se agitó fuertemente por 20 segundos y se dejó reposar durante 20 minutos para que las fases se separen. Una vez formadas las fases, se tomaron 100  $\mu$ L de la parte superior de la muestra y se colocó en el vial de 2 mL para el GC-MS; se aforó el vial de cromatografía con 1,5 mL de cloroformo.

Por último, se preparó tres viales con solvente (cloroformo) para ingresar al equipo conjuntamente con el vial de la muestra. Se manipuló el equipo de cromatografía y el software de control del GC-MS MassHunter, luego se registró las condiciones de trabajo del equipo y el método para el análisis. Las condiciones que se implementaron en el equipo de cromatografía acoplado con un espectrómetro de masas se pueden evidenciar en el anexo 2. El equipo tomó un volumen de 1  $\mu$ L de la muestra y ejecutó la inyección. El equipo procede con el análisis, arrojando como resultado el cromatograma y los espectros de masa correspondientes a cada uno de los compuestos que constituyen la muestra analizada. Para determinar la composición de los ácidos grasos, se empleó el método de normalización de áreas, el cual relaciona el área de cada componente reconocido por la librería del equipo con el área total del cromatograma, donde se obtuvo una composición relativa de los ésteres presentes en la muestra. Una vez obtenidos los datos, se exportó a Excel para establecer la composición porcentual en base al área total del cromatograma.

### **3.5.2.2 Reacción de Hidrólisis del aceite de ricino**

La reacción de hidrólisis del aceite de ricino se basó en la investigación desarrollada por Padrón [40], joven investigador quien obtuvo ácidos grasos libres de varios aceites vegetales. Se preparó soluciones de ácido sulfúrico al 30% en agua en un volumen total de 100 mL; posterior a esto se calentó 300 mL de agua destilada a 70°C en un vaso de precipitación, y

por último se calentó 200 mL de aceite de ricino en un vaso de precipitación de 750 mL hasta los 80°C durante 20 minutos.

Se añadió 2 g de hidróxido de sodio (NaOH) en el aceite de ricino caliente y bajo agitación, hasta formar una especie de jabón; se deja enfriar la mezcla durante 10 minutos. Transcurrido el tiempo, la mezcla resultante se la conoce como mezcla saponificada, que posteriormente se añadió los 300 mL de agua destilada caliente de manera lenta y con mucho cuidado. La mezcla siempre debe agitarse constantemente hasta que sea uniforme. Por último, se añadió de manera lenta 100 mL de la solución de ácido sulfúrico al 30% en peso; esta mezcla se calentó hasta 120°C durante 15 minutos, hasta que se formó una fase semitransparente. Las fases formadas se dejan enfriar por lo menos 20 minutos, luego de esto todo el volumen se colocó en los embudos de decantación para separar la fase orgánica de la acuosa. En la figura 5, se puede evidenciar la separación de la fase orgánica donde se encuentra los ácidos grasos (parte superior de color marrón) y la fase acuosa (parte inferior) en el embudo de decantación. [40], [41]



**Figura 5.** Separación de fase orgánica y acuosa de los ácidos grasos.

Transcurrido un tiempo de 30 minutos, se retira la fase acuosa; además para retirar el exceso de ácido sulfúrico en los ácidos grasos, se realiza lavados con agua destilada fría aproximadamente entre 10 a 15 lavados, con intervalos de reposo de las fases de 20 minutos. Cada 5 lavados con agua, se revisó el pH de los ácidos grasos, hasta que sea ligeramente

ácido entre 5.5 a 6.0. Por último, se colocó el volumen de ácidos grasos libres en un recipiente limpio y seco de color ámbar, para evitar la descomposición y conservar sus propiedades. Este proceso se repitió 4 veces más para obtener un volumen suficiente para todas reacciones de esterificación que se van a llevar a cabo.

### 3.5.2.3 Determinación de la Densidad

Para determinar de la densidad del aceite de ricino y de los ácidos grasos, se emplea la norma NTE INEN 0035:2012, que establece el procedimiento mediante el método del picnómetro de vidrio. Se requiere el picnómetro de 25 mL con su tapón respectivo; se necesita también un termómetro con división de 0.2°C y un baño maría. La temperatura a la cual se acondiciona el baño maría fue de 25°C ± 0.2°C y además se requiere de una balanza analítica. El picnómetro debe estar seco y limpio, además en buen estado, ya que puede alterar en el resultado de la masa.

Se pesó en la balanza analítica el picnómetro de vidrio con su tapón respectivo, se anotó el resultado como  $m_0$ . Luego, se llenó el picnómetro con agua destilada; previamente se calentó el baño maría a 25°C durante 30 minutos. El picnómetro se colocó dentro del baño maría por 30 minutos; transcurrido el tiempo se colocó el tapón y se secó las paredes externas del picnómetro con mucho cuidado. Una vez seco el picnómetro, se pesó y se registró el valor como  $m_1$ . Este procedimiento se repitió para el aceite de ricino, registrando el peso del aceite como  $m_2$ ; recordando que siempre debe estar el picnómetro seco y limpio. Para calcular la densidad relativa a 25°C se empleó la ecuación 1:

$$\rho_{25} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde:

$\rho_{25}$  es la densidad relativa medida a 25°C. (Adimensional)

$m_0$  es la masa en gramos, del picnómetro vacío.

$m_1$  es la masa en gramos, del picnómetro lleno de agua destilada a 25°C.

$m_2$  es la masa en gramos, del picnómetro lleno con la muestra a 25°C.

Para obtener la densidad absoluta, se multiplicó la densidad relativa de la muestra a 25°C por la densidad absoluta del agua a 25°C, que toma valores entre 0.997048 g/cm<sup>3</sup> a 0.997075 g/cm<sup>3</sup>. Se realizó por duplicado la medición para determinar la media aritmética de los resultados obtenidos.

### **3.5.3 Fase II: Síntesis de las Bases Lubricantes**

#### **3.5.3.1 Condiciones Óptimas de Reacción**

Se estableció las condiciones de reacción de esterificación en base a estudios previos. La investigación realizada por Özgülsün y demás colaboradores, se refiere a la esterificación del ácido oleico con alcohol isopentanol únicamente, donde se demostró que es una buena base lubricante con un alto rendimiento y propiedades fisicoquímicas acorde a los parámetros y requerimientos en base a las normativas locales. Se investigó los posibles efectos de las variables que pueden alterar el rendimiento de la reacción, las variables fueron: la cantidad de catalizador, relación molar aceite/alcohol, forma de calentamiento, tipo de alcohol, temperatura y tipo de desecante. [20] Por lo tanto, se fijaron las condiciones para la reacción de esterificación de Fischer-Speier y variables no controlables a considerar dentro de la investigación; y se detallan a continuación en la tabla 4.

**Tabla 4.** Factores y dominio experimental.

<b>Variable</b>	<b>Factores</b>	<b>Dominio Experimental</b>
<b>X1</b>	Temperatura de reacción (°C)	90
<b>X2</b>	Relación molar aceite vegetal/ alcohol	1:2
<b>X3</b>	Cantidad de catalizador en % en peso de ácido ricinoleico (%)	1.25
<b>X4</b>	Tipo de calentamiento	Convencional (A) // Microondas (B)
<b>X5</b>	Tipo de Alcohol	5 tipos de alcohol

**Fuente:** [20]

**Elaborado:** Álvarez, J. (2021)

La variable de respuesta que se evaluó fue el rendimiento (variable dependiente) de la reacción de esterificación, estableciendo factores controlables y no controlables; además de factores cualitativos y cuantitativos. Se tomó en cuenta cinco factores, entre los cuales están los factores cuantitativos que son la temperatura, relación molar y cantidad de catalizador; los factores cualitativos son el tipo de calentamiento y el tipo de alcohol. Se fijó factores fijos como la temperatura de reacción en 90°C, la cantidad de catalizador en porcentaje en peso de ácido ricinoleico en 1.25%, la relación molar entre aceite de ricino y alcohol de 1:2, la cantidad de desecante al 50% en peso del ácido ricinoleico y el tiempo de reacción de 1.5 horas y 30 minutos para el calentamiento convencional y microondas, respectivamente. Los factores no fijos son el tipo de calentamiento que es convencional y microondas y el tipo de alcohol a emplearse en la reacción que son metanol, etanol, 1-butanol, isopentanol y 1-octanol.



### 3.5.3.2 Selección del diseño experimental

Para el estudio de la alteración del rendimiento de la esterificación de los ácidos grasos y los alcoholes, se seleccionó el diseño factorial de dos factores (AxB) completamente aleatorizado. Se estableció la variable de respuesta que es el rendimiento de la reacción en base al peso de éster obtenido con respecto al peso de aceite estipulado para cada reacción. El factor (A) es del tipo de calentamiento que establece en dos niveles o tratamientos, debido a que se emplea calentamiento convencional y calentamiento por microondas; y el factor (B) es el tipo de alcohol que se establece en cinco niveles o tratamientos, ya que son metanol, etanol, 1-butanol, isopentanol y 1-octanol. El diseño factorial de dos factores estudia simultáneamente dos factores, que pueden intervenir o alterar el rendimiento de la reacción y determinar si los efectos son estadísticamente significativos con un análisis de varianza ANOVA. [42], [43]

El tamaño del experimento es el producto del número de tratamientos o niveles de cada factor por el número de réplicas (n). El número de réplicas se estableció en tres réplicas, debido que entre mayor sea el número de réplicas, la probabilidad de aceptar la hipótesis se incrementa y disminuye a la par el error experimental. [42], [43] En la tabla 5, se evidencia la matriz de experimentos que se planteó en base al diseño experimental de dos factores.

**Tabla 5.** Matriz de experimentos.

<b>Código</b>	<b>Tipo de calentamiento (A)</b>	<b>Tipo de alcohol (B)</b>	<b>Temperatura de reacción (°C)</b>	<b>Relación molar aceite vegetal/alcohol</b>	<b>Cantidad de catalizador en % en peso de ácido ricinoleico (%)</b>	<b>Rendimiento (%)</b>
<b>EMCR1</b>	<b>Convencional</b>	<b>Metanol</b>	90	1:2	1.25	
<b>EMCR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EMCR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EMMR1</b>	<b>Microondas</b>		90	1:2	1.25	
<b>EMMR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EMMR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EECR1</b>	<b>Convencional</b>	<b>Etanol</b>	90	1:2	1.25	
<b>EECR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EECR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EEMR1</b>	<b>Microondas</b>		90	1:2	1.25	
<b>EEMR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EEMR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EBCR1</b>	<b>Convencional</b>	<b>1-Butanol</b>	90	1:2	1.25	
<b>EBCR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EBCR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EBMR1</b>	<b>Microondas</b>		90	1:2	1.25	
<b>EBMR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EBMR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EPCR1</b>	<b>Convencional</b>	<b>Isopentanol</b>	90	1:2	1.25	
<b>EPCR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EPCR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EPMR1</b>	<b>Microondas</b>		90	1:2	1.25	
<b>EPMR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EPMR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EOCR1</b>	<b>Convencional</b>	<b>1-Octanol</b>	90	1:2	1.25	
<b>EOCR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EOCR3</b>			90	1:2	1.25	
<b>EOMR1</b>	<b>Microondas</b>		90	1:2	1.25	
<b>EOMR2</b>			90	1:2	1.25	
<b>EOMR3</b>			90	1:2	1.25	

**Elaborado:** Álvarez, J. (2021)

Se obtuvo los datos de la variable de respuesta en base al rendimiento en peso de esterificación, se generó el análisis estadístico mediante el software SPSS PAWS Statistics, donde se obtuvo una tabla de análisis de varianza (ANOVA), la cual interacciona cada factor con su tratamiento y establece la mejor prueba y determina si la hipótesis alternativa es aceptada o rechazada.

### 3.5.3.3 Obtención de las bases lubricantes

#### A. Cálculos Estequiométricos

Para determinar la cantidad de reactivos a mezclarse, en primer lugar, se conoció el peso molecular de los ácidos grasos extraídos del aceite de ricino. El peso molecular de los ácidos grasos se establece en base a la composición promedio de estos y demás componentes de la tabla 2, por bibliografía. Los resultados obtenidos por cromatografía de gases y espectrometría de masas del aceite de ricino se aprecian en la tabla 6, y el informe de resultados y cromatograma del aceite de ricino se visualizan en los anexos 3 y 4, respectivamente. La técnica de GC-MS, identificó dos ácidos grasos importantes y otro compuesto macromolecular en el aceite de ricino en base a sus espectros de masa.

**Tabla 6.** Composición y peso molecular promedio del aceite de ricino.

<b>Tiempo de Retención en minutos</b>	<b>Ácidos Grasos</b>	<b>Composición Promedio (%)</b>	<b>Peso Molecular (g/mol)</b>	<b>Peso molecular promedio</b>
<b>34.598</b>	Ácido Ricinoleico	89.05	298	265.369
<b>36.117</b>	6-acetiloxi-15-etoxi-5,14,14-trimetil-16-oxapentaciclo-nonadec-6-eno	6.55	402	26.331
<b>39.266</b>	Ácido Hexadecanoico	4.4	256	11.264
<b>Peso molecular total</b>				<b>302.964</b>

**Fuente:** DPEC

**Elaborado:** Álvarez, J. (2021)

El peso molecular promedio de los ácidos grasos provenientes del aceite de ricino se calculó mediante el producto del peso molecular del componente identificado por su composición relativa porcentual, que al final es de 302.964 g/mol. Los alcoholes no son necesarios determinar la composición porcentual promedio, ya que se emplean reactivos de alto grado de pureza como 99.9%. Posteriormente, se calculó el volumen necesario de alcohol en base a cálculos estequiométricos. Se fijó un volumen final de reacción de 250 mL aproximadamente para el tipo de calentamiento convencional, y para el volumen de reacción por calentamiento microondas es 30 mL, por lo tanto, se planteó la ecuación 2, para estimar el peso necesario de ácidos grasos par la reacción de esterificación, recalando que el peso molecular y la densidad relativa de los ácidos grasos y los alcoholes son constantes y la relación molar de aceite de ricino con respecto al alcohol es de 1:2.

$$V_{\text{Alcohol}} = m_{\text{Acidos Grasos}} * \frac{1}{PM_{\text{Aceite}}} * \frac{2 \text{ mol}_{\text{Alcohol}}}{1 \text{ mol}_{\text{Aceite}}} * PM_{\text{Alcohol}} * \frac{1}{\rho_{\text{Alcohol}}} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde:

$m_{\text{Aceite}}$  es el peso de ácidos grasos provenientes del aceite de ricino, en g.

$PM_{\text{Aceite}}$  es el peso molecular del aceite, en g/mol.

$PM_{\text{Alcohol}}$  es el peso molecular del alcohol, en g/mol.

$\rho_{\text{Alcohol}}$  es la densidad del alcohol, en g/cm<sup>3</sup> a 20°C.

Para determinar la cantidad de catalizador ácido que se debe utilizar en la reacción de esterificación, se empleó la ecuación 3 y 4, respectivamente. El catalizador que se utilizó es el ácido sulfúrico al 96% de pureza con una densidad de 1.84 g/mL. El porcentaje de catalizador en peso que se estableció fue de 1.25% de ácido sulfúrico en relación con la cantidad de ácido ricinoleico presente en los ácidos grasos. La cantidad de ácido ricinoleico se estimó mediante la ecuación 3 y el volumen de catalizador se determinó mediante la ecuación 4.

$$m_{A.R.} = m_{\text{Acidos Grasos}} * \%C_{\text{Ácido Ricinoleico}} \quad \text{Ec. 3}$$

Donde:

$m_{A.R.}$  es la cantidad en gramos del ácido ricinoleico.

$m_{\text{Ácidos Grasos}}$  es la cantidad en gramos de ácidos grasos a ocuparse en cada caso.

$\%C_{\text{Ácido Ricinoleico}}$  es el porcentaje de composición de ácido ricinoleico.

$$V_{Cat.} = \%Cat. * m_{A.R.} * \frac{1}{\%P. Cat.} * \frac{1}{\rho_{A.Sulfúrico}} \quad \text{Ec. 4}$$

Donde:

$V_{Cat.}$  es el volumen en mL de catalizador a utilizarse.

$\%Cat.$  es el porcentaje de catalizador establecido, en este caso es 1.25%.

$m_{A.R.}$  es la cantidad en gramos del ácido ricinoleico.

$\%P_{Cat.}$  es el porcentaje de pureza del ácido sulfúrico, en este caso es del 96%.

$\rho_{A.Sulfúrico}$  es la densidad del catalizador, en este caso es de 1.84 g/cm<sup>3</sup> en solución.

Para determinar la cantidad de desecante a activar para la reacción de esterificación, se empleó las ecuaciones 3 y 5, respectivamente. Se estableció que el porcentaje de desecante es al 50% de desecante con respecto a la cantidad de ácido ricinoleico. El desecante a emplearse es la sílica gel, con indicador de color amarillo que soporta temperaturas sobre los 150°C. La sílica gel se activó por lo menos una hora y media antes de las reacciones, en la mufla para retirar toda la humedad posible de la sílica. La ecuación 5, determina la masa en gramos de sílica gel a utilizarse en la reacción de esterificación.

$$m_{\text{Silica Gel}} = \%C_{\text{Silica Gel}} * m_{\text{A.R.}} \quad \text{Ec. 5}$$

Donde:

$m_{\text{Silica Gel}}$  es la cantidad en gramos de sílica gel a utilizarse.

$\%C_{\text{Silica Gel}}$  es el porcentaje de sílica gel, en este caso es del 50%.

$m_{\text{A.R.}}$  es la cantidad en gramos del ácido ricinoleico, obtenido de la ecuación 3.

## B. Desarrollo Experimental

Para llevar a cabo la reacción de esterificación de los ácidos grasos provenientes del aceite de ricino con diferentes alcoholes, en base a la matriz de experimentos (tabla 5), en primer lugar, para el calentamiento convencional, se necesitó montar el reactor de referencia de vidrio, el cual está constituido por un balón de fondo plano con 2 bocas, con capacidad de reacción de 500 mL. En la boca de mayor diámetro, se colocó el refrigerante en serpentín, el cual sirvió como medio de enfriamiento y reflujo de la reacción de esterificación; además controló la condensación de los alcoholes de bajo punto de ebullición y la temperatura de reacción. En la boca de menor diámetro, se colocó el termómetro con un caucho perforado en un interior, esto sirvió para visualizar la temperatura que se estableció en la matriz de experimentos (tabla 5). En el ramal donde se colocó el termómetro, sirve también como apertura de ingreso de los reactivos, catalizador y desecante; todo el balón de 2 bocas se sumergió hasta la mitad en el baño maría con agua destilada para mantener la temperatura constante y controlada. Se agregó siempre agua destilada para mantener el volumen cuando ebulla.

El sistema de enfriamiento o reflujo es un refrigerante de serpentín, el cual estuvo conectado mediante mangueras en su entrada en la parte inferior y salida en la parte superior, para el transcurso interno de agua fría. La refrigeración se realizó con el fin de evitar, que los

alcoholes de bajo punto de ebullición presentes se evaporen durante la reacción de esterificación. En cuanto al sistema de calentamiento, se utilizó un mechero de bunsen y una varilla de agitación, para calentar el baño maría y así la temperatura se mantuvo constante, además que la varilla de agitación permitió mezclar de manera uniforme la reacción, esto se realizó cada 5 minutos con mucho cuidado. En la figura 6, se muestra el montaje completo del reactor de referencia de vidrio para el calentamiento convencional.



**Figura 6.** Reactor de referencia por calentamiento convencional.

La sílica gel se activó mediante la mufla de calentamiento a una temperatura de 150°C durante una hora y media previo a las reacciones de esterificación. La masa de la sílica gel se calculó en base a las ecuaciones 3 y 5, ya presentadas en la anterior sección. El calentamiento de la sílica gel se lo realizó en crisoles de 50 mL de capacidad con su respectiva tapa, se pesó los crisoles limpios y sin humedad; luego se pesó los crisoles con la sílica gel para estimar un valor aproximado al 50% en peso de sílica gel referente a la masa de ácido ricinoleico. Una vez pesado el desecante, se colocó en la mufla bajo las condiciones de temperatura y tiempo antes descritas.

Una vez realizado la activación de la sílica y montado el reactor de referencia de vidrio como en la figura 6, se suministró agua para que ingrese al refrigerante de serpentín con un caudal mínimo constante. Con los cálculos ya realizados en la anterior sección, se pesó los ácidos grasos en un vaso de precipitación de forma directa, al igual que la cantidad de alcohol a emplearse, que se lo pesó en una probeta. Se agregó los reactivos en el balón por el ramal pequeño con mucho cuidado y al final se colocó el caucho de plástico para evitar que los vapores sean inhalados.

Se añadió agua destilada en el recipiente que va a emplearse como baño maría, hasta que se sumerja la mitad del balón de fondo plano. Por último, se encendió el mechero y se fijó la altura de la llama, para estimular lo suficiente al recipiente de baño maría; y se colocó el caucho perforado en el ramal pequeño con el termómetro a una altura donde se sumerja el bulbo del termómetro. De igual forma, se realizó el mismo proceso para el resto de las réplicas, teniendo en cuenta el tipo de alcohol a emplearse. La mezcla se calentó aproximadamente 15 minutos, luego se añadió por el ramal pequeño con mucho cuidado y con todas las seguridades del caso, la cantidad de catalizador mediante una pipeta adecuada y una pera de succión en el balón de fondo plano.

Una vez alcanzada la temperatura de reacción establecida, se añadió la masa de sílica gel activada por el ramal pequeño con la ayuda de un embudo plástico, con el fin de evitar que la sílica gel se desperdicie. A partir de este punto, se tomó en cuenta el tiempo de reacción que es una hora y media a temperatura constante; en periodos de 5 minutos se agitó la mezcla con la varilla de agitación de forma constante; luego de que transcurrió el tiempo, se apagó el mechero de bunsen y se cerró llave de agua. Se desmontó el reactor de referencia y la mezcla se enfrió por lo menos 20 minutos a temperatura ambiente. Todo este proceso se realizó para cada tipo de alcohol y sus réplicas.



Para el proceso de calentamiento por microondas, se activó previamente la masa de sílica gel determinada con la ayuda de las ecuaciones 3 y 5, teniendo en cuenta que el volumen de reacción cambia de 250 mL a 30 mL aproximadamente. Todos los cálculos se realizaron con referencia a este volumen, ya que es otro tipo de calentamiento. Se colocó la cantidad de ácidos grasos determinados en un embudo pequeño de fondo plano con capacidad volumétrica de 50 mL. De igual forma, se añadió la cantidad de alcohol establecida por los cálculos de la anterior sección, empleando una probeta de 50 mL. Se colocó una tapa de vidrio para evitar que se evapore los alcoholes y se pierda el volumen. Se añadió con mucho cuidado la cantidad de catalizador mediante una pipeta y una perra de succión, dentro del balón pequeño. Una vez mezclado todo, se agitó hasta que cambie de color, con el fin de asegurar que se mezcle los reactivos. Se colocó el balón con la mezcla dentro del microondas, en la parte céntrica del mismo y se cierra la puerta, como se muestra en la figura 7.



**Figura 7.** Calentamiento por microondas.

Se estipuló el tiempo de calentamiento de 30 minutos, luego de los primeros 5 minutos, se detuvo el microondas y se añadió la sílica gel con mucho cuidado y se agitó con fuerza. Se calentó nuevamente durante 5 minutos y se pausó el microondas, con la finalidad de agitar la mezcla de reacción. Una vez transcurrido el tiempo, se retiró el balón de reacción con mucho cuidado, ya que se encontraba caliente. Se dejó reposar y enfriar durante 30 minutos a temperatura ambiente; al retirar el tapón de vidrio se lo realizó con mucho cuidado y con los implementos de seguridad necesarios.

### C. Purificación y Determinación del Rendimiento

Una vez enfriadas las mezclas de reacción de ambos tipos de calentamientos, se retira la sílica gel o desecante de las mezclas mediante la filtración con papel filtro. En un embudo grande de vidrio, se colocó papel filtro a manera de embudo para retirar la sílica gel de las bases lubricantes sintetizadas. La mezcla de reacción se trasvasó dentro del embudo de decantación de vidrio, para recolectar las bases lubricantes sintetizadas. Una vez que toda la mezcla se filtró, se purificó las bases lubricantes mediante lavados de agua destilada caliente. Se realizó de 6 a 8 lavados de agua destilada para remover la mayor cantidad de catalizador empleado, que en este caso es el ácido sulfúrico; donde se observa dos fases, la fase superior que es la base lubricante de color rojo intenso y la parte inferior que es el catalizador en el agua. Se puede evidenciar este fenómeno en la figura 8.



**Figura 8.** Separación de fases de la base lubricante y catalizador.

El proceso de purificación se realizó para todas demás réplicas con los diferentes alcoholes y tipo de calentamiento, tomando en cuenta que el volumen de bases lubricantes calentadas por microondas es inferior, se añadió poca cantidad de agua destilada caliente al realizar los lavados. Las bases lubricantes luego de retirar toda el agua de los lavados, se almacenó en frascos de vidrio color ámbar, para evitar que la luz altere las propiedades de las bases lubricantes. Todas las bases lubricantes recolectadas en los frascos de vidrio se etiquetaron correctamente en base al código de la matriz de experimentos (tabla 5).

Para determinar el rendimiento de las bases lubricantes, se pesaron todas las muestras líquidas obtenidas por la esterificación con calentamiento convencional y microondas; se pesan empleando una balanza digital y un vaso de precipitación acorde al volumen de la muestra. Para pesar las muestras líquidas se tomó un vaso de precipitación seco y limpio, luego se colocó sobre el plato de la balanza digital; y por último se anotó la masa del vaso de precipitación vacío. Luego se taró la balanza y se añadió la muestra líquida de las bases lubricantes y se anotó el valor. El valor medido corresponde a la masa obtenida de las reacciones de esterificación libre de agua y catalizador. Para calcular el rendimiento, se empleó la ecuación 6.

$$R = \frac{\text{masa}_{\text{Bases Lubricantes}}}{\text{masa}_{\text{Ácidos Grasos}}} * 100\% \quad \text{Ec. 6}$$

Donde:

$\text{masa}_{\text{bases lubricantes}}$  es la masa obtenida de las bases lubricantes luego de la purificación sin agua ni catalizador.

$\text{masa}_{\text{ácido grasos}}$  es la masa estimada al inicio para la reacción de esterificación.

### 3.5.4 Fase III: Caracterización fisicoquímica de las bases lubricantes

#### 3.5.4.1 Densidad

Para determinar la densidad de las bases lubricantes, se empleó el procedimiento antes descrito en el apartado 3.5.2.3 de la misma sección, pero la norma que se basa dicho procedimiento es la ASTM D 1217, que estableció la determinación de la densidad y densidad relativa para lubricantes y grasas procedentes del crudo de petróleo. Teniendo en cuenta que las bases lubricantes serán la muestra  $m_2$  y la temperatura de medición será de 20°C. Las mediciones se realizarán por duplicado a cada base lubricante y se determinará el valor promedio. En la figura 9, se puede observar la forma correcta de llenado de la muestra formando un capilar convexo.



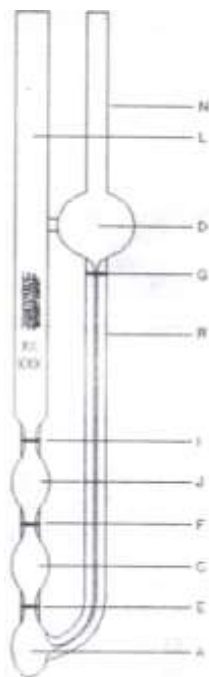
**Figura 9.** Picnómetro capilar

#### 3.5.4.2 Viscosidad Cinemática

Para determinar la viscosidad cinemática de las bases lubricantes, se basó en la norma NTE INEN 810: 2013, la cual establece la determinación de la viscosidad cinemática y dinámica en líquidos transparentes y opacos. Se empleó el instrumento de vidrio denominado viscosímetro capilar Canon Fenske, el cual determinó la viscosidad cinemática de una muestra líquida. Según sea el rango de la viscosidad del líquido y por revisión bibliográfica, se empleó un viscosímetro con número de capilar adecuado para realizar el ensayo.

Según la carta de instrucciones del fabricante del instrumento, se colocó la muestra líquida en un vaso de precipitación limpio y seco, luego para ingresar la muestra líquida al

viscosímetro se colocó una pera de succión en el ramal L del viscosímetro, después se invirtió el viscosímetro y se succionó la muestra líquida por el ramal N, todas las características del viscosímetro se visualiza en la figura 10.



**Figura 10.** Viscosímetro Cannon-Fenske referencial.

La muestra líquida se succionó hasta alcanzar la marca G del ramal N, luego se retiró el viscosímetro y se limpia con cuidado; se vuelve a invertir y se colocó el caucho adecuado para taponar el ramal N, con el fin de evitar que el líquido pase la línea o marca G. Inmediatamente el viscosímetro se sumergió en el baño maría a 40°C, donde se dejó reposar durante 10 minutos; con mucho cuidado se retiró la pera de succión del ramal L y el caucho del ramal N, con el fin de que la muestra líquida descienda por el capilar y llene la mitad del bulbo A. Una vez llenado la mitad del bulbo A, se colocó los cauchos en los ramales N y L del viscosímetro de vidrio y se dejó reposar durante 10 minutos más. Durante el tiempo de reposo del viscosímetro, se debió tener a la mano un cronómetro para estimar el tiempo en segundos, después del tiempo transcurrido se midió el tiempo cuando la muestra líquida sobrepasó la marca E del ramal L hasta la marca F del mismo ramal. La ecuación 7 determinó

la viscosidad cinemática de una muestra líquida según el certificado de calibración del viscosímetro.

$$V = C * t_s \quad \text{Ec. 7}$$

Donde:

**C** es la constante de calibración del viscosímetro a la temperatura de referencia que se mide la viscosidad, esta se mide en  $\text{mm}^2/\text{s}^2$ .

**t<sub>s</sub>** es el tiempo transcurrido desde la marca E hasta la marca F del ramal L, medido en segundos.

Para estimar la viscosidad cinemática de las bases lubricantes, se realizó por duplicado, con diferentes temperaturas de referencia establecidas por la norma INEN 810 de 40°C y 100°C de temperatura.

El sistema de calentamiento del baño maría, estuvo compuesto por varios equipos como una bomba pequeña sumergible, probeta de vidrio de capacidad de 1L, mangueras de plástico, soporte universal grande, pinzas y el viscosímetro de vidrio capilar numero 100 Canon-Fenske. La figura 11, muestra el montaje de equipo de calentamiento para medir la viscosidad cinemática.



**Figura 11.** Equipo montado para determinar la viscosidad cinemática.

### 3.5.4.3 Índice de Viscosidad

Para estimar el índice de viscosidad de las bases lubricantes, se basó en la normativa NTE INEN 2029, que a su vez detalla que el método estandarizado para estimar dicho parámetro se basó en la norma ASTM D2270 “Práctica estándar para Calcular el índice de viscosidad a partir de la viscosidad cinemática a 40°C y 100°C de temperatura”. Dicha norma estableció dos procedimientos A y B, que detallan cada uno que para índices de viscosidad inferiores a 100 se debe optar por el procedimiento A; pero si se tiene índices de viscosidad superiores a 100 se debe optar por el método B. Por lo tanto, por revisión bibliográfica, las bases lubricantes obtenidas por esterificación tuvieron valores superiores a 100 en cuanto al parámetro índice de viscosidad, por lo que se escogió el método B.

El método B describió paso a paso como determinar matemáticamente el índice de viscosidad en base a las tablas proporcionadas en la misma norma. Se puede evidenciar la tabla 1 indexada de los valores L y H en el anexo 6. Se inició por verificar si la viscosidad cinemática obtenida es inferior o superior a 70 mm<sup>2</sup>/s (cSt) a 100°C de temperatura. Si la viscosidad cinemática es inferior, se calculó los valores de H mediante la ecuación 8 por interpolación

lineal y la tabla 1 del anexo 6. Para calcular el valor H, se utiliza la ecuación 8 que describe la interpolación lineal.

$$Y = Y_0 + \frac{(Y_1 - Y_0)}{(X_1 - X_0)} * (X - X_0) \quad \text{Ec. 8}$$

Donde:

**Y** es la variable por determinar.

**X<sub>0</sub>, Y<sub>0</sub>** son los valores extremos que corresponden al punto (X<sub>0</sub>, Y<sub>0</sub>).

**X<sub>1</sub>, Y<sub>1</sub>** son los valores extremos que corresponden al punto (X<sub>1</sub>, Y<sub>1</sub>).

**X** es el valor intermedio en la interpolación entre puntos conocidos.

Una vez obtenido el valor de H, se determinó el valor N que es un valor adimensional que viene expresado en forma logarítmica e intervienen los valores de H y viscosidad cinemática medidos a 40°C y 100°C de temperatura. La ecuación 9, permite determinar el valor N adimensional.

$$N = \left( \frac{\log H - \log U}{\log Y} \right) \quad \text{Ec. 9}$$

Donde:

**H** es la viscosidad cinemática a 40°C de un aceite de índice de viscosidad 100 que tiene la misma viscosidad cinemática a 100°C, sus unidades son en mm<sup>2</sup>/s (cSt).

**U** es la viscosidad cinemática medida a 40°C en unidades de mm<sup>2</sup>/s (cSt).

**Y** es la viscosidad cinemática medida a 100°C en unidades de mm<sup>2</sup>/s (cSt).



Finalmente, se empleó la ecuación 10, que indica como calcular el índice de viscosidad para muestras líquidas que tienen viscosidad cinemática inferiores a 70 mm<sup>2</sup>/s medidos a 100°C.

$$VI = \left[ \frac{(\text{Anti log } N) - 1}{0.00715} \right] + 100 \quad \text{Ec. 10}$$

Donde:

**VI** es el índice de viscosidad.

**N** es una variable que permite guardar valores precedida por otra ecuación, es adimensional.

#### **3.5.4.4 Punto de Escurrimiento**

El punto de escurrimiento es un indicativo de la temperatura o punto más bajo a la que se somete la muestra para ser empleado en ciertas aplicaciones. El punto de escurrimiento se basó en la norma NTE INEN 1982, la cual determinó la temperatura más baja de movimiento de la sustancia o muestra. El método de ensayo describió tres tratamientos preliminares, donde se tiene muestras que posean puntos de escurrimiento mayores, iguales o menos a -33°C; por lo que, revisando en estudios previos, se tomó en cuenta el primer tratamiento que es el punto de escurrimiento mayores a -33°C. Se calentó la muestra líquida sin agitar hasta los 45°C a baño maría, luego se transfirió el recipiente con la muestra a un baño con temperatura de 24°C y observó las variaciones de temperatura. Si la muestra no deja de fluir, transferir a un baño maría con 0°C la muestra con su recipiente de vidrio.

Se enfrió la muestra hasta formar cristales, luego se midió con el termómetro la temperatura de escurrimiento; esta se expresó con números enteros positivos o negativos múltiples de 3. Se sostuvo de manera horizontal durante 5 segundos y se observó cualquier movimiento de la muestra. Se repitió el proceso bajando la temperatura de 3°C para cada medición, hasta que la muestra líquida no fluya y no presente cambios en los 5 segundos después de colocarlos de manera horizontal. Se reportó la temperatura registrada, y se añadió 3°C de

temperatura. La muestra se colocó en un tubo de ensayo con un caucho perforado y un termómetro, para determinar la temperatura más baja.

Este recipiente de vidrio se colocó en un baño cualquiera, que tuviera la capacidad de enfriar las muestras sin contaminarlas y mantenerlas a una temperatura baja constante. Se empleó un recipiente de metal rectangular, donde se colocó hielo seco en forma de trozos pequeños uniformes; se agregó etanol o metanol para obtener temperaturas inferiores a  $-18^{\circ}\text{C}$ , este procedimiento se estableció en la tabla de mezclas frigoríficas de referencia de la norma. Cuando la muestra dejó de fluir, se anotó el valor agregando  $3^{\circ}\text{C}$  y se realizó por duplicado, denotando que las temperaturas de escurrimiento deben ser múltiplos de 3, como lo menciona la norma. En la figura 12, se puede evidenciar la toma de temperatura de forma horizontal durante cinco segundos.



**Figura 12.** Determinación del punto de escurrimiento.

#### **3.5.4.5 Punto de Inflamación**

El punto de inflamación es la temperatura a la cual una muestra se forma una mezcla inflamable con aire bajo condiciones controladas. La norma NTE INEN 808, permite determinar la temperatura de inflamación y fuego en copa abierta Cleveland. Se agregó la muestra en la copa Cleveland hasta la marca establecida y se colocó la copa sobre la placa de calentamiento. Se encendió la llama de prueba y se ajustó un tamaño acorde de 3,2 a 4,8 mm aproximadamente. Se calentó la muestra con una razón de  $15^{\circ}\text{C}$  por minuto, se verificó con el termómetro este procedimiento.

Se movió la llama sobre la copa Cleveland pasando por el centro de esta, de manera constante y en línea recta o a lo largo de la circunferencia. El tiempo en que la llama debe curvar la

copa, es aproximadamente de 1 segundo. Se evitó que se forme espuma, ya que si no se debe volver a realizar el ensayo. Se registró la temperatura en el momento que aparece una llamarada en cualquier punto de la superficie de la muestra, durante 5 segundos aproximadamente. Para corregir el punto de inflamación se empleó la ecuación 11, que se describe a continuación:

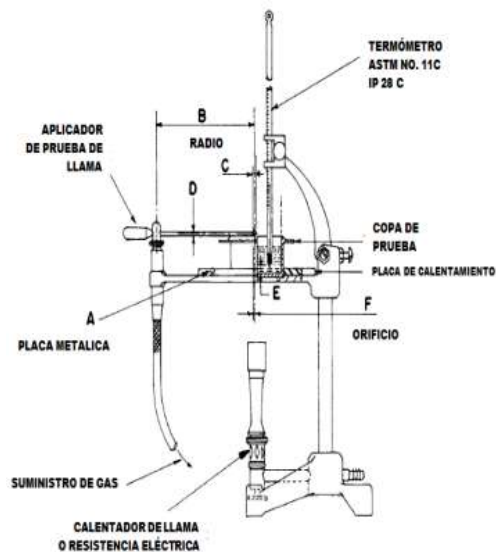
$$\text{Punto de Inflamación Corregido} = C + 0.25(101,3 - K) \quad \text{Ec. 11}$$

Donde:

C es el punto de inflamación observado, en °C.

K es la presión barométrica a la que se realizó el ensayo, en KPa.

En la figura 13, se puede observar el esquema general para encontrar la temperatura de inflamación empleando la copa Cleveland abierta. Todas las bases lubricantes se midieron por este método de ensayo por duplicado.



**Figura 13.** Equipo Flash Point.

#### 3.5.4.6 DSC

Para determinar la temperatura de inicio de oxidación de las bases lubricantes, se empleó la técnica de Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC), se empleó el Netzsch DSC 3500, localizado en el Laboratorio de Termodinámica de la DPEC de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Central del Ecuador. Se tomó 5 muestras con alto rendimiento de reacción para estudiar la estabilidad térmica de las bases lubricantes frente a una oxidación parcial. Se determinó la temperatura de inicio de oxidación (OOT, Oxidation Onset Temperature), bajo condiciones de trabajo establecidas por revisión bibliográfica. En la figura 14, se puede evidenciar el equipo DSC Netzsch 3500 que se utiliza para determinar dicha temperatura.



**Figura 14.** Equipo DSC 3500 Netzsch.

El proceso empezó por colocar las bases lubricantes en jeringas pequeñas de 1 mL, previamente identificadas. Se pesó el crisol en la balanza digital de 100 g, con su respectiva tapa, previamente la tapa se perforó con una aguja, con el fin de que pueda ingresar aire a la muestra, la cápsula se manipuló con guantes y una pinza metálica todo el tiempo. Se pesó los crisoles y el crisol de referencia, se taró la balanza y se añadió de 39 a 52 mg de base lubricante con la ayuda de una micropipeta; se cerró el compartimiento de la balanza digital y se esperó de 2 a 3 minutos. Una vez que la balanza digital mantenga la masa en un valor constante, se retiró los crisoles con cuidado y también la respectiva tapa.

Para sellar el crisol se colocó en un prensador manual, donde se presó para que la tapa y el crisol se cierren por completo herméticamente. Este proceso se realizó para el resto de las bases lubricantes sintetizadas y se colocó al final en una transportadora con identificación numérica. Se encendió el equipo, se abrió la válvula de gases de nitrógeno y aire; se encendió el controlador de gases y la computadora con el software del equipo denominado STAR SOFTWARE; dentro del software se introdujo el ensayo en la interfaz del programa, que evaluará las bases lubricantes estableciendo la temperatura desde la temperatura ambiente hasta 550°C, con una rampa de calentamiento de 15 K/min, bajo una atmosfera de aire a razón de 30 mL/min. El flujo de nitrógeno se empleó a una razón de 30 mL/min para la fase calentamiento y enfriamiento.

El programa de análisis empezó desde la temperatura ambiente hasta los 70°C empleando gas inerte (N<sub>2</sub>), luego un calentamiento con gas inerte (N<sub>2</sub>) desde 70°C hasta 100°C, durante 5 minutos para eliminar la humedad. La fase de oxidación se realiza desde los 100°C hasta 550°C con flujo de aire durante 5 minutos para determinar las isotermas de cada muestra. Una vez ingresado el método de análisis en el programa, se utilizó la pinza metálica acorde para levantar la cubierta, donde se colocó la muestra encapsulada cuando el equipo lo indique; se situó la muestra a lado del crisol de aluminio de referencia y al final se colocó la cubierta con la pinza con mucho cuidado.

En la pantalla de control del equipo se presionó Procced, para que se inicie el ensayo; luego de cumplirse con el tiempo estipulado por el método, el equipo mostró las curvas en el software y se analizó la temperatura de inicio de oxidación (OOT) mediante las herramientas y técnicas establecidas en el método. Los resultados esquematizados en base al flujo energético y la temperatura, se detalló las áreas de oxidación y picos de temperatura y delta Cp.

#### **3.5.4.7 Contenido de Ésteres**

La composición de los ésteres en las bases lubricantes se determinó en el equipo de GC-MS, se tomó 5 muestras de ésteres con mayor rendimiento para analizarlas en forma cualitativa y cuantitativa, para lo cual se preparó las muestras de las bases lubricantes que van a ser analizadas. La preparación de las bases lubricantes comenzó por colocar en el vial de vidrio de 5 mL, un volumen de 0.5 mL con 2 mL de hexano de grado analítico. Se agitó la mezcla fuertemente durante 15 segundos, y se tomó 100  $\mu$ L con una micropipeta de la solución y se transfirió a un vial de cromatografía de 2 mL; cuando se añadió los 100  $\mu$ L se diluyó ese volumen con acetona con un volumen aproximado de 1,5 mL y por último se selló la tapa del vial de cromatografía y se lo identificó. Este procedimiento se lo realizó para el resto de las bases lubricantes escogidas.

Una vez que el equipo de GC-MS estaba encendido, se manipuló el software TurboMass de la computadora controladora del equipo; se ingresó el método de trabajo para la correcta separación de los componentes dentro de la columna cromatográfica. Las condiciones y método que se implementaron en el equipo de cromatografía acoplado con un espectrómetro de masas se pueden evidenciar en el anexo 2.

Se determinó los espectros de masa para cada uno de los ésteres formados durante la reacción de esterificación. El equipo utilizado es un cromatógrafo de gases PerkinElmer Clarus 680 con un sistema de inyección automática, acoplado a un espectrómetro de masas PerkinElmer Clarus SQ 8 T, y se lo puede visualizar en la figura 15. La columna que se utilizó para separar los componentes es una columna capilar Zebron<sup>TM</sup> ZB 5MS de dimensiones de 30m x 0.25mm con 0.25 $\mu$ m de espesor de película.



**Figura 15.** Equipo de Cromatografía de gases acoplado con Espectrómetro de masas.

#### **3.5.4.8 Prueba de calidad**

Una vez que se estimó los rendimientos de la reacción, se tomó en cuenta la base lubricante con alto porcentaje de rendimiento por calentamiento convencional, ya que sirvió para mezclarse con un aditivo comercial en un 20% para ser ingresado a un motor de dos tiempos y comprobar su calidad como aceite lubricante. Se llenó con el aceite y se encendió al menos 1 minuto el motor de dos tiempos, donde se observó la emanación de humo y el cambio de sonido de motor.

### **3.6 Procesamiento de la información y análisis estadístico**

El propósito de este estudio es conocer si es afectado significativamente el rendimiento de las reacciones de esterificación en relación con los factores establecidos como es el tipo de calentamiento convencional y los diferentes alcoholes empleados en la reacción; además de verificar y comparar las propiedades fisicoquímicas en base a la normativa ecuatoriana par bases lubricantes. Para el estudio de la alteración del rendimiento de la esterificación de los ácidos grasos y los alcoholes, se selecciona el diseño factorial de dos factores (AxB) completamente aleatorizado. Se establece la variable de respuesta que es el rendimiento de la reacción en base al peso de éster obtenido con respecto al peso de aceite estipulado para cada reacción. [42], [43] Otras variables de respuesta son la temperatura de inicio de

oxidación mediante la técnica de calorimetría de barrido diferencial, las propiedades fisicoquímicas más importantes de la norma NTE INEN 2029 que constan de punto de inflamación, punto de escurrimiento, viscosidad cinemática e índice de viscosidad; y por último, la densidad de las bases lubricantes.

El factor (A) es del tipo de calentamiento que establece en dos niveles o tratamientos, debido a que se emplea calentamiento convencional y calentamiento por microondas; y el factor (B) es el tipo de alcohol que se establece en cinco niveles o tratamientos, ya que son metanol, etanol, 1-butanol, isopentanol y 1-octanol. El diseño factorial de dos factores permite estudiar simultáneamente dos factores, que pueden intervenir o alterar el rendimiento de la reacción y determinar si los efectos son estadísticamente significativos con un análisis de varianza ANOVA. El tamaño del experimento es el producto del número de tratamientos o niveles de cada factor por el número de réplicas (n). El número de réplicas se establece en tres réplicas, debido que entre mayor sea el número de réplicas, la probabilidad de aceptar la hipótesis se incrementa y disminuye a la par el error experimental. [42], [43]

Cuando se obtenga los datos de la variable de respuesta en base al rendimiento en peso de esterificación, se procede a generar el análisis estadístico mediante el software SPSS PAWS Statistics, donde se obtiene una tabla de análisis de varianza (ANOVA), la cual permite interaccionar cada factor con su tratamiento, y establecer la mejor prueba y determinar si la hipótesis nula es aceptada o rechazada.



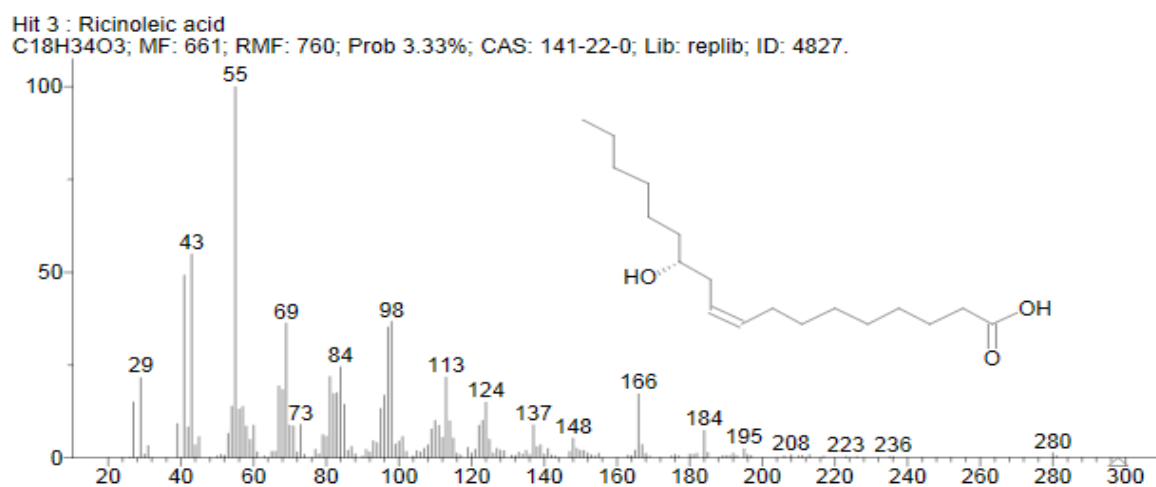
## 4. CAPÍTULO IV

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se detallan y se discuten los resultados obtenidos en el trabajo de investigación sobre la esterificación del aceite de ricino con diferentes alcoholes y tipo de calentamiento.

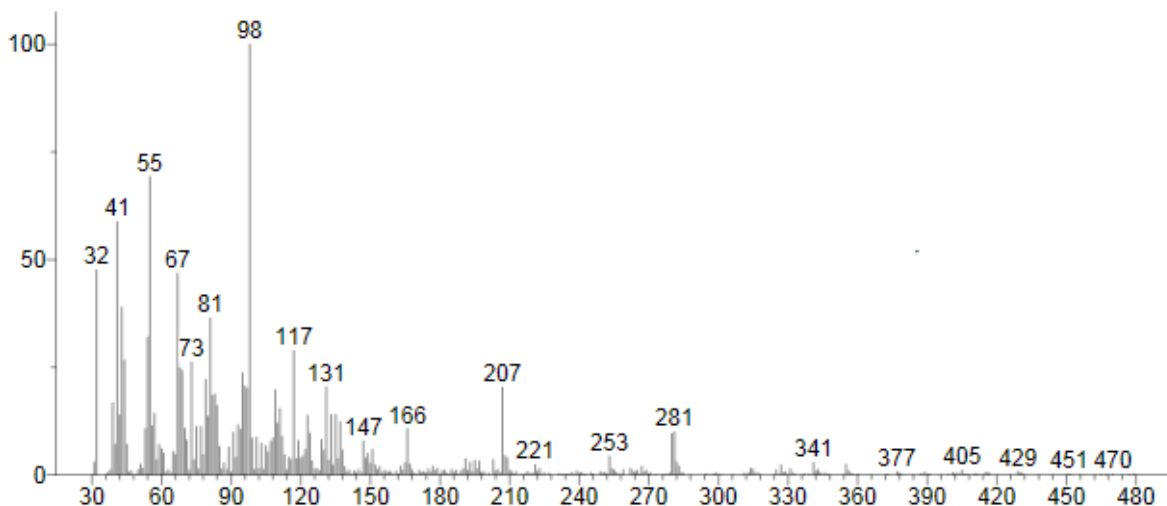
#### 4.1 Resultado del Contenido de Ácidos Grasos del Aceite de Ricino

El contenido de ácidos grasos en el aceite de ricino se determinó mediante la técnica de cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS), la cual permite identificar los posibles componentes y estimar el contenido aproximado o relativo de cada componente, según su tiempo de retención. Se obtuvieron los cromatogramas con muy poca separación, por lo que se decidió presentar los espectros de masa de cada uno de los componentes identificados similares en base a su espectro y comparados por la biblioteca NIST. En la figura 16, se muestra el espectro de masa del aceite de ricino, donde se reconoce al producto principal como el ácido ricinoleico.



**Figura 16.** Espectro de masa del ácido ricinoleico.

En la figura 16, se observa el espectro de masas del ácido ricinoleico con los picos más importantes 166, 98 y 55 m/z (relación masa/carga) de la librería NIST. El espectro de masas de la base lubricante se muestra en la figura 17, donde a continuación se procedió a comparar con el espectro de la librería, para verificar si la muestra corresponde al ácido ricinoleico.[44]



**Figura 17.** Espectro de masas de la muestra de aceite de ricino.

La figura 17, muestra que los picos 98 y 55 de m/z corresponde al ión carboximetilo que generalmente se encuentra a 59 m/z, ya que generalmente se tienen los mismos patrones de fragmentación, tanto para el ácido ricinoleico como la muestra. Estos resultados comparativos, evidencia la presencia del ácido ricinoleico en la muestra de aceite. [44]

## 4.2 Resultados de Densidad Relativa

### 4.2.1 Densidad Relativa de Ácidos Grasos

La densidad relativa del aceite de ricino y de los ácidos grasos se midieron a 25°C como se indica en el apartado 3.5.2.3, los resultados muestran concordancia con los datos revisados por bibliografía y toman un valor de densidad relativa para el aceite de ricino industrial de 0.952 y para los ácidos grasos un valor de 0.969. [45] Los resultados de densidad relativa se observan en la tabla 7.

**Tabla 7.** Densidad Relativa de aceite de ricino y ácidos grasos a 25°C.

Muestra	Peso Picnómetro vacío (g)	Peso Agua a 25°C (g)	Peso de la muestra (g)		Densidad Relativa		Densidad Relativa Promedio
			R1	R2	R1	R2	
A. R.	24.126	50.823	49.561	49.518	0.9527	0.9511	0.952 ± 0.001
A. G.	22.752	50.012	49.164	49.197	0.9689	0.9701	0.969 ± 0.001

**Elaborado:** Álvarez, J. (2021)

#### 4.2.2 Densidad Relativa de las Bases Lubricantes

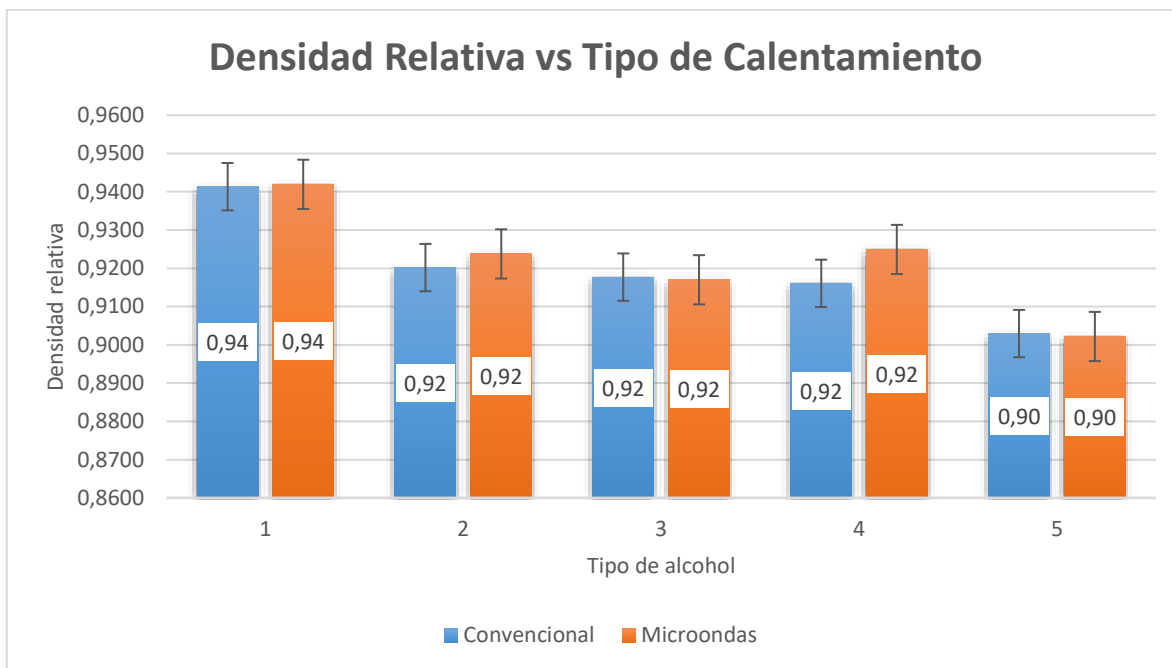
La densidad relativa de las bases lubricantes obtenidas por esterificación ácida, se obtuvieron como se indica en el apartado 3.5.2.3, medidos a temperatura de 25°C y por duplicado. La tabla 8, muestra las densidades relativas promedio entre réplicas de las bases lubricantes.

**Tabla 8.** Densidades relativas promedio de las bases lubricantes.

	Convencional	Microondas
<b>Ester Metílico (1)</b>	0.9413 ± 0.001	0.9419± 0.001
<b>Ester Etilico (2)</b>	0.9202 ± 0.001	0.9238± 0.001
<b>Ester Butílico (3)</b>	0.9177 ± 0.001	0.9170± 0.001
<b>Ester Isopentílico (4)</b>	0.9161± 0.001	0.9249± 0.001
<b>Ester Octílico (5)</b>	0.9029± 0.001	0.9022± 0.001

**Elaborado:** Álvarez, J. (2021)

Las densidades relativas de las bases lubricantes obtenidas por calentamiento convencional tienden una tendencia descendente que va desde 0.9413 para ésteres metílicos hasta 0.9029 para ésteres octílicos, por el contrario, las bases lubricantes por calentamiento microondas no poseen la misma tendencia. Esta tendencia puede visualizarse en el gráfico 18, donde se observa la diferencia de densidades relativas en base al tipo de calentamiento.



**Figura 18.** Comparación de densidades relativas en función de los datos promedio.

Se destaca que las densidades relativas de los ésteres del ácido ricinoleico deben ser menores a la densidad del aceite de origen, en este caso el aceite de ricino posee una densidad relativa de 0.952, por lo que los valores de las densidades son inferiores en todos los casos, y cumplen con los estudios previos sobre ésteres. [46]

### 4.3 Resultados de Viscosidad Cinemática

La viscosidad cinemática de las bases lubricantes fue determinada en base a la norma ecuatoriana NTE INEN 810, la cual permite calcular la viscosidad cinemática de una muestra a dos distintas temperaturas a 40°C y 100°C; los resultados se obtuvieron como lo índice el apartado 3.5.4.2. Los resultados de la viscosidad cinemática se presentan en la tabla 9, respectivamente.

**Tabla 9.** Resultados de viscosidad de las bases lubricantes.

Muestra	Temperatura (°C)	Viscosidad Cinemática (cSt)		Viscosidad Promedio (cSt)
		R1	R2	
<b>EMC</b>	40	7,6112	7,6213	7,6162
<b>EMM</b>	40	7,7613	7,7791	7,7702
<b>EEC</b>	40	7,2099	7,2085	7,2092
<b>EEM</b>	40	7,2699	7,2778	7,2738
<b>EBC</b>	40	7,2244	7,2195	7,2219
<b>EBM</b>	40	7,2677	7,2657	7,2664
<b>EPC</b>	40	7,3332	7,3276	7,3304
<b>EPM</b>	40	7,3158	7,3175	7,3166
<b>EOC</b>	40	7,9080	7,9736	7,9408
<b>EOM</b>	40	7,9573	7,9645	7,9609
<b>5W40</b>	40	-----	-----	83,6
<b>Bio-Lubricante</b>	40	-----	-----	6,39
<b>EMC</b>	100	3,7203	3,7277	3,7240
<b>EMM</b>	100	3,7375	3,7392	3,7384
<b>EEC</b>	100	3,7143	3,7213	3,7178
<b>EEM</b>	100	3,7206	3,7197	3,7201
<b>EBC</b>	100	3,7302	3,7264	3,7283
<b>EBM</b>	100	3,7393	3,7223	3,7388
<b>EPC</b>	100	3,7213	3,7237	3,7225
<b>EPM</b>	100	3,7316	3,7348	3,7332
<b>EOC</b>	100	3,7806	3,7779	3,7793
<b>EOM</b>	100	3,7985	3,7908	3,7947
<b>5W40</b>	100	-----	-----	14,2
<b>Bio-Lubricante</b>	100	-----	-----	2,28

**Dónde:**

**EMC** = Ésteres Metílicos C. Convencional.

**EMM** = Ésteres Etílicos C. Microondas

**EEC** = Ésteres Etílicos C. Convencional.

**EEM** = Ésteres Etílicos C. Microondas

**EBC** = Ésteres Butílicos C. Convencional.

**EBM** = Ésteres Butílicos C. Microondas

**EPC** = Ésteres Isopentílicos C. Convencional.

**EPM** = Ésteres Isopentílicos C. Microondas

**EOC** = Ésteres Octílicos C. Convencional.

**EOM** = Ésteres Octílicos C. Microondas

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

Según la norma ecuatoriana NTE INEN 2029:2013, referente a la viscosidad cinemática medida a una temperatura de 100°C, presenta varias especificaciones como base lubricante liviana, mediana y pesada. El rango de la base lubricante liviana está comprendido entre 2 a 6.1 mm<sup>2</sup>/s (cSt), por lo que las todas las bases lubricantes obtenidas por esterificación con el aceite de ricino y los distintos alcoholes, están dentro de este rango ya que cumplen con valores de viscosidad cinemática desde 3,73-3,79 mm<sup>2</sup>/s (cSt); destacándose como bases lubricantes livianas. Además, la investigación reportada por Nemestóthy *et al.* [30], presentan un biolubricante con una viscosidad cinemática medido a 100°C con un valor de 2.28 mm<sup>2</sup>/s (cSt), por lo que también sería considerado como base lubricante liviana según la normativa ecuatoriana, sin embargo, este biolubricante se destaca, ya que fue sintetizado a partir de alcohol isopentílico con ácido oleico para formar un éster de 23 carbonos denominado oleato de isoamilo; la investigación recalcó que es un biolubricante con buenas propiedades y sobre todo con una viscosidad cinemática baja para ser mezclada con un aditivo viscoso y formar un aceite lubricante para ser empleado en cualquier aplicación industrial. [30]

En la investigación de Encinar [47], el biolubricante obtenido a partir de la esterificación de aceite de ricino con diferentes alcoholes y tratamientos, tiene una viscosidad similar a las bases lubricantes obtenidas a partir de los ácidos grasos del aceite de ricino, ya que a una temperatura de 40°C presentan valores de 7,77-6,96 mm<sup>2</sup>/s (cSt), en comparación con el biolubricante que posee un valor de 7.0 mm<sup>2</sup>/s (cSt), y una viscosidad cinemática a 100°C de 2.1 mm<sup>2</sup>/s (cSt), estos valores son similares a los reportados en los resultados de la tabla 11. Se destaca en la investigación de Rodríguez [48], que los ésteres formados con alcoholes de cadena lineal larga modifican las viscosidades cinemáticas e índices de viscosidad, aumentando el valor de la viscosidad con el aumento de la cadena del alcohol, debido a que incrementa el peso molecular del éster. Se recalca también que las interacciones entre moléculas de ésteres son más fuertes con el aumento de la temperatura y la cadena lineal de la molécula, además de las interacciones del grupo hidroxilo (OH) en el carbono 12 proveniente del ácido ricinoleico, por que tendrá más resistencia a fluir.

Las bases lubricantes obtenidas por esterificación no se pueden comparar con los valores de viscosidad cinemática procedentes de aceite mineral, ya que dicho aceite posee aditivos que alteran las propiedades fisicoquímicas, sobre todo su viscosidad cinemática se eleva considerablemente. Los resultados obtenidos de viscosidad cinemática de las bases lubricantes obtenidas demuestran que no hay variación significativa en cuanto al tipo de calentamiento.

#### 4.4 Resultados de Índice de Viscosidad

El índice de viscosidad de las bases lubricantes obtenidas por esterificación ácida por calentamiento convencional y microondas, fueron calculadas en base al procedimiento matemático descrito por la norma ASTM D2270, como lo detalla la metodología del apartado 3.5.4.3. Los resultados promedio de los índices de viscosidad se muestran en la tabla 10.

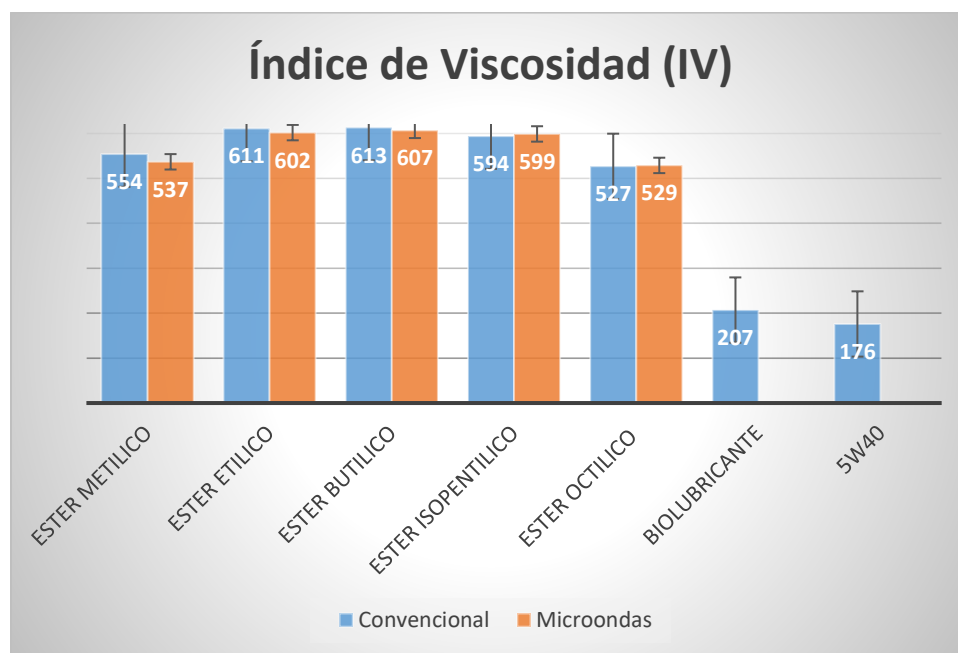
**Tabla 10.** Resultados de Índice de Viscosidad.

Código de Aceite	VI		VI Promedio
	R1	R2	
<b>EMC</b>	553	554	554
<b>EMM</b>	538	536	537
<b>EEC</b>	610	612	611
<b>EEM</b>	602	601	602
<b>EBC</b>	613	612	613
<b>EBM</b>	609	604	607
<b>EPC</b>	593	595	594
<b>EPM</b>	599	599	599
<b>EOC</b>	531	522	527
<b>EOM</b>	530	527	529
<b>Biolubricante</b>	---	---	207
<b>5W40</b>	---	---	176

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

Según la normativa ecuatoriana NTE INEN 2029:2013, recalca que el límite referencial para el índice de viscosidad tiene rango mínimo de 92, pero no posee restricción para un límite máximo, por lo que no se puede estipular con este parámetro si las bases lubricantes son livianas, medianas y pesadas, debido a que los índices de viscosidad muestran valores superiores a 529 en adelante; estos valores de índice de viscosidad elevados reflejan que la temperatura no influye en la viscosidad cinemática de las bases lubricantes, esto se puede denotar ya que se tiene valores con poca diferencia numérica entre las viscosidades cinemáticas medidas a 40°C y 100°C. [49]

Las propiedades químicas de los ésteres están determinadas por el equilibrio entre la longitud de la cadena carbonada y el grupo funcional éster. La longitud de la cadena carbonada del ácido graso determina la viscosidad de la base lubricante debido al aumento del peso molecular, donde el biolubricante tiene un peso molecular más estable y alto lo implica que el valor del índice de viscosidad (VI) sea mayor que el de un lubricante mineral. La longitud de la cadena carbonada influye en el índice de viscosidad, ya que es más lineal y larga, por lo que las interacciones entre las moléculas son más fuertes con el aumento de la temperatura, estableciéndose una alta estabilidad térmica a los cambios de temperatura altos. [5]



**Figura 19.** Comparación de bases lubricantes en base al IV.



Se puede observar en la figura 19, la comparación del índice de viscosidad entre las bases lubricantes por tipo de calentamiento y tipo de éster, denotando que hay un máximo cambio de 71.2% de índice de viscosidad en referencia al aceite comercial 5W40, siendo el éster butílico por calentamiento convencional el de mayor índice de viscosidad, lo que resulta ser una base lubricante estable térmicamente en cuanto a su viscosidad cinemática.

#### 4.5 Resultados del Punto de Ecurrimiento

El punto de escurrimiento o la temperatura de congelamiento de las bases lubricantes obtenidas por el tipo de calentamiento y el tipo de alcohol se determinaron en base a la norma ecuatoriana NTE INEN 1982, descrita en el apartado 3.5.4.4. Los resultados de la temperatura de congelamiento de las bases lubricantes se detallan en la tabla 11.

**Tabla 11.** Resultados del Punto de Ecurrimiento.

<b>Código de Aceite</b>	<b>Temperatura Promedio (°C)</b>
<b>EMC</b>	-12
<b>EMM</b>	-12
<b>EEC</b>	-15
<b>EEM</b>	-15
<b>EBC</b>	-18
<b>EBM</b>	-18
<b>EPC</b>	-21
<b>EPM</b>	-21
<b>EOC</b>	-24
<b>EOM</b>	-24
<b>Biolubricante</b>	-27
<b>5W40</b>	-38

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

La norma ecuatoriana referente a bases lubricantes NTE INEN 2029:2013, estipula los rangos referenciales para una base lubricante liviana que tiene como rango máximo de  $-12^{\circ}\text{C}$  de temperatura y no posee un rango mínimo de referencia; por lo que todas las bases lubricantes están dentro del rango de una base lubricante liviana. La base lubricante con mayor punto de escurrimiento es la que se sintetizó con 1-octanol, debido a que su cadena lineal es larga lo que dificulta el apilamiento o empaquetamiento de las moléculas al disminuir la temperatura de fluidez. [15]

El aceite comercial 5W40 posee una temperatura de escurrimiento de  $-38^{\circ}\text{C}$ , esto se debe a que este aceite posee aditivos que mejoran sus propiedades fisicoquímicas y de lubricidad, por lo que es evidente que es superior a los resultados mostrados en la tabla 13. Los puntos de escurrimiento van en descenso debido a que se incrementa el peso molecular de las bases lubricantes por ser inversamente proporcional a su peso molecular y la longitud de la cadena carbonada. Sin embargo, según los resultados de temperatura de escurrimiento, las bases lubricantes sintetizadas por el tipo de alcohol y los ácidos grasos provenientes del aceite de ricino requieren de un aditivo acorde para evitar el congelamiento del aceite ya que muchas aplicaciones industriales sobre todo en la industria del petróleo se emplean máquinas en zonas con inviernos extremadamente fríos, por lo que es necesario añadir un aditivo. [47] Si la cadena principal del éster se prolonga, aumentará la resistencia estérica, con lo que se inhibirá la formación de cristales y, en consecuencia, se reducirá el punto de fluidez. [5]

#### **4.6 Resultados del Punto de Inflamación**

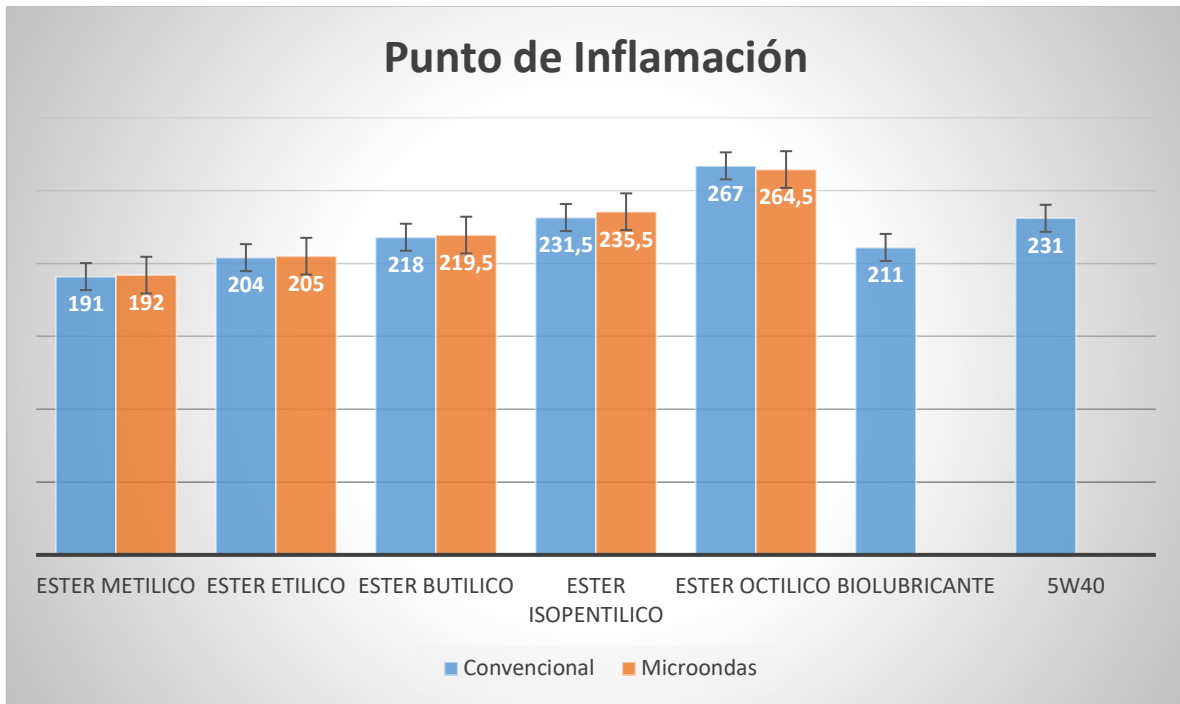
El punto de inflamación de las bases lubricantes se determinó en base a la norma NTE INEN 808, la cual se detalla en el apartado 3.5.4.5. En la tabla 12, se puede evidenciar los resultados obtenidos del punto de inflamación con su corrección.

**Tabla 12.** Resultados de Punto de Inflamación.

Código de Aceite	Temperatura de Inflamación (°C)		Temperatura de Inflamación Corregida (°C)		Temperatura Promedio (°C)
	R1	R2	R1	R2	
<b>EMC</b>	192	190	192,01	190,01	191,01
<b>EMM</b>	191	193	191,01	193,01	192,01
<b>EEC</b>	203	205	203,01	205,01	204,01
<b>EEM</b>	205	206	205,01	206,01	205,51
<b>EBC</b>	217	219	217,01	219,01	218,01
<b>EBM</b>	220	219	220,01	219,01	219,51
<b>EPC</b>	232	231	232,01	231,01	231,51
<b>EPM</b>	235	236	235,01	236,01	235,51
<b>EOC</b>	268	266	268,01	266,01	267,01
<b>EOM</b>	264	265	264,01	265,01	264,51
<b>Biolubricante</b>					211
<b>5W40</b>					231

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

El punto de inflamación es un parámetro de temperatura mínimo a la que una muestra líquida puede vaporizarse para formar ignición momentánea. Según la norma ecuatoriana NTE INEN 2029:2013, establece los límites referenciales del punto de inflamación para una base lubricante liviana que comprende un rango mínimo de temperatura de 185°C y no posee un valor máximo de temperatura; por otra parte, se observa que los resultados de las temperaturas de inflamación de las bases lubricantes se encuentran dentro del rango de temperatura para una base lubricante liviana. Sin embargo, la temperatura de inflamación del aceite comercial 5W40 es inferior a las bases lubricantes sintetizadas con 1-octanol; pero se asemejan a las bases lubricantes provenientes del alcohol isoamílico, esto se debe a que el aceite posee aditivos que le ayudan a mejorar de forma considerable las propiedades lubricantes y sobre todo térmicas.

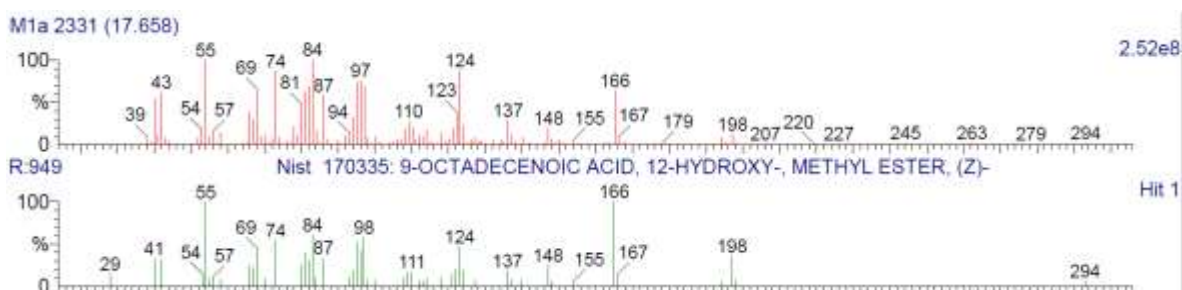


**Figura 20.** Comparación de los puntos de inflamación.

El punto de inflamación más alto determinado por la norma ecuatoriana, fue la base lubricante formada por ésteres octílicos por calentamiento convencional, con un valor promedio de 267°C mientras que el menor valor del punto de inflamación fue la base lubricante formada por ésteres metílicos por calentamiento convencional con un valor promedio de 191°C. La figura 20, evidencia la comparación de los puntos de inflamación de todas las bases lubricantes demostrando que van en aumento, debido a que el punto de inflamación está estrechamente relacionado con el contenido de componentes químicos como son los ésteres; además de que dichos compuestos tienen un peso molecular mayor porque se incrementa la cadena carbonada, lo que provoca que se requiera de mayor energía necesaria para romper los enlaces e incide en la disminución de la volatilidad. [5]

#### 4.7 Resultados del Contenido de ésteres de las bases lubricantes

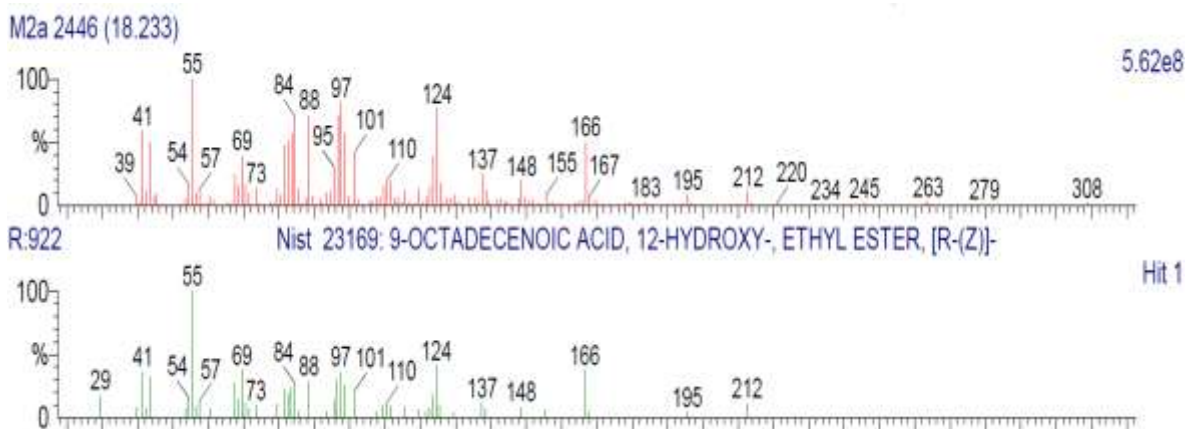
El contenido de ésteres en las bases lubricantes provenientes de los distintos alcoholes empleados, no se determinaron mediante la técnica de cromatografía de gases con espectrometría de masas, debido a separaciones deficientes en los cromatogramas por una rampa de calentamiento errada, por lo que no se cuantificó las bases lubricantes. La figura 21, muestra los espectros de masas de la base lubricante con metanol y su espectro similar de la librería NIST.



**Figura 21.** Espectros de masa de la base lubricante con metanol y NIST.

Como se puede observar en la figura 21, se encuentran los picos 55, 98 y 166 m/z detallando que se asemeja al espectro de masas característico del ricinoleato de metilo, que es un éster metílico sencillo, donde en el pico 59 m/z se forma el carboximetilo ionizado del grupo éster, además que los patrones de fragmentación son correspondientes al 12-hidroxi-9-octadecanoato de metilo y se reitera con la librería NIST. [44]

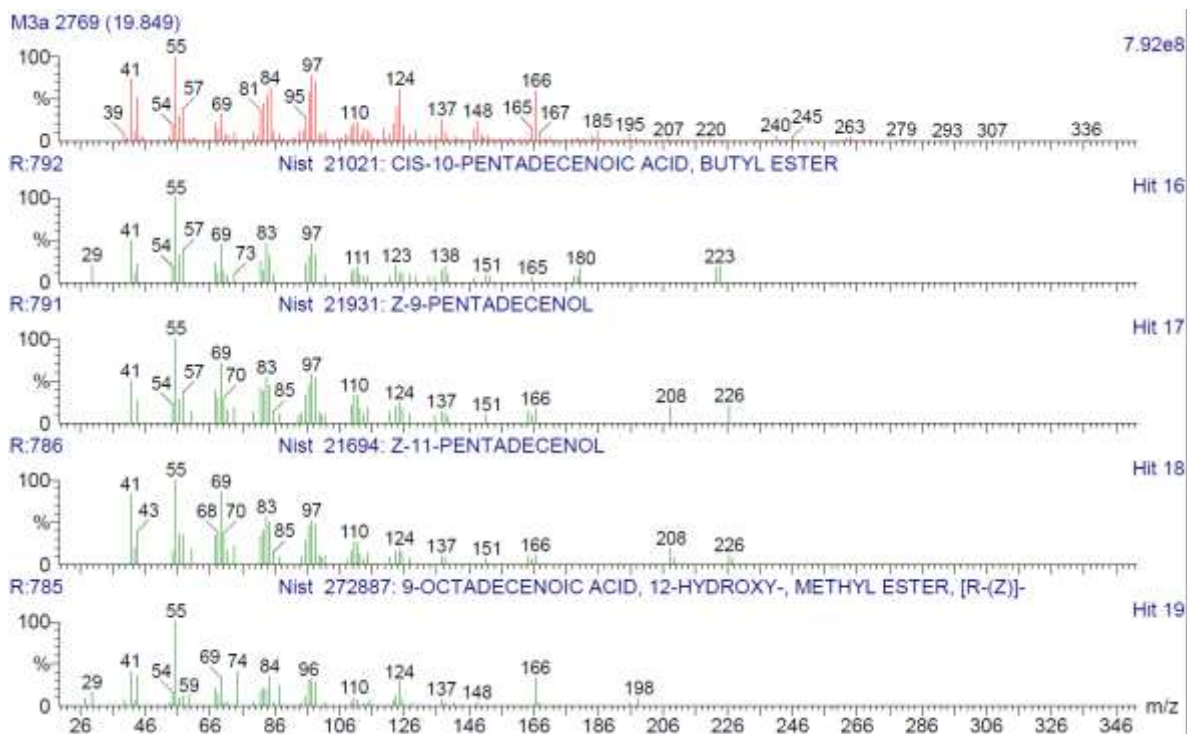
La figura 22, muestra los espectros de masa de la base lubricante con etanol y el espectro de masas similar encontrado en la librería NIST del equipo.



**Figura 22.** Espectros de masa de la base lubricante con etanol y NIST.

Como se puede observar en la figura 22, se encuentran los picos 55, 84, 97, 124 y 166 m/z detallando que se asemeja al espectro de masas característico del ricinoleato de etilo, que es un éster etílico sencillo, donde en el pico 59 m/z se forma el carboximetilo ionizado del grupo éster, además que los patrones de fragmentación son correspondientes al 12-hidroxi-9-octadecanoato de etilo y se reitera con la librería NIST.

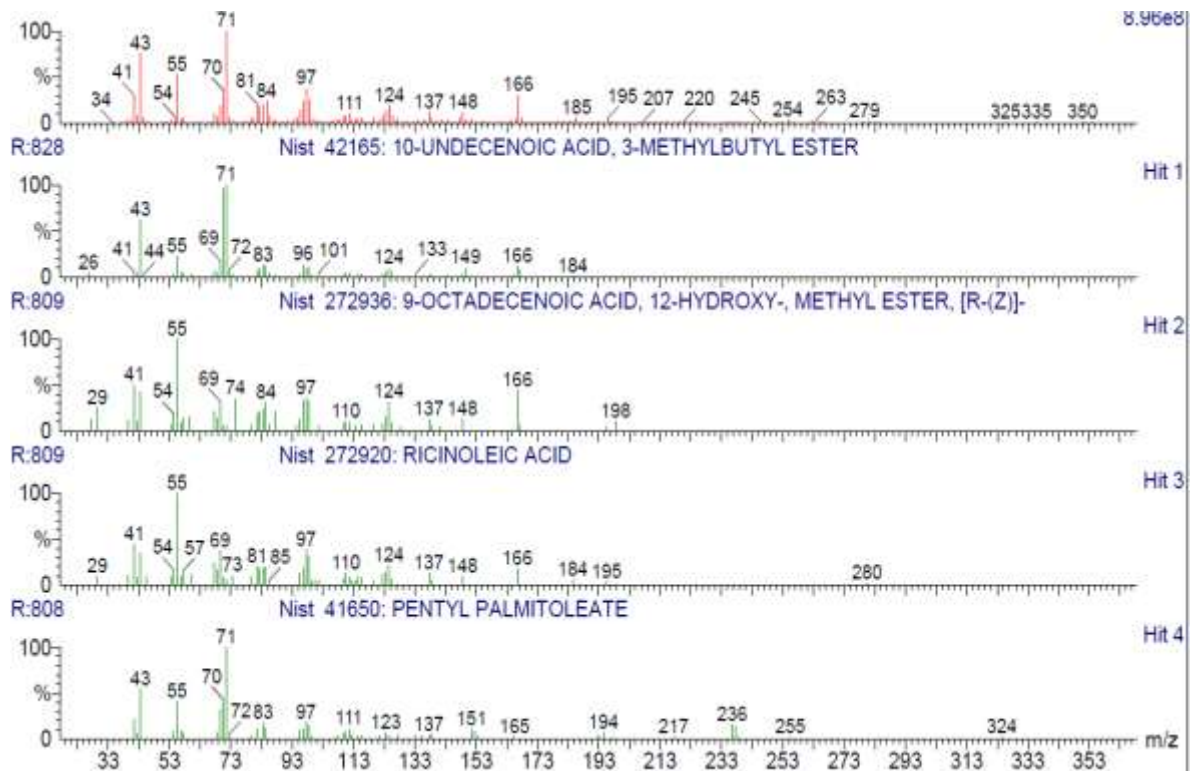
La figura 23, muestra los espectros de masa de la base lubricante con 1-butanol y el espectro de masas similar encontrado en la librería NIST del equipo.



**Figura 23.** Espectros de masa de la base lubricante con 1-butanol y NIST.

Como se puede observar en la figura 23, se encuentran los picos 55, 84, 97, 124 y 166 m/z detallando que no se asemeja al espectro de masas característico del ricinoleato de butilo; se muestra que el espectro de la base lubricante con 1-butanol se asemeja al espectro de masas del Z-9-pentadecenol de la librería NIST; esto sucede debido a que la molécula del éster se crakeo por una temperatura deficiente en el momento de la separación. [44]

La figura 24, muestra los espectros de masa de la base lubricante con 3-metil-1-butanol y el espectro de masas similar encontrado en la librería NIST del equipo.



**Figura 24.** Espectros de masa de la base lubricante con alcohol isoamílico y NIST.

Como se puede observar en la figura 24, se encuentran los picos 43, 55, 71, 97 y 166 m/z detallando que no se asemeja al espectro de masas característico del ricinoleato de isoamilo; se muestra que el espectro de la base lubricante con alcohol isoamílico se asemeja al espectro de masas del 12-hidroxi-9-octadecanoato de metilo de la librería NIST; esto sucede debido a que la molécula del éster se crakeó por una temperatura deficiente en el momento de la separación. [44]

Los resultados de los cromatogramas y espectros para la base lubricante con 1-octanol, no fueron satisfactorios, debido a que no se utilizó una temperatura eficiente para separar los componentes de las bases lubricantes y la molécula se crakeó por el mismo problema de temperatura, además que el Laboratorio de Termodinámica de la Escuela Politécnica Nacional, no empleó las condiciones de cromatografía correctas para obtener cromatogramas bien separados.



#### 4.8 Resultados de DSC

La temperatura de inicio de oxidación (OOT) de las bases lubricantes se determinó a partir de la técnica de calorimetría de barrido diferencial (DSC) de las bases lubricantes con el mayor porcentaje de rendimiento. Los resultados de las temperaturas de inicio de oxidación de las bases lubricantes con alto porcentaje de rendimiento por cada tipo de alcohol se presentan en la tabla 13.

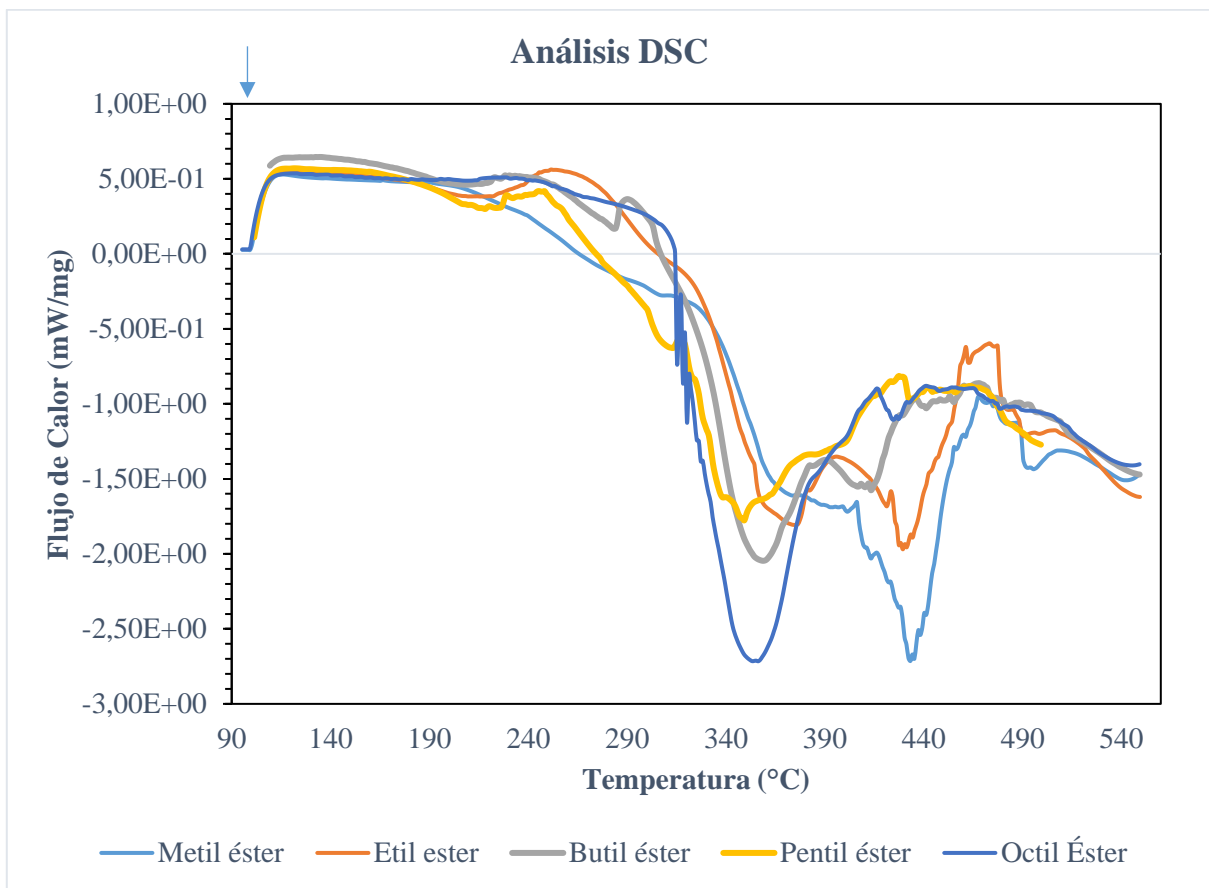
**Tabla 13.** Temperatura de inicio de oxidación (OOT).

<b>Código de Aceite</b>	<b>Temperatura OOT (°C)</b>
<b>EMM</b>	327.3
<b>EEM</b>	254.8
<b>EBM</b>	286.7
<b>EPM</b>	309.6
<b>EOM</b>	314.2
<b>SAE 5W40</b>	315.35

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

En la tabla 13, se puede observar que las bases lubricantes provenientes de alcoholes como el 1-octanol e isoamílico poseen valores de temperatura de inicio de oxidación no significantes a la del aceite lubricante comercial 5W40; las bases lubricantes provenientes de los alcoholes 1-butanol y etanol poseen valores inferiores a la temperatura de inicio de oxidación con respecto al aceite comercial 5W40, esto se debe a que la temperatura de inicio de oxidación disminuye con la longitud de la cadena del alcohol, es decir, si aumenta la longitud de la cadena del alcohol aumenta ligeramente la temperatura de inicio de oxidación. [35] En el anexo 8, se observa el análisis DSC del aceite SAE 5W40, obteniendo una temperatura de inicio de oxidación de 315.35°C.

La base lubricante proveniente del alcohol metanol, obtuvo una alta temperatura de oxidación, superando en sí a la temperatura del aceite comercial, esto se debe a la baja relación molar que se estableció en el diseño lo que no se formó gran cantidad de éster metílico y existe una porción de ácidos grasos sin esterificarse. Se puede notar que las bases lubricantes que se esterificaron con alcoholes de alto peso molecular, poseen una temperatura de inicio de oxidación similar al aceite comercial; destacándose las bases lubricantes provenientes de los alcoholes isoamílico y 1-octanol para ser consideradas bases lubricantes con una alta temperatura a la oxidación de 309,6°C y 314,2°C, respectivamente; además cabe recalcar que el aceite comercial posee aditivos que modifican las propiedades tanto fisicoquímicas como de estabilidad térmica y oxidativa, por lo que se recalca que las bases lubricantes de ésteres isopentílicos y octílicos son bases a tomarse en cuenta para formular aceites lubricantes para alguna aplicación tribológica que requiera una descomposición a partir de 300°C aproximadamente en adelante. [50]



**Figura 25.** Termogramas de OOT de las bases lubricantes.

En la figura 26, se observa los termogramas o curvas de DSC (calorimetría de barrido diferencial) agrupados de las bases lubricantes bajo una atmosfera de aire, donde se destaca que todas las bases tienden a una misma curva exotérmica, y se diferencian por el inicio del pico exotérmico a partir de 255°C hasta los 327°C aproximadamente; para cada base lubricante se obtuvo un pico exotérmico similar y se obtuvo el pico extrapolando una línea tangente dibujada en la base de la pendiente de la curva exotérmica, cabe destacar y recalcar que el informe muestra que el proceso exotérmico es hacia abajo, y se señala con una flecha azul y la palabra exotérmico (Anexo 8). El pico exotérmico muestra el resultado del proceso de combustión de las bases lubricantes, demostrándose que dichas bases reaccionaron con el oxígeno presente en la atmósfera de aire, para provocar reacciones químicas de oxidación, dando lugar a la formación de nuevos compuestos con peso molecular diferente; además los

picos exotérmicos son similares, debido a la composición de los ésteres en las bases lubricantes. [33], [38]

#### 4.9 Resultados del Rendimiento

Para determinar el rendimiento de las bases lubricantes sintetizadas a partir de aceite de ricino con los diferentes alcoholes y los diferentes tipos de calentamiento, se toma en cuenta la cantidad de masa de aceite de ricino empleado y la cantidad de producto purificado luego de los lavados. [43] En la tabla 14, se puede evidenciar el rendimiento para cada base lubricante con sus réplicas.

**Tabla 14.** Resultados de rendimiento de éster.

<b>Código</b>	<b>Temperatura de reacción (°C)</b>	<b>Relación molar (aceite vegetal/alcohol)</b>	<b>Cantidad de catalizador % en peso de ácido ricinoleico (%)</b>	<b>Peso de aceite de Ricino (g)</b>	<b>Peso de Producto Final Seco (g)</b>	<b>Rendimiento (%)</b>
<b>EMCR1</b>	90	1:2	1.25	215	155,98	72,55
<b>EMCR2</b>	90	1:2	1.25	215	157,82	73,40
<b>EMCR3</b>	90	1:2	1.25	215	158,12	73,54
<b>EMMR1</b>	90	1:2	1.25	40	30,15	75,38
<b>EMMR2</b>	90	1:2	1.25	40	30,45	76,13
<b>EMMR3</b>	90	1:2	1.25	40	30,33	75,83
<b>EECR1</b>	90	1:2	1.25	215	167,64	77,97
<b>EECR2</b>	90	1:2	1.25	215	168,93	78,57
<b>EECR3</b>	90	1:2	1.25	215	166,45	77,42
<b>EEMR1</b>	90	1:2	1.25	40	32,74	81,85
<b>EEMR2</b>	90	1:2	1.25	40	32,49	81,23

CONTINUACIÓN DE LA TABLA 21

<b>EEMR3</b>	90	12	1.25	40	33,16	82,90
<b>EBCR1</b>	90	1:2	1.25	215	200,19	93,11
<b>EBCR2</b>	90	1:2	1.25	215	201,56	93,75
<b>EBCR3</b>	90	1:2	1.25	215	201,04	93,51
<b>EBMR1</b>	90	1:2	1.25	40	38,16	95,40
<b>EBMR2</b>	90	1:2	1.25	40	37,9	94,75
<b>EBMR3</b>	90	1:2	1.25	40	38,04	95,10
<b>EPCR1</b>	90	12	1.25	215	207,18	96,36
<b>EPCR2</b>	90	1:2	1.25	215	206,45	96,02
<b>EPCR3</b>	90	1:2	1.25	215	207,09	96,32
<b>EPMR1</b>	90	1:2	1.25	40	38,58	96,45
<b>EPMR2</b>	90	1:2	1.25	40	38,72	96,80
<b>EPMR3</b>	90	1:2	1.25	40	38,44	96,10
<b>EOCR1</b>	90	1:2	1.25	215	206,37	95,99
<b>EOCR2</b>	90	1:2	1.25	215	204,22	94,99
<b>EOCR3</b>	90	1:2	1.25	215	205,61	95,63
<b>EOMR1</b>	90	1:2	1.25	40	38,49	96,23
<b>EOMR2</b>	90	1:2	1.25	40	38,41	96,03
<b>EOMR3</b>	90	1:2	1.25	40	38,53	96,33

**Dónde:**

**EMC** = Ésteres Metílicos C. Convencional.

**EMM** = Ésteres Etílicos C. Microondas

**EEC** = Ésteres Etílicos C. Convencional.

**EEM** = Ésteres Etílicos C. Microondas

**EBC** = Ésteres Butílicos C. Convencional.

**EBM** = Ésteres Butílicos C. Microondas

**EPC** = Ésteres Isopentílicos C. Convencional.

**EPM** = Ésteres Isopentílicos C. Microondas

**EOC** = Ésteres Octílicos C. Convencional.

**EOM** = Ésteres Octílicos C. Microondas

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

Se puede notar que los mayores rendimientos de las bases lubricantes se obtuvieron a partir del calentamiento por microondas. Esto quiere decir, que se obtuvo mayor peso de producto purificado ya que según los análisis de cromatografía muestran ésteres formados con los ácidos grasos del aceite de ricino y el tipo de alcohol; lo que demuestra que el calentamiento por microondas es mejor que el calentamiento convencional ya que se difiere por un menor tiempo y un mejor calentamiento interno que ayuda a la reacción y la obtención del producto.

Existe diferencia significativa en el rendimiento de las bases lubricantes sintetizadas con metanol y etanol con un nivel de confianza del 95%, debido a que son alcoholes de cadena corta y por tanto se puede perder una parte del volumen en la reacción, ya que poseen puntos bajos de ebullición. Por otro lado, las bases lubricantes sintetizadas con alcohol 1-butanol, isopentanol y 1-octanol, no poseen diferencia significativa debido a que sus alcoholes poseen alto puntos de ebullición y por ende no existe pérdida del reactivo, lo que provoca un mayor rendimiento. Además, se puede notar que existe una tendencia ascendente en cuanto a los rendimientos de las bases lubricantes sintetizadas con alcohol metanol hasta 1-octanol, lo que coincide con el incremento de la cadena del alcohol y su peso molecular. [51]

#### 4.10 Resultados del Análisis Estadístico ANOVA

Mediante el software SPSS, se determinó el análisis de varianza como se evidencia en la tabla 15. Los resultados recalcan que las bases lubricantes sintetizadas con diferentes alcoholes con diferentes maneras de calentamiento poseen una diferencia significativa debido al tipo de alcohol empleado en la reacción de síntesis de ésteres.

**Tabla 15.** Resultados de análisis ANOVA.

<b>Pruebas ANOVA</b>					
<b>Variable dependiente:</b>					
<b>Origen</b>	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
<b>Modelo corregido</b>	2545,723 <sup>a</sup>	9	282,858	1334,069	0,000
<b>Intersección</b>	233313,700	1	233313,700	1100397,907	0,000
<b>Alcohol</b>	2506,680	4	626,670	2955,618	0,000
<b>Calentamiento</b>	24,989	1	24,989	117,857	0,000
<b>Alcohol * Calentamiento</b>	14,055	4	3,514	16,572	0,000
<b>Error</b>	4,241	20	0,212		
<b>Total</b>	235863,664	30			
<b>Total corregido</b>	2549,963	29			

**a. R al cuadrado = 0,998 (R al cuadrado ajustada = 0,998)**

**Elaborado:** Álvarez, J (2021)

De acuerdo con el análisis Anova, se puede identificar que existe diferencias significativas entre los rendimientos, ya que los valores F cálculos son mayores al F tabulado de 7.71 y un valor -p menor a 0.05 bajo un nivel de confianza de 95%, demostrándose que existe significancia entre las variables y la interacción entre el tipo de alcohol y el tipo de calentamiento. Por lo tanto, se ha comprobado estadísticamente que la interacción es distinta, es decir, no se puede rechazar la hipótesis alternativa que dice que los rendimientos de la reacción de esterificación del aceite de ricino son diferentes para cada tipo de calentamiento y el tipo de alcohol.[48]

En otras palabras, el rendimiento de las bases lubricantes se ve afectado por el tipo de alcohol empleado y el tipo de calentamiento, además otro parámetro importante es el R cuadrado equivale a 0.998, demostrándose que el modelo explica el 99.8% de variabilidad de los datos.

#### **4.11 Prueba casera de aceite**

Para la prueba casera del aceite se tomó 80 mL de base lubricante del EPCR1, ya que se obtuvo un rendimiento de 96,36% y se tomó también 20 mL de aditivo para aceites comercial, denominado “Premium Oil Treatment” de procedencia americana, el cual es un componente o aditivo muy viscoso de color ámbar que se emplea para mejorar las propiedades de lubricación para motores de combustión interna, donde se mezcló hasta homogenizar la solución de aceite como se evidencia en la figura 27. Esta prueba no tuvo ningún fin investigativo, ya que se evaluó su operación durante un minuto asemejándose a condiciones de lubricación reales, para luego estudiarlo a futuro en motores de combustión interna.



**Figura 26.** Base Lubricante mezclado con aditivo.

Este aceite se colocó dentro de una podadora pequeña para probar su calidad de lubricación durante 1 minuto, la podadora posee un motor de combustión interna de dos tiempos que emplea cerca de 100 mL de aceite lubricante para mover sus piezas metálicas. El aceite casero formulado de forma aleatoria demostró buena lubricación, ya que no se escuchó ningún tipo de ruido molesto producido por el motor y generó poca cantidad de humo, demostrando ser un potencial aceite para emplearse a futuro, teniendo en cuenta que los aditivos deben ser solubles en ésteres y mejorar las propiedades de las bases lubricantes.



## 5 CAPÍTULO V

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1 Conclusiones

- Las propiedades fisicoquímicas más importantes de las bases lubricantes sintetizadas con aceite de ricino y diferentes tipos de alcohol, demuestran que son bases lubricantes livianas, ya que cumplen con los requisitos entre los intervalos de la norma NTE INEN 2029:2013, que son considerados idóneos para mezclarse con un aditivo y formar un aceite lubricante para uso automotor.
- Se determinó el perfil lipídico del aceite de ricino comercial mediante la técnica de cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC/MS), donde se obtuvo ácido ricinoleico, ricinoleato de metilo y ácido hexanoico mediante el análisis de sus espectros de masa.
- Se obtuvo diferentes bases lubricantes a partir del ácido ricinoleico con los diferentes alcoholes como: metanol, etanol, 1-butanol, 1-metilbutanol y 1-octanol, donde se observó diferencias significativas en las propiedades fisicoquímicas. Los cromatogramas de las distintas bases lubricantes demostraron diferencias entre los tiempos de retención, para cada tipo de éster procedente del tipo de alcohol, con diferencias en abundancia e isomería. El aumento de la cadena del éster modifica las propiedades física químicas y tribológicas de las bases lubricantes.
- Las bases lubricantes presentan buenas propiedades fisicoquímicas debido, a que la densidad relativa promedio de las mismas se encuentra entre un rango de 0.9413 a 0.9029, siendo inferiores a la densidad del aceite de origen. La viscosidad cinemática e índice de viscosidad de las bases lubricantes cumple con los requisitos de una base liviana, por lo que supera los parámetros del aceite lubricante comercial 5W40, lo que implica a que las bases lubricantes poseen una alta estabilidad térmica frente a cambios grandes de temperatura.

- EL punto de escurrimiento y el punto de inflamación son directamente proporcionales en cuanto al aumento de la cadena de carbonos de la base lubricante, lo que implica que posee unas buenas propiedades fisicoquímicas frente a cambios de temperatura altos y bajos. Todas las bases lubricantes se ubican dentro de la norma INEN 2029: 2013 como una base lubricante liviana.
- Se determinó la temperatura de inicio de oxidación de las bases lubricantes demostrando que la base del éster octílico fue superior en referencia a las demás, y su temperatura de inicio de oxidación es similar al del aceite mineral comercial 5W40, destacando que dicha base posee una buena estabilidad térmica bajo una atmósfera de aire, recalando que el aceite comercial posee aditivos que mejoran su estabilidad térmica.
- De acuerdo con el análisis Anova, existe diferencias significativas en los rendimientos de las bases lubricantes sintetizadas en base al tipo de alcohol y el tipo de calentamiento.

## 5.2 Recomendaciones

- En la reacción de esterificación se recomienda al momento de purificar las bases lubricantes y retirar el catalizador con agua caliente, de no emplear agua con una temperatura superior al punto de ebullición de los alcoholes empleados, ya que al ser una reacción reversible se puede formar nuevamente ácido grasos y alcohol.
- Efectuar una investigación innovadora para obtener un aceite lubricante, conformado por diferentes porcentajes de las bases lubricantes sintetizadas con diferentes alcoholes y aditivos convencionales, para formular un aceite lubricante con buenas propiedades fisicoquímicas y tribológicas para el uso en un automotor.
- Considerar una investigación alternativa para obtener diésteres y triésteres a partir del aceite de ricino con diferentes alcoholes que se llevan a cabo mediante reacciones de epoxidación y esterificación, ya que se puede aprovechar el enlace insaturado del ácido ricinoleico y el grupo hidroxilo, para reemplazar por grupos funcionales ramificados y aromáticos que mejoraran las propiedades fisicoquímicas para ser consideradas una base lubricante de alto rendimiento.

## Referencias Bibliográficas

- [1] J. E. H. Arthur J. Caines, Roger F. Haycock, *Automotive Lubricants Reference Book*. Warrendale, Estado Unidos, 2004.
- [2] E. E. Origlia, S. G. Casuscelli, and A. L. Cánepa, “Síntesis de arcilla pilareada con titanio (Ti-PILC) y transesterificación de aceite de ricino,” *AJEA*, no. 5, Oct. 2020, doi: 10.33414/AJEA.5.773.2020.
- [3] R. M. Mortier, M. F. Fox, and S. T. Orszulik, *Chemistry and technology of lubricants: Third edition*. Springer Netherlands, 2010.
- [4] A. Campanella, E. Rustoy, A. Baldessari, and M. A. Baltanás, “Lubricants from chemically modified vegetable oils,” *Bioresour. Technol.*, vol. 101, no. 1, pp. 245–254, Jan. 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2009.08.035.
- [5] A. Rochmat, A. Dudayev Alfaruqi, Saefuri, Suaedah, and M. Nurtanto, “Synthesis Biolubricant By Esterification Of Castor Oil (*Jatropha Curcas* L-Oil) With Chlorate Acid Catalyst,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1573, no. 1, p. 012004, Jul. 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1573/1/012004.
- [6] A. Mishra, D. D. Singh, and G. I. Devnani, “ynthesis of environmental friendly biolubricant : a novel approach,” *Int. J. Latest Trends Eng. Technol.*, vol. Volume 6, no. Issue 3, pp. 536–541, 2016, Accessed: Feb. 07, 2020. [Online]. Available: [https://www.ijltet.org/journal\\_details.php?id=898&j\\_id=2899](https://www.ijltet.org/journal_details.php?id=898&j_id=2899).
- [7] J. Marcela and A. Pastrano, “OBTENCIÓN Y USO DEL ACEITE DE PIÑÓN (*Jatropha Curcas*) PARA ELABORACIÓN DE BODIESEL,” Quito : EPN, 2014., 2014.
- [8] K. V. Fernandes, A. Papadaki, J. A. C. da Silva, R. Fernandez-Lafuente, A. A. Koutinas, and D. M. G. Freire, “Enzymatic esterification of palm fatty-acid distillate for the production of polyol esters with biolubricant properties,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 116, pp. 90–96, Jun. 2018, doi: 10.1016/J.INDCROP.2018.02.058.

- [9] S. Samidin, N. Salih, and J. Salimon, "Synthesis and Characterization of Trimethylolpropane Based Esters as Green Biolubricant Basestock," vol. 11, no. 5, pp. 13638–13651, 2021, doi: 10.33263/BRIAC115.1363813651.
- [10] D. P. Alvarez Bayas, "Estudio para la producción de un detergente biodegradable para uso general a partir de aceite de ricino (*Ricinus Communis*)," Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE Extensión Latacunga. Carrera de Ingeniería en Petroquímica., 2019.
- [11] P. Anastas and N. Eghbali, *Green chemistry: Principles and practice*, vol. 39, no. 1. Royal Society of Chemistry, 2010.
- [12] M. Castro Rodríguez, I. Rodríguez García, R. N. Rodríguez Maecker, L. Pozo Morales, J. E. Oltra, and A. Rosales Martínez, "Cp<sub>2</sub>TiCl: An Ideal Reagent for Green Chemistry?," *Org. Process Res. Dev.*, vol. 21, no. 7, pp. 911–923, Jul. 2017, doi: 10.1021/ACS.OPRD.7B00098.
- [13] M. M. K. Bhuiya, M. G. Rasul, M. M. K. Khan, N. Ashwath, and A. K. Azad, "Prospects of 2nd generation biodiesel as a sustainable fuel—Part: 1 selection of feedstocks, oil extraction techniques and conversion technologies," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 55, pp. 1109–1128, Mar. 2016, doi: 10.1016/J.RSER.2015.04.163.
- [14] A. Behr and T. Seidensticker, "The Raw Materials of Oleochemistry - Oil Plants," *Chem. Renewables*, pp. 17–35, 2020, doi: 10.1007/978-3-662-61430-3\_2.
- [15] J. Salimon, N. Salih, and E. Yousif, "Synthesis and Characterization of Esters Derived from Ricinoleic Acid and Evaluation of their Low Temperature Property," *Sains Malaysiana*, vol. 41, no. 10, pp. 1239–1244, 2012, Accessed: Dec. 16, 2021. [Online]. Available: [http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig\\_q=RN:46134875](http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:46134875).
- [16] E. B. Mubofu, "Castor oil as a potential renewable resource for the production of functional materials," *Sustain. Chem. Process.*, vol. 4, no. 1, p. 11, Dec. 2016, doi: 10.1186/s40508-016-0055-8.
- [17] N. P. Chauke, H. E. Mukaya, and D. B. Nkazi, "Chemical modifications of castor oil:

- A review,” *Sci. Prog.*, vol. 102, no. 3, pp. 199–217, Sep. 2019, doi: 10.1177/0036850419859118.
- [18] G. M. Castellano Estornell, C. C. Fagoaga García, I. Sarrión Sos, M. J. Vega Bello, and E. Burguete Miguel, “Descubrimientos científicos y su contexto filosófico y social. Fomento de la cultura científica en diferentes Grados desde una perspectiva multidisciplinar,” 2018, Accessed: Dec. 17, 2021. [Online]. Available: <https://riucv.ucv.es/handle/20.500.12466/634>.
- [19] A. Furuta, T. Fukuyama, and I. Ryu, “Efficient Flow Fischer Esterification of Carboxylic Acids with Alcohols Using Sulfonic Acid-Functionalized Silica as Supported Catalyst,” <http://dx.doi.org/10.1246/bcsj.20170025>, vol. 90, no. 5, pp. 607–612, Apr. 2017, doi: 10.1246/BCSJ.20170025.
- [20] A. Özgülsün, F. Karaosmanoglu, and M. Tüter, “Esterification reaction of oleic acid with a fusel oil fraction for production of lubricating oil,” *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 77, no. 1, pp. 105–109, Jan. 2000, doi: 10.1007/s11746-000-0017-5.
- [21] L. Mei Soon, “SYNTHESIS OF BIO-LUBRICANT THROUGH THE ESTERIFICATION OF OLEIC ACID AND TRIMETHYLOLPROPANE CATALYSED BY SULFATED TIN (II) OXIDE,” Malaysia University, 2014.
- [22] Mishra, A., D. Singh, and L. Devnani, “Synthesis of Environmental Friendly Biolubricant: A Novel Approach,” *International Journal of Latest Trends in Engineering and Technology*, 2016. [https://www.ijltet.org/journal\\_details.php?id=898&j\\_id=2899](https://www.ijltet.org/journal_details.php?id=898&j_id=2899) (accessed Feb. 07, 2020).
- [23] Angurell Inmaculada *et al.*, “Quiénes somos | Técnicas y operaciones avanzadas en el laboratorio químico (TALQ),” Apr. 25, 2014. <http://www.ub.edu/talq/es/node/266> (accessed Dec. 17, 2021).
- [24] G. M. Hincapié, S. Valange, J. Barrault, J. A. Moreno, and D. P. López, “Effect of microwave-assisted system on transesterification of castor oil with ethanol,” *Univ.*

- Sci.*, vol. 19, no. 3, pp. 193–200, 2014, doi: 10.11144/JAVERIANA.SC19-3.EMAS.
- [25] J. E. H. Arthur J. Caines, Roger F. Haycock, *Automotive Lubricants*. 2004.
- [26] A. Sanz Tejedor, “Química Orgánica Industrial,” 2014. <https://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-13.php> (accessed Feb. 16, 2020).
- [27] C. J. Reeves, P. L. Menezes, M. R. Lovell, and T.-C. Jen, “Engineering and Technology of Environmentally Friendly Lubricants,” *undefined*, pp. 233–271, Aug. 2016, doi: 10.1201/9781315373256-14.
- [28] S. Soni and M. Agarwal, “Lubricants from renewable energy sources – a review,” *Green Chem. Lett. Rev.*, vol. 7, no. 4, pp. 359–382, Oct. 2014, doi: 10.1080/17518253.2014.959565.
- [29] Rudnick Leslie, *Synthetics, Mineral Oils, and Bio-Based Lubricants: Chemistry and Technology - Google Libros*, Third Edit. New York: CRC Press, 2013.
- [30] N. Nemestóthy, L. Gubicza, E. Fehér, and K. Bélafi-Bakó, “Biotechnological Utilisation of Fusel Oil, A Food Industry By-Product (A Kinetic Model on Enzymatic Esterification of i-Amyl Alcohol and Oleic Acid by Candida antarctica Lipase B),” *Food Ind. Process. - Methods Equip.*, vol. 1, pp. 44–50, Feb. 2008, Accessed: Dec. 19, 2021. [Online]. Available: <https://hrcak.srce.hr/file/34893>.
- [31] INEN-2029, “NTE INEN 2029: Derivados del petróleo: Bases lubricantes para uso automotor. Requisitos,” 2010.
- [32] Stepina Václav and Vesely Václav, *Lubricants and Special Fluids*, vol. Vol. 23. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1992.
- [33] D. A. Skoog, J. F. Holler, and S. R. Crouch, *Principios De Análisis Instrumental*, Sexta Ed. México D.F.: Cengage Learning, 2008.
- [34] G. Mendoza, A. Igartua, B. Fernandez-Diaz, F. Urquiola, S. Vivanco, and R. Arguizoniz, “Vegetable oils as hydraulic fluids for agricultural applications,” *Grasas y Aceites*, vol. 62, no. 1, pp. 29–38, Mar. 2011, doi: 10.3989/GYA.056210.

- [35] S. R. Yasa, S. Cheguru, S. Krishnasamy, P. V. Korlipara, A. K. Rajak, and V. Penumarthy, "Synthesis of 10-undecenoic acid based C22-dimer acid esters and their evaluation as potential lubricant basestocks," *Ind. Crops Prod.*, vol. 103, pp. 141–151, Sep. 2017, doi: 10.1016/J.INDCROP.2017.04.005.
- [36] S. Arumugam, P. Chengareddy, and G. Sriram, "Synthesis, characterisation and tribological investigation of vegetable oil-based pentaerythryl ester as biodegradable compressor oil," *Ind. Crops Prod.*, vol. 123, pp. 617–628, Nov. 2018, doi: 10.1016/J.INDCROP.2018.07.039.
- [37] D. R. Moreira *et al.*, "Moringa polyesters as eco-friendly lubricants and its blends with naphthalenic lubricant," *Ind. Crops Prod.*, vol. 158, p. 112937, Dec. 2020, doi: 10.1016/J.INDCROP.2020.112937.
- [38] N. Yamaki, K. Shiota, Y. ichiro Izato, D. K. Hoang, and A. Miyake, "Thermal hazard analysis of a biomass pretreatment process using ionic liquids," *J. Therm. Anal. Calorim. 2019 1384*, vol. 138, no. 4, pp. 2945–2953, Jun. 2019, doi: 10.1007/S10973-019-08412-4.
- [39] D. Kumar Mamidala, "Clarus™ 600 C GC-MS Analysis and Identification of Fatty Acid Methyl Ester Composition in Different Vegetable Oil (Biodiesel) Source Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry Preparation of biodiesel," *Experimental Notes*. Perkin Elmer, Hyderabad, India, p. 2, 2012, Accessed: Dec. 22, 2021. [Online]. Available: [https://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/April - Petrochemical - Analysis and Identification of Fatty Acid Methyl Ester Composition in Different Vegetable Oil \(Biodiesel\) Source Using GCMS.pdf](https://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/April - Petrochemical - Analysis and Identification of Fatty Acid Methyl Ester Composition in Different Vegetable Oil (Biodiesel) Source Using GCMS.pdf).
- [40] A. Padron Moreno, "Obtención de ácidos grasos a partir de aceite de coco, soya y canola mediante hidrólisis ácida.," Instituto Politécnico Nacional, 2015.
- [41] B. Carrillo and M. Mosquera, "Evaluación de la extracción de ácidos grasos a partir de cabezas de sardina (*Opisthonema libertate*) subproducto de la industria pesquera," *Enfoque UTE*, vol. 8, no. 4, pp. 68–85, Sep. 2017, doi: 10.29019/ENFOQUEUTE.V8N4.173.



- [42] D. C. Montgomery, *Diseño y análisis de experimentos*, Segunda Ed. México, D.F.: Limusa Wiley, 2002.
- [43] V. E. Efeovbokhan, A. A. Ayoola, P. A. L. Anawe, and O. Oteri, “The Effects of Trans-Esterification of Castor Seed Oil Using Ethanol, Methanol and their Blends on the Properties and Yields of Biodiesel,” 2012.
- [44] G. H. Choi *et al.*, “Quantitative analyses of ricinoleic acid and ricinine in *Ricinus communis* extracts and its biopesticides,” *J Appl Biol Chem*, no. 2, pp. 165–169, 2016, doi: 10.3839/jabc.2016.030.
- [45] M. F. Jamil *et al.*, “Transesterification of Mixture of Castor Oil and Sunflower Oil in Millichannel Reactor: FAME Yield and Flow Behaviour,” *Procedia Eng.*, vol. 148, pp. 378–384, Jan. 2016, doi: 10.1016/J.PROENG.2016.06.487.
- [46] X. E. Castells, “Tipología de los residuos en orden a su reciclaje: Reciclaje de residuos,” in *Monografías*, Madrid: Díaz de Santos, 2012, pp. 225–226.
- [47] J. M. Encinar, S. Nogales-Delgado, N. Sánchez, and J. F. González, “Biolubricants from Rapeseed and Castor Oil Transesterification by Using Titanium Isopropoxide as a Catalyst: Production and Characterization,” *Catal. 2020, Vol. 10, Page 366*, vol. 10, no. 4, p. 366, Mar. 2020, doi: 10.3390/CATAL10040366.
- [48] J. K. Rodríguez-Guerrero, M. F. Rubens, and P. T. V. Rosa, “Production of biodiesel from castor oil using sub and supercritical ethanol: Effect of sodium hydroxide on the ethyl ester production,” *J. Supercrit. Fluids*, vol. 83, pp. 124–132, Nov. 2013, doi: 10.1016/J.SUPFLU.2013.08.016.
- [49] A. F. A. Rasid, T. I. Mohamad, M. J. Ghazali, and W. M. F. W. Mahmood, “Effects of Lubricant Temperature in a Motorized Engine,” *World Appl. Sci. J.*, vol. 20, no. 7, pp. 927–930, 2012, doi: 10.5829/idosi.wasj.2012.20.07.2737.
- [50] J. C. O. Santos, I. M. G. Santos, and A. G. Souza, “Thermal degradation of synthetic lubricating oils: Part III – TG and DSC studies,” <http://dx.doi.org/10.1080/10916466.2016.1269127>, vol. 35, no. 6, pp. 540–546, Mar.

2017, doi: 10.1080/10916466.2016.1269127.

- [51] G. M. Hincapié, S. Valange, J. Barrault, J. A. Moreno, and D. P. López, “Effect of microwave-assisted system on transesterification of castor oil with ethanol,” *Univ. Sci.*, vol. 19, no. 3, pp. 193–200, 2014, doi: 10.11144/JAVERIANA.SC19-3.EMAS.

## Anexos

### Anexo 1. Norma INEN 2029, requisitos establecidos.

ESPECIFICACION	UNIDAD	LIVIANA		MEDIA		PESADA		CILINDRO PARAFINICO		MÉTODO DE ENSAYO
		MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MIN	MÁX	
Viscosidad cinemática a 100°C.	cSt	2	6,1	>6,1	21,1	>21,1	40,1	>40,1	55	NTE INEN 810
Índice de viscosidad		92	--	95	--	95	--	70	--	ASTM D 2270
Punto de inflamación	°C	185	--	210	--	250	--	250	--	NTE INEN 808
Punto de escurrimiento	°C	--	-12	-8		-8		-3		NTE INEN 1982
Color ASTM			2	3,5		6,5	--	--		ASTM D 1500
Acidez total	mg KOH		0,06	0,06		0,06		0,1		ASTM D 974
Contenido de cenizas	% m/m		0,1	0,1		0,1		0,1		ASTM D 482
Contenido de agua	% V		0,01	0,01		0,01		0,01		ASTM D 95
Policíclicos Aromáticos	% P		3	3		3		3		IP 346

Anexo 2. Condiciones de GC-MS para determinar el contenido de ácidos grasos en el aceite de ricino y las bases lubricantes.

<b>Parámetro</b>	<b>Condición</b>
<b>Gas Portador</b>	Helio; caudal 1.5 mL.
<b>Temperatura del Horno</b>	120°C - 300°C a 10°C/min
<b>Temperatura de inyector o detector</b>	250°C
<b>Relación de división</b>	1:10
<b>Volumen de muestras</b>	100 µL de muestra preparada de 1.0 mL de aceite de ricino en 2 mL de metóxido de potasio 1M, disuelto en 1,5 mL de cloroformo.
<b>Espectrómetro de masas</b>	Retraso de disolvente de 4.5 min.
<b>Método de integración</b>	Desde 4.5 min hasta 15 min.
<b>Volumen de inyección</b>	1 µL

Anexo 3. Informe de resultados de cromatografía de gases. Contenido promedio de ácidos grasos en el aceite de ricino.



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
 DEPARTAMENTO DE PETRÓLEOS, ENERGÍA Y CONTAMINACIÓN



**INFORME DE RESULTADOS  
 CROMATOGRAFÍA**

Informe N° 21-084.1  
 Fecha 2021-05-05

**Referencia:** 21-084  
**Empresa:** PARTICULAR  
**Atención:** Sr. Jonathan André Álvarez Chacón  
**Dirección:** Latacunga – Cda. El Carmen  
**Tipo de ensayos:** Análisis fisicoquímicos  
**Tipo de muestra:** ACEITE DE RISINO  
**Identificación de la muestra:** ACEITE DE RISINO  
**Descripción de la muestra:** Muestra en envase plástico con tapa rosca  
**Fecha de ingreso de muestra:** 2021-04-21  
**Código de la muestra:** 21-084.1  
**Fecha de realización de ensayos:** 2021-05-03  
**Método de Ensayo:** Cromatografía GC-MS

ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO*				
Número de componente	Tiempo de retención (minutos)	Composición %	Nombre del componente	Probabilidad, %
1	34,598	77,022	ácido ricinoleico	3,33
2	36,117	6,803	16-oxapentaciclo (13.2.2.0(1,13).0(2,10).0(5,9) nonadec-6-eno-6-acetiloxi-15-etoxi-5,14,14-trimetil	5,66
3	37,114	3,153	12-hidroxi-, metil ester [R-(Z)]- 9-ácido octadecenoico	4,56
4	39,266	13,022	1-(hidroximetil)-1,2 etanodilo ester, ácido hexadecanoico	4,68

**Nota:** Los ensayos marcados con (\*) no están incluidos en el alcance de acreditación del SAE  
**Nota:** Los resultados que constan en el presente informe sólo están relacionados con la muestra entregada por el cliente al DPEC.  
**Condiciones Ambientales.** - Presión 544,1 a 546,1 mm Hg; Temperatura: 16,5 a 17,0 °C

AN: FTL  
 Realizado por: DRA

Revisado por:

Aprobado por:

  
 Ing. Fernanda Toasa L.  
 RESPONSABLE TÉCNICO

  
 Ing. Ghem Carvajal C.  
 DIRECTOR DEL LAB. DEL DPEC



ADVERTENCIA: EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL. EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR DOCUMENTOS FOTOCOPIADOS.

Dirección: Enrique Ritter s/n y Bolivia

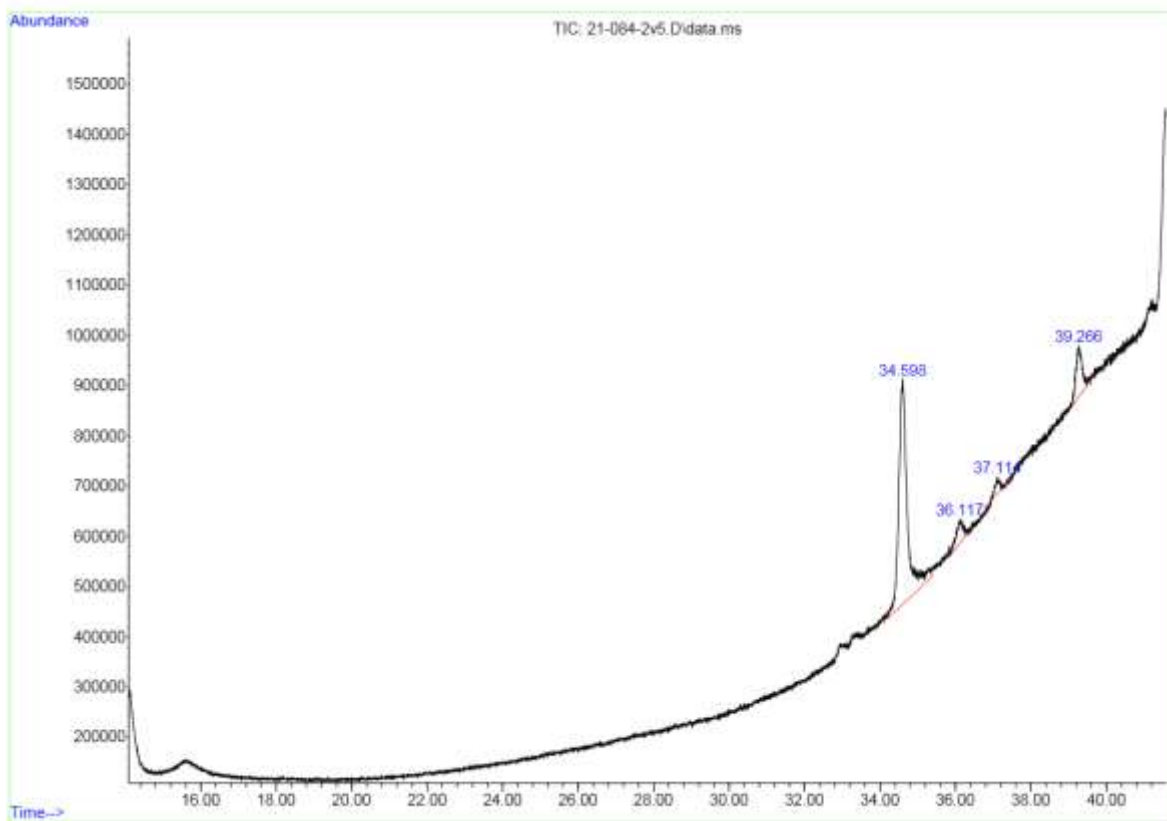
Teléfono: 2904794 / 2544631 ext. 26  
 QUITO - ECUADOR

E-mail: [fg.secretaria.dpec@uce.edu.ec](mailto:fg.secretaria.dpec@uce.edu.ec)

MC2201-P05-2

Hoja 1 de 1

Anexo 4. Informe de resultados de cromatografía de gases. Contenido promedio de ácidos grasos en el aceite de ricino.



Anexo 5. Tabla de valores de L y H para determinar el índice de viscosidad.

Kinematic Viscosity at 100°C, mm <sup>2</sup> /s (cSt)	<i>L</i>	<i>H</i>
2.00	7.994	6.394
2.10	8.640	6.894
2.20	9.309	7.410
2.30	10.00	7.944
2.40	10.71	8.496
2.50	11.45	9.063
2.60	12.21	9.647
2.70	13.00	10.25
2.80	13.80	10.87
2.90	14.63	11.50
3.00	15.49	12.15
3.10	16.36	12.82
3.20	17.26	13.51
3.30	18.18	14.21
3.40	19.12	14.93

Anexo 6. Resultados de las Densidades relativas de las bases lubricantes a 25°C.

Muestra	Densidad Relativa		Densidad Relativa Promedio
	R1	R2	
<b>EMCR1</b>	0,9416	0,9410	0,9413
<b>EMCR2</b>	0,9413	0,9414	0,9414
<b>EMCR3</b>	0,9415	0,9412	0,9413
<b>EMMR1</b>	0,9414	0,9423	0,9418
<b>EMMR2</b>	0,9416	0,9425	0,9421
<b>EMMR3</b>	0,9417	0,9421	0,9419
<b>EECR1</b>	0,9198	0,9201	0,9200
<b>EECR2</b>	0,9218	0,9191	0,9204
<b>EECR3</b>	0,9200	0,9204	0,9202
<b>EEMR1</b>	0,9240	0,9237	0,9239
<b>EEMR2</b>	0,9233	0,9242	0,9238
<b>EEMR3</b>	0,9235	0,9237	0,9236
<b>EBCR1</b>	0,9178	0,9182	0,9180
<b>EBCR2</b>	0,9174	0,9176	0,9175
<b>EBCR3</b>	0,9176	0,9175	0,9176
<b>EBMR1</b>	0,9175	0,9166	0,9170
<b>EBMR2</b>	0,9170	0,9168	0,9169
<b>EBMR3</b>	0,9171	0,9170	0,9171
<b>EPCR1</b>	0,9161	0,9164	0,9162
<b>EPCR2</b>	0,9165	0,9154	0,9159
<b>EPCR3</b>	0,9162	0,9158	0,9160
<b>EPMR1</b>	0,9248	0,9255	0,9251
<b>EPMR2</b>	0,9243	0,9257	0,9250
<b>EPMR3</b>	0,9240	0,9252	0,9246
<b>EOCR1</b>	0,9027	0,9032	0,9029
<b>EOCR2</b>	0,9023	0,9033	0,9028
<b>EOCR3</b>	0,9026	0,9035	0,9031
<b>EOMR1</b>	0,9014	0,9025	0,9019
<b>EOMR2</b>	0,9019	0,9032	0,9026
<b>EOMR3</b>	0,9023	0,9018	0,9020



Anexo 7. Certificado de Calibración del Viscosímetro

**CANNON**  
INSTRUMENT COMPANY

2130 High Tech Road  
State College, PA 16803  
814-353-8000 • 800-676-6212 • Fax 814-353-8007  
cannon@instrumentcompany.com  
www.cannoninstrument.com

### Certificate of Calibration

CANNON-FENSKE OPAQUE VISCOMETER				
Size 100		Serial Number 798B		
Temperature	Constant mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> , (cSt/s)		Expanded Uncertainty* (k=2)	Kinematic Viscosity Range
°C	C	J	%	mm <sup>2</sup> /s, (cSt)
40	0.01423	0.01115	0.22	J - 18
100	0.01432	0.01123		

\* In agreement with the Calibration and Measurement Capabilities of National Metrology Institutes, the expanded uncertainty is relative to the viscosity of water, and therefore the accuracy of the viscosity of water (ISO/IEC 17025:2005, 0.17%) is not taken into account.

#### CALIBRATION DATA AT 40°C

Viscosity Standard	Kinematic Viscosity mm <sup>2</sup> /s, (cSt)	Efflux Time, Seconds		Constant, mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> , (cSt/s)	
		C	J	C	J
13	3.845	270.31	345.32	0.01422	0.01113
16	6.965	489.04	624.04	0.01424	0.01116
Average =				0.01423	0.01115

#### ADDITIONAL INFORMATION

Ambient Temperature (approximate): 22 °C

C <sub>0</sub> = 0.01421	C <sub>0</sub> = 0.01112
B = 107 × 10 <sup>-6</sup> /°C	B = 123 × 10 <sup>-6</sup> /°C
16.1 cm	11.9 cm
2.6 cm	2.8 cm

Charge (approximate): 12.2 ml

Driving fluid head (approximate):

Working diameter of upper reservoir:

Kinematic viscosities of the standards used in calibrating were established in Master Viscometers as described in Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 16,708(1944), ASTM D 2162, and the Journal of Research of the National Bureau of Standards, Vol. 52, No. 3, March 1954, Research Paper 2479.

Kinematic viscosities are traceable to the viscosity of water, ISO 3666, at 20°C (ITS-90). Temperature measurements are traceable to NIST fixed-point calibrations of SPRTs.

The gravitational constant, g, is 980.1 cm/sec<sup>2</sup> at the Cannon Instrument Company. The gravitational constant varies up to 0.1% in the United States. To make this small correction in the viscometer constant, multiply the above viscometer constant by the factor [g (at your laboratory) / 980.1].

Calibrated by: DLH on 4/10/2015  
Issue Date: 4/10/2015

under supervision of

D. T. Fritchbridge Ph.D. J. T. Mastropasqua M. T. Zuber	Laboratory Technical Director Deputy Laboratory Technical Director Director of Quality Assurance
---	--

ASQ Lab Cert #1352 97  
The accuracy of the ASQ logo data and  
these certification numbers of this standard  
certified as stated.

ISO 9001 Registered by  
US #1002840 GM

Page 1 of 2

Anexo 8. Informe de DSC de las bases lubricantes M1.



**UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**DEPARTAMENTO DE PETRÓLEOS, ENERGÍA Y CONTAMINACIÓN**



**INFORME DE RESULTADOS**  
**ÁREA DE PETRÓLEOS**

Informe N°: 21-309.1  
 Fecha de emisión: 2021-12-23

**Cliente:** JONATHAN ANDRÉ ÁLVAREZ CHACÓN  
**Contacto:** Sr. Jonathan Álvarez  
**Dirección:** Latacunga, Cda. El Carmen  
**Teléfono:** 0992893609 **Correo-e:** [jonathanaalvarezandne@gmail.com](mailto:jonathanaalvarezandne@gmail.com)  
**Tipo de muestra:** ESTÉRES  
**Descripción de la muestra:** ETIL ESTER M1  
**Condiciones de la Muestra:** Sin descripción específica  
**Fecha de ingreso de muestra:** 2021-12-13  
**Código de la muestra:** 21-309.1  
**Fecha de realización de ensayos:** 2021-12-15  
**Lugar donde se realizaron los ensayos:** Laboratorio DPEC – Área de Investigación

DETERMINACIÓN	UNIDAD	MÉTODO / TÉCNICA	RESULTADO
ANÁLISIS DSC (Temperatura ambiente hasta 550°C)*	-	MÉTODO INTERNO	Reporte adjunto

**Nota:** Los ensayos marcados con (\*) no están incluidos en el alcance de acreditación del SAE.

**Nota:** Los resultados que constan en el presente informe solo están relacionados con la muestra entregada por el cliente al DPEC.

**Nota:** Los resultados se aplican a la muestra, tal y como se recibió

**Observaciones:** Se han identificado los puntos de inicio de la oxidación (denominado comienzo en las gráficas). Además, área de la oxidación completa, picos de temperatura y delta Cp.

**Condiciones Ambientales.- Presión:** 545,9 %, **Temperatura:** 16,9 °C

\* Información proporcionada por el cliente, el Laboratorio DPEC no se responsabiliza por esta información

º La observación corresponde a adiciones, desviaciones, exclusiones del método.

Analistas: FTL  
 Elaborado por: VRT

Revisado por:

Ing. Richard Herrera V.  
 RESPONSABLE TÉCNICO



Aprobado por:

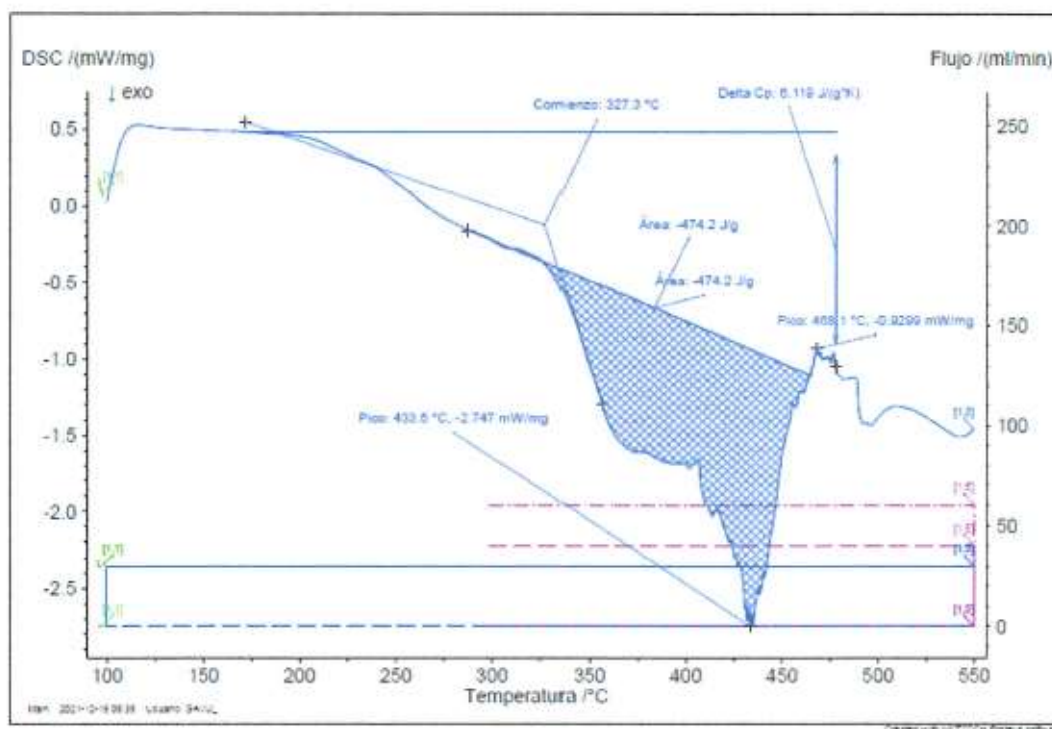
Ing. Fernanda Toasa L.  
 RESPONSABLE DE CALIDAD

**ADVERTENCIA:** EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL DEL INFORME COMPLETO O SOLICITAR UNA COPIA CONTROLADA DEL MISMO.  
 EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR LA REPRODUCCIÓN PARCIAL O TOTAL DE ESTE INFORME



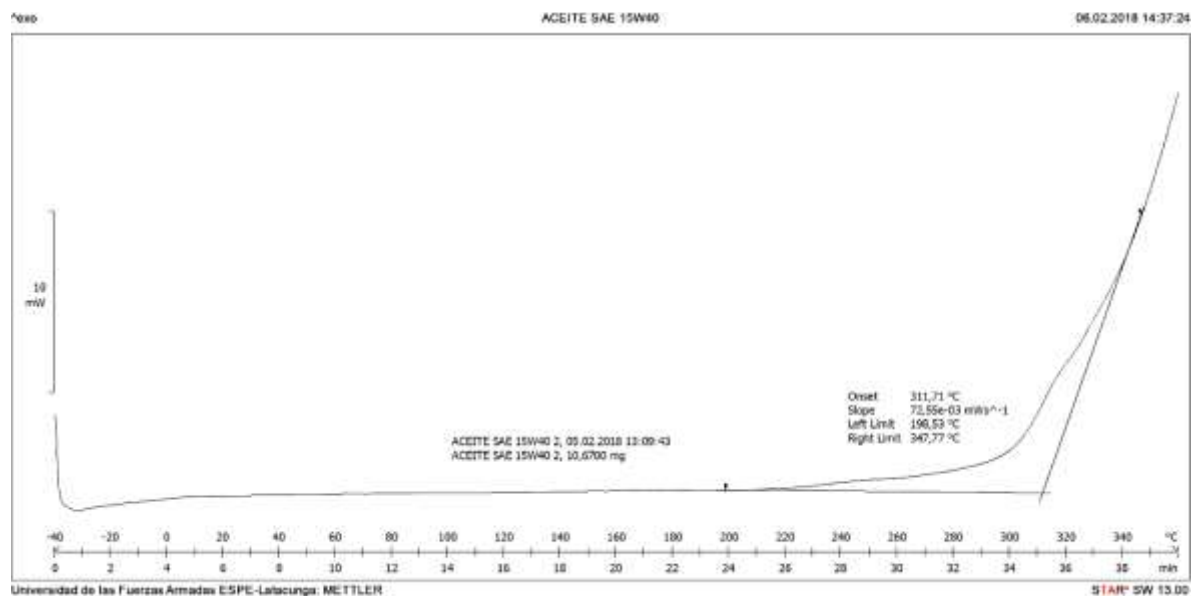
INFORME DE RESULTADOS  
PETRÓLEOS

ANEXO I  
GRÁFICA DSC 21-309.1



**ADVERTENCIA:** EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL DEL INFORME COMPLETO O SOLICITAR UNA COPIA CONTROLADA DEL MISMO.  
EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR LA REPRODUCCIÓN PARCIAL O TOTAL DE ESTE INFORME

# DSC del Aceite comercial 5W40



Anexo 9. Carta de resultados deficientes de los cromatogramas de la Escuela Politécnica Nacional.



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



Quito, 10 de febrero de 2022

## CERTIFICACIÓN

Yo, PhD. SEBASTIAN TACO VÁSQUEZ; en mi calidad de Jefe del laboratorio de Termodinámica del Departamento de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional me permito CERTIFICAR, que el Ing. **Jonathan André Alvarez Chacón** con C.C. **050292315-4**, egresado del Programa de Maestría en Química, mención Química – Física, cohorte marzo 2019, de la Facultad en Sistemas, Electrónica e Industrial de la Universidad Técnica de Ambato; desarrolló los análisis de cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS); resultados que son necesarios para culminar con su proyecto de titulación "**SÍNTESIS DE ÉSTERES USANDO COMO FUENTE ALTERNA DE ENERGÍA MICROONDAS PARA SU POSIBLE USO COMO LUBRICANTE**", los mismos que fueron entregados conjuntamente con su respectivo informe.

Es todo en cuanto puedo mencionar en honor a la verdad.

SEBASTIAN  
ANIBAL TACO  
VASQUEZ

Digitally signed by  
SEBASTIAN ANIBAL TACO  
VASQUEZ  
Date: 2022.02.10 01:22:49  
-05'00'

PhD. SEBASTIÁN TACO VÁSQUEZ  
JEFE DEL LABORATORIO DE TERMODINÁMICA  
JEFE DEL DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA