

Obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* a partir de semillas de *Jatropha curcas* L.

Biodiesel production by *in situ* transesterification of *Jatropha Curcas* L. seeds

Edward Enrique Gómez-Delgado ^{1a}, Debora Nabarlatz ^{2a}, Fredy Augusto Avellaneda-Vargas ^{2b}

¹ Universidad de Buenos Aires, Argentina. Correo electrónico: ^a edwgd@di.fcen.uba.ar

² Universidad Industrial de Santander, Colombia. Correos electrónicos: ^a dnabarla@uis.edu.co,

^b favellan@saber.uis.edu.co. Orcid: ^a [0000-0001-9075-4081](https://orcid.org/0000-0001-9075-4081)

Recibido: 21 octubre, 2021. Aceptado: 30 diciembre, 2021. Versión final: 17 febrero, 2022.

Resumen

Una desventaja del uso de biodiésel es su precio, debido a los altos costos de la materia prima y al acondicionamiento del aceite requerido para obtenerlo por medio de una transesterificación tradicional, lo que le impide alcanzar precios más accesibles y dificulta su competitividad con el diésel de petróleo. Por esta razón, se investigó una alternativa para la obtención de biodiésel mediante transesterificación *in situ* o extracción reactiva (ER) a partir de semillas de *Jatropha curcas* L. Con esta alternativa en auge, que no compite con el mercado alimenticio, se busca reducir etapas en el proceso de producción y así disminuir costos de operación respecto al método y aceites convencionales. Se determinó la influencia de la temperatura, concentración másica de catalizador (g NaOH/g aceite) y relación molar metanol:aceite, con el fin de maximizar el rendimiento y la concentración de FAME del biodiésel obtenido, mediante un diseño experimental central compuesto (DCC) con método de superficie de respuesta. Se encontró que las condiciones más apropiadas para la obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* fueron una temperatura de reacción de 44 °C, con una concentración másica de catalizador respecto al aceite de 1,2 g NaOH/100 g aceite y una relación molar metanol:aceite de 135:1, con presencia de hexano, manteniendo constantes la velocidad de agitación (635 rpm) y el tiempo de reacción (3 h). En estas condiciones, se alcanza un rendimiento de 71,99 % p/p (g biodiésel/g aceite) y un contenido de FAME del 90,36 % p/p (g FAME/g biodiésel). Los resultados de este estudio establecen las bases para una alternativa al proceso tradicional que no necesita las etapas de extracción y pretratamiento de los aceites utilizados como materia prima, además de disminuir los lavados necesarios en el proceso convencional, que incrementan los costos de dicho proceso industrial e impactan en el medioambiente.

Palabras clave: biocombustibles; biodiésel; bioenergía; combustible; diseño experimental; extracción reactiva; FAME; *Jatropha curcas* L.; superficie de respuesta; transesterificación *in situ*.

ISSN impreso: 1657 - 4583. ISSN en línea: 2145 - 8456, **CC BY-ND 4.0** 

Como citar: E. E. Gómez-Delgado, D. Nabarlatz, F. A. Avellaneda-Vargas, “Obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* a partir de semillas de *Jatropha curcas* L.,” *Rev. UIS Ing.*, vol. 21, no. 2, pp. 21-38, 2022, doi: <https://doi.org/10.18273/revuin.v21n2-2022003>.

Abstract

The main disadvantage of using biodiesel is its price, which is due to high costs of raw material and oil conditioning to obtain biodiesel by conventional transesterification, which prevents it from competing with fossil fuels. An alternative method was investigated to obtain biodiesel by *in-situ* transesterification or reactive extraction (RE) from *Jatropha Curcas* L. seeds. This alternative process seeks to reduce stages in the production process, and thus, reduce operational costs with respect to the conventional method. The influence of temperature, catalyst mass concentration (g NaOH/g oil), and methanol to oil molar ratio, in order to maximize yield and FAME concentration of biodiesel obtained, was determined through a central composite design (DCC) with response surface methodology. The most appropriate conditions to obtain biodiesel by *in-situ* transesterification occur at 44°C, with a mass concentration of catalyst 1,2 g NaOH/100 g oil, and with a methanol to molar ratio of 135:1 with the presence of hexane, keeping constant stirring speed (635 rpm) and reaction time (3h). In these conditions, a yield of 71,99% w/w (g biodiesel/g oil) and a FAME content of 90,36% w/w (g FAME/g biodiesel) were reached. The results of this study provide an alternative process for obtaining biodiesel without the need of extraction and pretreatment stages employed in the traditional method, in addition to reducing excess washes in the conventional process, which increase process costs and environmental impact.

Keywords: Biodiesel; Biofuels, Bioenergy; Fuels; Experimental design, Reactive extraction, FAME, *Jatropha Curcas* L., Response surface, Transesterification *in situ*.

1. Introducción

La demanda energética mundial está en constante crecimiento, se ha pronosticado que entre los años 2012-2040 existirá aproximadamente un aumento del 48 % en el consumo energético, según el reporte del International Energy Outlook. Por dicha razón, el suministro de energías limpias, renovables y sostenibles se ha convertido en uno de los mayores desafíos de la comunidad científica [1]. En el caso de los combustibles, se espera que generen un menor impacto ambiental para reducir la emisión de contaminantes a la atmósfera. En las últimas décadas, la conciencia social y política sobre la protección del medioambiente ha estimulado el uso de biocombustibles como fuentes alternativas para la obtención de energía [2]. Se espera que los biocombustibles sean producidos de manera sostenible, ya que estos pueden ser obtenidos a partir de materias primas como la caña de azúcar, trigo, maíz (bioetanol) y semillas oleaginosas (biodiésel). Según la materia prima de la cual proceden, los biocombustibles pueden clasificarse, de una manera general y simplificada, en primera, segunda o tercera generación: los primeros se obtienen a partir de cultivos energéticos tradicionales, los de segunda generación se obtienen a partir de especies vegetales que no compiten de forma directa con el mercado alimentario y los de tercera provienen de biomasa de productos no comestibles [3], [4].

Se espera que el consumo energético global continúe aumentando en las próximas décadas,

impulsado principalmente por el crecimiento de países en desarrollo [1], [5]. Colombia no es ajena a la creciente demanda energética mundial, donde el sector transporte constituye el principal consumidor de combustibles derivados del petróleo. Con el fin de contribuir al consumo de biocombustibles, desde el año 2008 en Colombia se vienen adicionando este tipo de combustibles al diésel y a la gasolina, usados principalmente para el transporte terrestre [6]. El biodiésel o FAME (*fatty acids methyl ester*), según la cantidad empleada, puede considerarse como un aditivo para combustibles de naturaleza renovable y biodegradable; representa una alternativa para contribuir a la demanda energética mundial [7], [8], [9], [10], por ser una fuente renovable y segura que ayuda a mantener el balance de CO₂ y reduce las emisiones de gases de efecto invernadero como SO_x y CO [4]. El biodiésel se puede obtener de materias primas orgánicas como aceites vegetales o grasas animales por transesterificación [11], [12].

Jatropha curcas L. se ha venido estudiando en los últimos años como materia prima en la producción de biodiésel de segunda generación, dado que la semilla contiene entre 35-55 % p/p de aceite, y tiene características favorables para su cultivo respecto a otras plantas oleaginosas. La utilización de *Jatropha curcas* como precursor para la obtención de biodiésel no afecta la seguridad alimentaria, puesto que es un cultivo no comestible; esto se debe a que la semilla posee ésteres de forbol que la vuelven tóxica: la ingestión en bajas concentraciones afecta negativamente a los animales y a las

personas [13]. Adicionalmente, este cultivo tiene un bajo consumo de agua (entre 223 hasta 445 m³/hectárea, aproximadamente) y una producción de aceite entre 22,1-58,4 kg por hectárea, por lo que puede cultivarse en zonas marginales como las tierras ociosas o utilizadas para cultivos ilícitos (hasta 2220 árboles/hectárea) [14]; es decir, no compite con terrenos fértiles que se pueden destinar al cultivo de alimentos [3], [13], [15].

Por otro lado, la producción convencional de biodiésel implica la extracción, el refinado del aceite y su posterior transesterificación, así como etapas de separación y purificación del biodiésel. El refinado es un proceso complejo que consiste en el desgomado, neutralizado, blanqueado y desodorizado del aceite extraído; estas etapas implican pérdidas del aceite, lo que reduce el rendimiento en la obtención de biodiésel. Generalmente, las etapas de extracción y refinación constituyen más del 70 % de los costos totales de producción de biodiésel, lo que hace que el precio sea uno de los principales aspectos por resolver [12], [16]. Otra desventaja de las etapas mencionadas del acondicionamiento de los aceites y de la producción convencional de biodiésel es el uso de abundantes cantidades de agua para el lavado y purificación del aceite y el biodiésel, lo que genera grandes volúmenes de aguas residuales [17].

La transesterificación *in situ* o extracción reactiva (ER) es una alternativa para la obtención de biodiésel, que busca simplificar el proceso y permite eliminar las etapas de extracción y refinación del aceite; además, no requiere purificar el aceite extraído con el cual se desea realizar la transesterificación, ya que la reacción se produce en el interior de las semillas, lo que permite disminuir los costos asociados a estas etapas e incrementa los beneficios ambientales debido a la disminución de las aguas de lavado.

Estudios realizados para la obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* han obtenido resultados muy diversos. Por ejemplo, se ha encontrado que a partir de microalgas se obtienen rendimientos de biodiésel entre 60-98 % (g biodiésel/g aceite extraído) empleando temperaturas altas (60-170 °C), tiempos de reacción entre 0,5 y 6 horas, en presencia de metanol. Sin embargo, en este proceso es necesario manejar grandes volúmenes de microalgas, lo que representa una desventaja en los costos de operación [18]. En la transesterificación convencional, el empleo de metanol como reactivo tiene la ventaja de alcanzar

mayores rendimientos de biodiésel, en comparación con alcoholes de cadena más larga como el etanol.

Algunos autores han utilizado *Jatropha curcas* para la obtención de biodiésel, empleando catalizadores homogéneos (NaOH) y heterogéneos (Na₂ZrO₃); los mejores resultados se han obtenido al emplear NaOH como catalizador [19]. Otros estudios han empleado catalizadores ácidos como el H₂SO₄, pero han obtenido bajos rendimientos [20]. Por otro lado, una investigación ha obtenido biodiésel por transesterificación *in situ* a partir de levaduras con bajos contenidos de FAME (0,56 g FAME/g biomasa), a 70 °C y con tiempos de reacción de 20 h [21]. También se han empleado granos de café desgastados para la obtención de biodiésel con bajos contenidos de FAME a altas temperaturas (95 °C); el bajo rendimiento obtenido se atribuye al bajo contenido de aceite presente en los granos de café usados [22]. Para mejorar el proceso de transesterificación *in situ*, algunos autores sugieren que el empleo de hexano favorece el rendimiento en la obtención del biodiésel, debido a que el hexano utilizado solo mejora la extracción del aceite presente en las semillas oleaginosas sin reaccionar con los triglicéridos, lo que permite que estos reaccionen más fácilmente con el alcohol empleado para la transesterificación [11].

Debido a la heterogeneidad de las condiciones de obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* encontradas en la bibliografía [17], [18], [19], y dado que algunas de estas son contradictorias, se realizaron pruebas en donde se trabajó a diferentes temperaturas de reacción, concentración másica de catalizador respecto al aceite (NaOH), tiempo de reacción y relaciones molares metanol:aceite, para establecer las condiciones apropiadas en el diseño de experimentos. Esta investigación tiene como objetivo principal la obtención de biodiésel a partir de semillas de *Jatropha curcas* L. mediante transesterificación *in situ*; se evaluaron los parámetros más importantes que permiten alcanzar el máximo rendimiento con el mayor contenido de FAME posible en el producto obtenido.

2. Metodología

2.1. Acondicionamiento y Caracterización de la materia prima

Para los experimentos se emplearon semillas de *Jatropha curcas* L. suministradas por la empresa

Colombiana de Biocombustibles S. A. (COLBIO S. A.). Para determinar la cantidad de aceite presente en las semillas se hizo una extracción Soxhlet usando hexano. Primero, se descascararon las semillas; después, se maceraron 10 gramos de semillas descascaradas con un mortero y se secaron a 105 °C durante dos horas para eliminar la humedad superficial y no afectar las características del aceite presente en estas. Posteriormente, se llevaron a un desecador hasta enfriar y lograr peso constante. Por último, se sometieron a la extracción Soxhlet; las semillas secas se pusieron en un cartucho poroso de extracción, en contacto con 180 cm³ de hexano (pureza ≥ 98 % p/p, calidad analítica) en un equipo Soxhlet durante 6 horas. Se reporta el promedio del aceite extraído en 6 muestras de semillas. El índice de acidez del aceite extraído a las semillas se determinó mediante la norma UNE EN ISO 660:2010 para aceites y grasas de origen animal; esta norma consiste en una titulación ácido-base, donde se obtiene un índice en mg de KOH necesario para neutralizar un gramo de aceite.

2.2. Diseño experimental

Se hicieron estudios exploratorios por parte del grupo de investigación para seleccionar rangos apropiados de las variables de entrada y establecer el diseño experimental de la transesterificación *in situ*. Para estos ensayos experimentales, se empleó metanol como reactivo en exceso, debido a su uso frecuente en la industria y por ser el alcohol más ligero que favorece la transesterificación [23], [24], [25]. Aunque el empleo de metanol mejora el rendimiento en la obtención de biodiésel, se pudo concluir, debido a los bajos rendimientos, que no lograba extraer eficientemente el aceite presente en la semilla, por lo que se decidió emplear hexano para favorecer la extracción [26]. El hexano como solvente extractor ayuda a romper las paredes celulares de la semilla para que el metanol pueda reaccionar mejor con el aceite [27], [28]. Teniendo en cuenta el porcentaje de rendimiento (g de biodiésel obtenidos por 100 g de semilla utilizados), se decidieron las condiciones más adecuadas para el diseño de experimentos. El tiempo de reacción se eligió de acuerdo con el tipo de catálisis aplicada (catálisis básica) [29] y, dado que el rendimiento más alto generado en las pruebas preliminares fue de tres horas, se decidió emplear este tiempo de reacción (constante para todas las pruebas) para asegurar una reacción completa [30].

En las pruebas preliminares se observó que el mayor rendimiento de biodiésel se obtuvo a 50 °C. Aunque estudios previos indican que temperaturas entre 60-62 °C son óptimas para la obtención de biodiésel por transesterificación convencional, empleando solamente metanol (consideradas temperaturas altas) [31], la temperatura óptima se modifica al adicionar hexano, ya que aumenta el rendimiento a temperaturas próximas a 50 °C (temperaturas bajas). También se comprobó que la concentración del catalizador (NaOH) tiene una influencia significativa en el rendimiento del biodiésel, lo que coincide con lo afirmado en otros estudios [32].

Se hizo un análisis de varianza con el *software* STATGRAPHICS Centurion XVI (versión demo) como herramienta estadística. Se decidió emplear la metodología de superficie de respuesta [33], [34], que es un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas para modelar y analizar problemas en los que una variable de interés es influenciada por otras, con el fin de optimizarla; este modelo considera que la variación del punto central la extiende a los demás ensayos [35], [36]. Se incluyó un diseño central compuesto para estudiar los efectos de las variables de entrada (variables independientes en el modelo), en este caso llamadas “factores”, como la temperatura de reacción (entre 40 y 60 °C), la concentración del catalizador (entre 0,66 y 1,34 % p/p g NaOH/100 g aceite contenido en la semilla) y la relación molar metanol:aceite (entre 108:1 y 142:1), sobre el contenido de FAME y el rendimiento del biodiésel (g de biodiésel/100g de aceite contenido en las semillas), estipulados como variables de respuesta (variables dependientes en el modelo), manteniendo fijos el tiempo, la humedad de la semilla y la agitación. Se obtiene un diseño con 17 tratamientos, teniendo en cuenta la variación del punto central. La combinación de los factores se hizo de manera aleatoria sin réplica, mientras que el punto central se repitió 5 veces como lo dispone dicho modelo.

2.3. Transesterificación *in situ* y caracterización del biodiésel obtenido

La ER de las semillas de *Jatropha* se llevó a cabo en un balón de vidrio de 250 cm³, equipado con un condensador de reflujo y sumergido en un baño maría; se midió su temperatura por medio de un termopar y

con un suministro de calor por medio de una placa de calentamiento con agitación magnética. Antes de la reacción, en el balón de vidrio se mezcló el metanol con la cantidad de catalizador (NaOH) previamente establecida para cada una de las pruebas, hasta que el catalizador se disolvió completamente en el alcohol y formó una solución alcalina. Posteriormente, se adicionó el hexano en una cantidad equivalente a un tercio del metanol empleado, con el fin de ayudar a extraer el aceite contenido en la semilla. Por último, se agregaron 20 g de semillas maceradas y secas para después cerrar el equipo. El reactor se introdujo en el baño maría, donde se mantuvo constante la temperatura de reacción previamente establecida y una agitación de 650 rpm durante tres horas para asegurar una reacción completa.

Al finalizar la reacción, la mezcla se dejó en reposo durante 6 horas, se filtró con una bomba de vacío empleando un embudo buchner y papel de filtro para separar la fracción sólida (torta de semillas de *Jatropha*) de la líquida (biodiésel, metanol sin reaccionar, glicerina y hexano). La torta se secó a 105 °C durante dos horas y se pesó para cuantificar la cantidad de masa perdida; la fracción líquida se destiló empleando un rotaevaporador a 60 °C y 325 mbar para recuperar el metanol y el hexano (fase liviana) de la mezcla líquida. Luego de la rotoevaporación, la mezcla de biodiésel y glicerol (fase pesada) se separó por decantación, donde la glicerina se depositó en el fondo del embudo decantador, se separó y se pesó. El biodiésel contenido en el embudo se lavó con agua ligeramente acidulada (agua destilada con ácido ortofosfórico al 0,01 % p/p) a una temperatura de 65 °C para retirar impurezas y otros residuos. El biodiésel obtenido se retiró del embudo, se centrifugó y se pesó. El producto final se introdujo en el horno a 105 °C durante dos horas, se dejó enfriar en el desecador y después se pesó. Por último, se almacenó en frascos de vidrio de color ámbar para el análisis posterior del contenido de metil-ésteres. Las muestras se identificaron como MT-C-R, donde “MT” indica la muestra a la temperatura de reacción, “C” y “R” son la concentración másica de catalizador y relación molar metanol:aceite empleado, respectivamente.

El rendimiento de cada una de las muestras obtenidas se determinó cuantificando la cantidad de biodiésel obtenido respecto a la cantidad del contenido de aceite calculado en la semilla (g biodiésel/g aceite contenido en la semilla); el contenido de metil-ésteres de las muestras obtenidas de biodiésel fue medido según la norma europea EN 14103. En las muestras con mayor

rendimiento y contenido de FAME, se midió el índice de acidez bajo la norma EN 14104. El índice de yodo se determinó con la norma UNE EN ISO 3961 para aceites de origen animal. La densidad y la viscosidad fueron determinadas con la norma UNE-55005 y UNE EN ISO 3104, respectivamente. El contenido de agua (en ppm) se midió por el método Karl Fischer siguiendo la norma UNE EN ISO 12937.

3. Resultados y discusión

3.1. Caracterización de la materia prima

El contenido promedio de aceite obtenido en la semilla por extracción Soxhlet fue de 50 % p/p (g aceite/100 g semilla). Este valor se encuentra en el rango de 35-55 % p/p (g aceite/100 g semilla), señalado por Kasim y Harvey [13], y muy cercano al 54,4 % p/p (g aceite/100 g semilla) obtenido en la investigación realizada por Shuit *et al.* [16]. El índice de acidez para el aceite obtenido fue 0,54 mg de KOH/g de aceite, que equivale a una acidez de 0,27 (gramos de ácidos grasos libres/g de muestra). Este valor es muy favorable dado que no supera el valor máximo establecido de 2,0 mg de KOH/gramo de aceite (norma de calidad para aceites vegetales DIN V 51605). Se asumió que los valores de acidez del aceite contenido en la semilla se mantuvieron constantes en el transcurso de la investigación.

3.2. Análisis del biodiésel obtenido por transesterificación *in situ*

Para cada una de las muestras obtenidas se analizó el rendimiento del biodiésel (g de biodiésel/g de aceite contenido en la semilla) y el contenido en FAME (g de FAME/g de biodiésel); este último fue el parámetro más relevante, ya que la norma EN-14214 especifica la pureza del biodiésel y estipula un mínimo de 96,5 % (p/p) de FAME para la comercialización del mismo. Estos resultados se observan en la [Tabla 1](#). De los datos experimentalmente obtenidos y mostrados en la [Tabla 1](#), se considera que las muestras M44-1,2-135 y M50-1,34-125 lograron los mejores rendimientos y contenido de FAME. Entre estas, la muestra M44-1,2-135, con un rendimiento de 72 % p/p y un contenido FAME de 90,36 % p/p, se consideró como la mejor muestra por su mayor contenido de FAME. Sin embargo, no se alcanzó el porcentaje en FAME requerido en la norma EN-14214 (96,5 % p/p).

Tabla 1. Condiciones de reacción de la transesterificación *in situ* y resultados del rendimiento y contenido de FAME del biodiésel obtenido

#	Muestra	°T (°C)	^b Conc.	°R. molar metanol:aceite	^d Rendimiento (%)	°FAME
			NaOH			
1	M40-1-125	40,0	1,0	125:1	68,28 (± 0,05)	53,90 (± 0,05)
2	M44-0,8-115	44,0	0,8	115:1	56,21 (± 0,05)	21,66 (± 0,05)
3	M44-1,2-115	44,0	1,2	115:1	78,53 (± 0,05)	61,06 (± 0,05)
4	M44-0,8-135	44,0	0,8	135:1	67,31 (± 0,05)	34,42 (± 0,05)
5	M44-1,2-135	44,0	1,2	135:1	71,99 (± 0,05)	90,36 (± 0,05)
6	M50-1-108	50,0	1,0	108:1	73,08 (± 0,05)	37,41 (± 0,05)
7	M50-1-125	50,0	1,0	125:1	65,91 (± 0,05)	48,65 (± 0,05)
8	M50-1-125	50,0	1,0	125:1	72,81 (± 0,05)	44,10 (± 0,05)
9	M50-1-125	50,0	1,0	125:1	68,70 (± 0,05)	53,22 (± 0,05)
10	M50-0,66-125	50,0	0,66	125:1	67,60 (± 0,05)	7,47 (± 0,05)
11	M50-1,34-125	50,0	1,34	125:1	79,75 (± 0,05)	87,25 (± 0,05)
12	M50-1-142	50,0	1,0	142:1	69,83 (± 0,05)	38,86 (± 0,05)
13	M56-0,8-115	56,0	0,8	115:1	65,63 (± 0,05)	26,16 (± 0,05)
14	M56-1,2-115	56,0	1,2	115:1	69,89 (± 0,05)	70,76 (± 0,05)
15	M56-0,8-135	56,0	0,8	135:1	71,10 (± 0,05)	18,11 (± 0,05)
16	M56-1,2-135	56,0	1,2	135:1	77,89 (± 0,05)	68,20 (± 0,05)
17	M60-1-125	60,0	1,0	125:1	68,45 (± 0,05)	52,15 (± 0,05)

^aTemperatura de reacción, ^bconcentración de catalizador (g NaOH/g aceite), ^crelación molar metanol:aceite,

^drendimiento de biodiésel (g biodiésel/g aceite) y ^econtenido de FAME (g FAME/g biodiésel). El tiempo de reacción fue de 3 h para todos los ensayos.

Algunos estudios indican que para lograr un mayor contenido de FAME, la materia prima se podría tratar previamente con catalizador ácido para esterificar los ácidos grasos libres antes del proceso de transesterificación con catalizador alcalino; esto se hace con materias primas que contienen ácidos grasos libres como en la palma o el aceite de fritura [29], [37], sin embargo, dado que el aceite de *Jatropha* presentó un bajo índice de acidez, no sería recomendable implementar este método. Por otro lado, el empleo de biodiésel con concentraciones de FAME relativamente bajas, como los obtenidos en esta investigación, no genera ningún inconveniente para el desarrollo de otros productos [38], [39], [40], como es el caso en la producción de bases lubricantes o de lodos de perforación empleados en el área de extracción petrolífera [41], [42].

3.3. Efectos de la interacción de las variables de la ER (extracción reactiva) sobre el rendimiento (g biodiésel/g aceite)

Para evaluar la significancia estadística de las interacciones de los parámetros que influyen en el rendimiento, se realizó una comparación de los valores P; cuando son inferiores a 0,05, indican que son significativamente diferentes de cero y brindan un nivel de confianza de 95,0 %.

En la [Tabla 2](#) puede observarse que la concentración del catalizador parece ser el parámetro más significativo en el rendimiento, y los otros dos parámetros restantes, así como sus interacciones, influyen de manera poco significativa. En esta tabla también puede observarse el R² y el error estándar de cada uno de los factores.

El parámetro estadístico R² logra explicar aproximadamente el 74,7 % de la variabilidad en el rendimiento de la ER *in situ*. Se puede estimar que, aunque el R² no es muy alto, el catalizador sigue siendo el factor más influyente. Para predecir el rendimiento de la ER *in situ* con la variación de los factores que influyen en la reacción, se aplicó un modelo que emplea un polinomio de segundo grado mediante el uso de los datos experimentales, temperatura *T*, razón molar *Rm* y concentración de catalizador *Cc*; sin embargo, al descartar todos los factores e interacciones poco significativas presentes en la [Tabla 2](#), la ecuación para el rendimiento pasa de ser un polinomio complejo a una ecuación lineal más simple (ecuación 1) que permitiría predecir el rendimiento de la ER *in situ*. El parámetro estadístico R² del modelo reducido logra explicar aproximadamente el 50,20 % de la variabilidad en el rendimiento con una desviación estándar de ±4,23.

$$\% \text{ Rendimiento} = 48,8733 + (21,3008 * Cc) \quad (1)$$

Empleando el modelo obtenido para el rendimiento, se grafica el efecto de la concentración del catalizador sobre el rendimiento, como se muestra en la **Figura 1**.

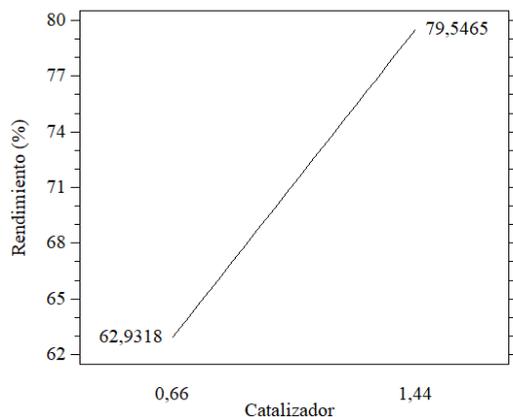


Figura 1. Estimación del rendimiento del biodiésel obtenido a partir de *Jatropha curcas* L. respecto a la concentración del catalizador. Fuente: elaboración propia.

En la **Figura 1** se observa que el rendimiento es favorecido principalmente por la concentración del catalizador, dado que el rendimiento varía en mayor medida a altas concentraciones.

Esta mayor incidencia del catalizador sobre el rendimiento del biodiésel obtenido por transesterificación *in situ* también puede corroborarse en las **Tablas 1 y 2**. En la **Tabla 1** se aprecia que

el cambio más significativo se da al variar la concentración del catalizador. El mayor rendimiento (79,75 %) se obtuvo a una concentración de 1,34 % p/p de catalizador (muestra M50-1,34-125), lo cual concuerda con otro estudio en el que se destaca la importancia del catalizador en la transesterificación *in situ*. En este se concluye que la conversión del aceite en ésteres metílicos es muy alta cuando se utiliza metanol e hidróxido de sodio; los rendimientos obtenidos estuvieron aproximadamente en 97 % y 88 % empleando girasol y soja, respectivamente [27].

Adicionalmente, este resultado coincide con los obtenidos por otras investigaciones donde al aumentar la concentración de catalizador, el rendimiento crece hasta 90 % p/p; sin embargo, el exceso de catalizador aumenta la formación de emulsiones e incrementa la viscosidad, lo que favorece la formación de geles que afectan la producción de FAME [13].

La emulsión formada probablemente se debe a formación de jabón, debido a que es una reacción competitiva en el proceso de transesterificación con catálisis básica, lo que explica que con concentraciones mayores de 1,34 % p/p no se obtengan mejores resultados.

Ni la temperatura ni la relación molar metanol:aceite tuvieron efectos significativos en el rendimiento del biodiésel. Estos resultados concuerdan con las investigaciones realizadas por Kasim y Harvey [13], donde se concluye que en el proceso de ER la temperatura no tiene un efecto relevante en el rendimiento de biodiésel.

Tabla 2. Análisis de la varianza para el rendimiento

Factores	Modelo completo						Modelo reducido					
	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Error estándar	Valor -F	Valor -P	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Error estándar	Valor-F	Valor-P
T: temperatura	8,530	1	8,53039	3,305	0,47	0,5131	-	-	-	-	-	-
C: catalizador	250,093	1	250,093	4,151	13,91	0,0074	250,093	1	250,093	1,066	13,93	0,0029
R:R. molar	11,348	1	11,348	3,346	0,63	0,4530	-	-	-	-	-	-
TxT	3,954	1	3,95371	5,841	0,22	0,6533	-	-	-	-	-	-
TxC	31,800	1	31,8003	7,977	1,77	0,2252	-	-	-	-	-	-
TxR	9,923	1	9,92351	6,954	0,55	0,4817	-	-	-	-	-	-
CxC	18,784	1	18,7837	7,732	1,04	0,3407	-	-	-	-	-	-
CxR	28,539	1	28,539	8,136	1,59	0,2480	-	-	-	-	-	-
RxR	2,929	1	2,92936	5,876	0,16	0,6985	-	-	-	-	-	-
Error total	125,825	7	17,975				498,19	16				

R² = 74,74 %

Error estándar de estimación = 4,2397

R. molar = relación molar metanol:aceite; catalizador = concentración del catalizador.

R² = 50,20 %

Error estándar de estimación = 4,2368

R. molar = relación molar metanol:aceite; catalizador = concentración del catalizador.

Un estudio de Kasim y Harvey sobre la obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* hecho con *Jatropha* muestra la influencia de la relación molar de alcohol en el rendimiento del biodiésel; esto sugiere que la cantidad de metanol empleada debe ser muy alta (aprox. 600:1) para lograr una velocidad de reacción apreciable que conduzca a la penetración alcalina del alcohol en la semilla de *Jatropha* para lograr rendimientos de 87,8 % [13].

Lo anterior difiere de lo encontrado en esta investigación, dado que se obtuvo rendimientos del 79,75 % con una relación molar de alcohol:aceite de 125:1, la cual es relativamente baja en comparación con la empleada en el estudio de Kasim y Harvey. La discrepancia tal vez se deba al hexano empleado en el presente estudio, lo que favoreció la extracción del aceite contenido en la semilla. Resulta interesante destacar que en este trabajo se obtuvieron rendimientos semejantes a los encontrados por Kasim empleando menos alcohol en la transesterificación; este es uno de los principales problemas por resolver para que el método *in situ* alcance la viabilidad industrial, dado el alto costo de operación con grandes volúmenes, la procedencia fósil del metanol y su valor comercial, además de la posible recuperación del metanol excedente como se hace industrialmente en la transesterificación convencional.

Por otro lado, el modelo validado para la predicción del rendimiento en la obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* a partir de *Jatropha* (ecuación 1) se empleó para analizar el efecto de la interacción de la temperatura y el catalizador sobre el rendimiento mediante la superficie de respuesta que se muestra en la Figura 2. En esta figura se aprecia que, a bajas concentraciones de catalizador, un aumento de la temperatura favorece el rendimiento, mientras que, al emplear altas concentraciones de catalizador, un aumento en la temperatura afecta negativamente el rendimiento del biodiésel.

Esto podría deberse a que a bajas concentraciones de catalizador es necesario una mayor energía cinética para que ocurra la reacción de transesterificación *in situ*, por lo que un aumento de temperatura favorecería el rendimiento del biodiésel, mientras que, a mayores concentraciones de catalizador, un aumento de la temperatura favorecería la formación de jabones; esto dificulta la separación del glicerol y el biodiésel que trae como consecuencia una disminución en el rendimiento.

3.4. Efectos de la interacción de las variables de la ER sobre la pureza del biodiésel (FAME/g aceite)

En la Tabla 3 se presenta el análisis de varianza para el contenido de FAME del biodiésel obtenido. Dos factores muestran un efecto significativo, con un valor P menor a 0,05. El factor más importante es la concentración del catalizador y la interacción entre la temperatura y la relación molar metanol:aceite, mientras que los factores individuales como la temperatura y la relación molar metanol:aceite no parece tener un efecto significativo.

El estadístico R² indica que el modelo ajustado explica 98,34 % de la variabilidad en los datos del FAME, lo que se traduce en una compatibilidad del 98 % aproximadamente de los datos experimentales con los datos predichos por el modelo aplicado. Para ajustar el modelo (optimizando R²) se excluyeron los términos no significativos que el análisis de varianza reportó; en este caso, las interacciones entre el catalizador con la temperatura y el catalizador con la relación molar, así como el efecto cuadrático de la temperatura, la concentración del catalizador y la relación molar. El polinomio generado para la predicción del contenido de FAME en el biodiésel de *Jatropha* obtenido por transesterificación *in situ* fue:

$$\begin{aligned} \text{FAME} = & -770,154 + (13,3819 * T) \\ & +(118,163 * Cc) \\ & +(5,73258 * Rm) \\ & -(0,109729 * T * Rm) \end{aligned} \quad (2)$$

El parámetro estadístico R² de este modelo logra explicar aproximadamente el 94,98 % de la variabilidad en el contenido de FAME con una desviación estándar de ±5,20. Empleando el modelo obtenido (ecuación 2), se grafica el efecto de la concentración del catalizador y la interacción entre la temperatura y la relación molar metanol:aceite sobre el contenido de FAME, como se muestra en la Figura 3. De la Figura 3a se destaca que el contenido de FAME es favorecido a altas concentraciones de catalizador. En la Figura 3b se puede apreciar que la interacción entre la temperatura y la relación molar metanol:aceite es otra variable influyente; en esta se observa que, al emplear relaciones molares bajas de metanol:aceite, un aumento de la temperatura favorece el contenido de FAME, mientras que al utilizar mayores relaciones molares, un incremento de la temperatura daría menores contenidos de FAME

en el producto obtenido. Esto podría deberse a que al aumentar de manera excesiva la cantidad de alcohol se da una mayor solubilización de la glicerina y no hay interacción entre el metanol y el catalizador, lo que hace menos efectiva la reacción.

En las Tablas 1 y 3 se evidencia que el contenido de FAME se ve afectado principalmente por la concentración del catalizador y la relación molar metanol:aceite de manera simultánea, dado que, al aumentar la concentración del catalizador de 1,2 % p/p a 1,34 % p/p y disminuir la relación molar de metanol de 135:1 a 125:1 (muestra M44-1,2-135 vs. muestra M50-1,34-125), se obtienen contenidos promedio de FAME de 90,36 % y 87,25 %, respectivamente.

La reducción del contenido de FAME puede ser causada por insuficiencia de metanol, a pesar de emplear una mayor temperatura (muestra M50-1,34-125). También se aprecia que la extracción de FAME mejora al aumentar la relación molar; esto coincide con un estudio realizado por Pradhan *et al.* (2012), quienes estudiaron el efecto de la relación molar de metanol: aceite en la ER de las semillas de ricino para producir FAME, y obtuvieron un porcentaje cercano a 88 % para relaciones molares de 225:1 metanol:aceite y de 98,3 % para relaciones molares de 350:1 metanol:aceite, debido a la solubilidad del aceite en el alcohol [43]. Estudios realizados por otros autores comprueban que al aumentar la relación molar metanol: aceite, aumenta de manera significativa el

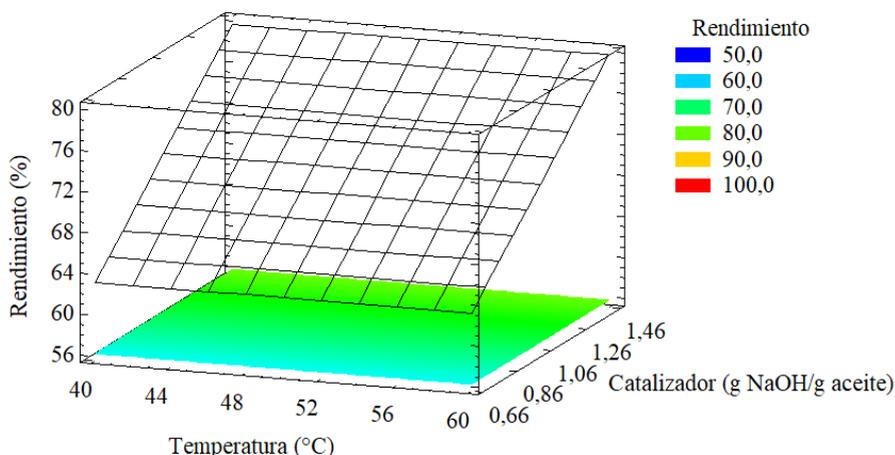


Figura 2. Superficie de respuesta estimada para alcanzar el máximo rendimiento mediante la interacción de la Temperatura (°C) y la concentración del catalizador (g NaOH/g aceite). Fuente: elaboración propia.

Tabla 3. Análisis de varianza para el contenido de FAME (g FAME/g biodiésel)

Factores	Modelo completo						Modelo reducido					
	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Error estándar	Valor -F	Valor -P	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Error estándar	Valor- F	Valor- P
T: temperatura	50,307	1	50,307	4,2956	2,47	0,1599	54,5249	1	54,5249	5,43412	1,51	0,2422
C: catalizador	5971,590	1	5971,590	5,3953	293,36	0,0000	7696,07	1	7696,07	6,30593	213,62	0,0000
R:R. molar	123,412	1	123,412	4,3491	6,06	0,0433	83,4708	1	83,4708	5,49747	2,32	0,1539
TxT	52,318	1	52,318	7,5919	2,57	0,1529	-	-	-	-	-	-
TxC	0,053	1	0,053	10,3684	0,00	0,9608	-	-	-	-	-	-
TxR	346,766	1	346,766	9,0392	17,04	0,0044	346,766	1	346,766	12,0252	9,63	0,0091
CxC	0,181	1	0,181	10,0505	0,01	0,9276	-	-	-	-	-	-
CxR	60,665	1	60,665	10,5758	2,98	0,1279	-	-	-	-	-	-
RxR	109,672	1	109,672	7,6386	5,39	0,0533	-	-	-	-	-	-
Error total	142,491	7	20,356				8613,140	16	36,026			

R² = 98,34 %

Error estándar de estimación = 4,51175

R. molar = relación molar metanol:aceite; catalizador = concentración del catalizador.

R² = 94,98 %

Error estándar de estimación = 6,0021

R. molar = relación molar metanol:aceite; catalizador = concentración del catalizador.

el contenido de FAME, y concluyen que es posible obtener porcentajes altos de FAME con una metanólisis básica del aceite crudo de palma con una acidez relativamente alta, siempre y cuando se agregue una cantidad apropiada de catalizador que garantice la neutralización de los ácidos grasos libres [29], [44], [45].

Del mismo modo como se utilizó el modelo validado para la predicción del rendimiento, se utilizó el modelo para la predicción del contenido de FAME en el biodiésel obtenido por transesterificación *in situ* a partir de *Jatropha* (ecuación 2). El análisis de la superficie de respuesta se hizo sobre el efecto de los diferentes factores experimentales (dos a la vez, el tercer factor se mantiene constante en el valor central) como se muestra en la Figura 4.

En la Figura 4a se aprecia que, sin importar la temperatura empleada, un aumento de la concentración del catalizador favorece el aumento en el contenido de FAME, esto estaría en concordancia con lo dicho anteriormente donde la temperatura fue el factor que no mostró significancia relevante. En la Figura 4b se observa un comportamiento similar al mencionado anteriormente, dado que, sin importar la relación molar metanol:aceite empleada, un aumento en la concentración del catalizador favorece positivamente el rendimiento de FAME. Esto se debe a que el catalizador es el factor con mayor significancia y proporciona las condiciones necesarias para que

se lleve a cabo la reacción. En la Figura 4c ocurre algo diferente: al emplear una relación molar baja, es necesario aumentar la temperatura para obtener mayor FAME; caso contrario ocurre cuando se trabaja con la mayor relación molar metanol:aceite, donde, al aumentar la temperatura, tiende a disminuir el contenido de FAME en el biodiésel obtenido. Esto podría indicar que una mayor energía cinética genera otros efectos negativos no determinados en este estudio.

3.5. Efectos de la interacción de las variables de la transesterificación *in situ* para la obtención de biodiésel sobre el rendimiento (g biodiésel/g aceite) y la pureza del biodiésel (FAME/g aceite) simultáneamente

Con el fin de encontrar la mejor combinación de los diferentes factores experimentales para obtener un biodiésel que pueda alcanzar el máximo rendimiento y contenido de FAME simultáneamente (dos factores a la vez), se empleó una optimización de múltiple respuesta (Figura 5). En esta se tomó como única variable de respuesta la deseabilidad, con valores entre 0 y 1; el valor de 1 representa la configuración óptima con la que se lograría alcanzar el mayor rendimiento y contenido de FAME permitido. En las gráficas 5a y 5b se nota la importancia de la concentración del catalizador frente a los otros factores en la obtención de biodiésel por el método *in situ*.

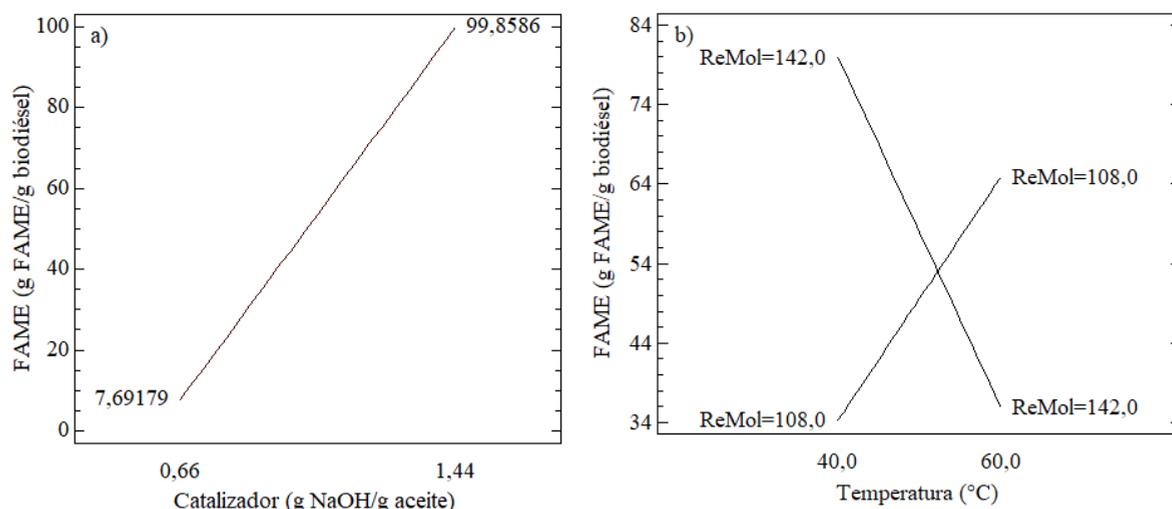


Figura 3. Estimación del contenido de FAME (g FAME/g biodiésel) del biodiésel obtenido a partir de *Jatropha curcas* L. respecto a: (a) temperatura y (b) las interacciones entre la temperatura y la relación molar metanol:aceite (ReMol). Fuente: elaboración propia.

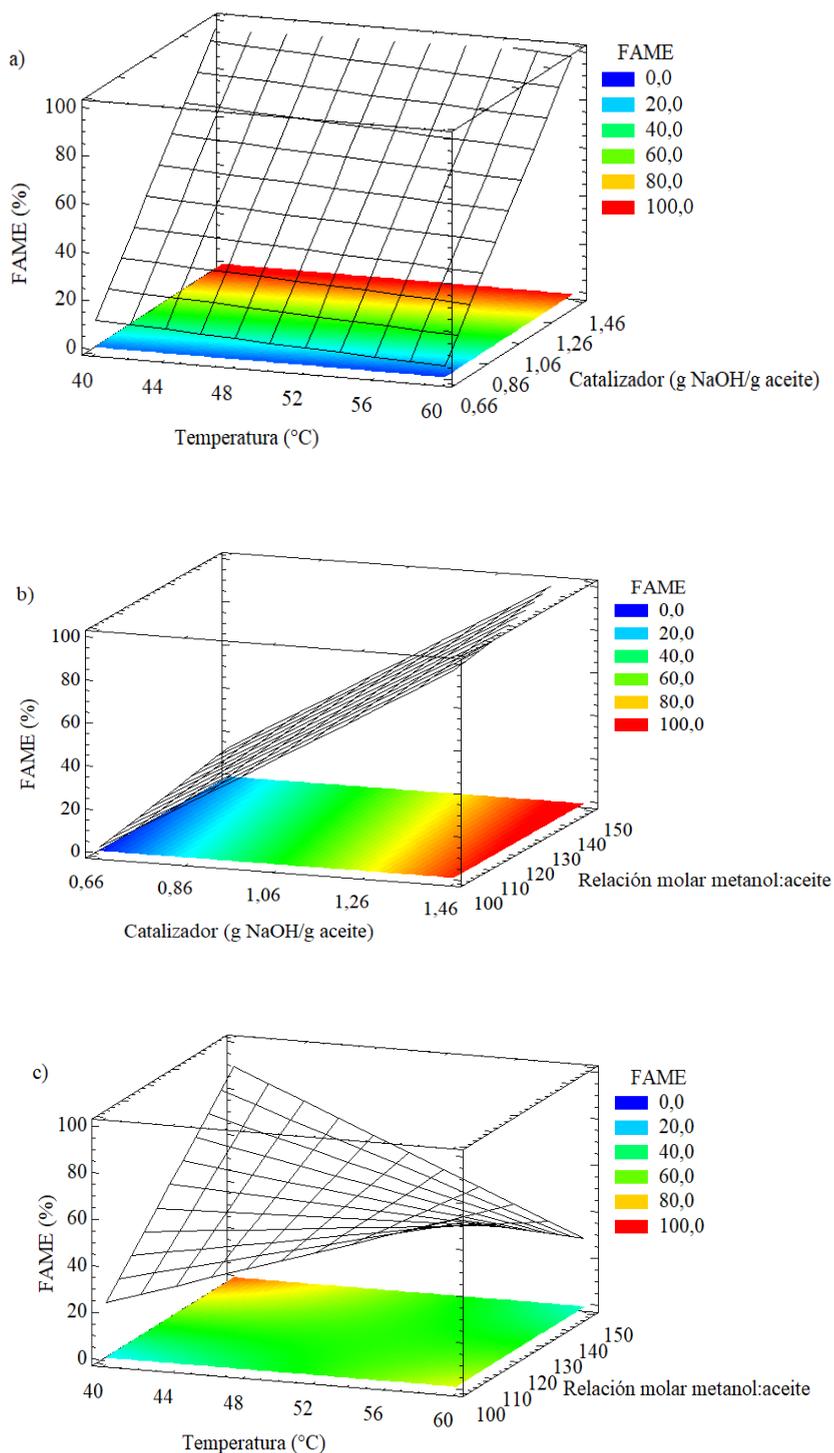


Figura 4. Superficie de respuesta estimada para alcanzar el máximo porcentaje de FAME (g FAME/g biodiésel) mediante la interacción de los diferentes factores experimentales (dos a la vez): (a) temperatura (°C) y concentración del catalizador (g NaOH/g aceite), (b) temperatura (°C) y relación molar metanol:aceite y (c) concentración de catalizador (g NaOH/g aceite) y relación molar metanol:aceite. Fuente: elaboración propia.

Sin importar la temperatura o la relación molar empleada, la concentración del catalizador es el factor más importante para alcanzar simultáneamente el mayor rendimiento y contenido de FAME (Deseabilidad = 1) en el biodiésel obtenido por transesterificación *in situ* a partir de *Jatropha*. Esto concuerda con lo observado anteriormente, donde de manera individual, tanto para el rendimiento como para el contenido de FAME, el catalizador es el factor de mayor significancia. En la Figura 5c se observa un comportamiento similar al que tiene la temperatura y la relación molar metanol:aceite respecto al contenido de FAME (Figura 4c). Lo anterior se debe a que estos dos factores no presentaron mayor influencia en el rendimiento.

En la Tabla 4 se presentan las condiciones de reacción óptimas para maximizar el rendimiento de biodiésel y contenido de FAME, simultáneamente. Para analizar los datos obtenidos de manera experimental, la metodología de superficie de respuesta de deseabilidad generó un modelo que se ajustó a los datos obtenidos experimentalmente. Se optimizó el rendimiento de biodiésel y el contenido en FAME, simultáneamente, y se obtuvo un punto óptimo. En la Tabla 4 se evidencia que el punto óptimo ajustado no coincide en todas las condiciones con el experimental, aunque los valores dados son cercanos.

3.6. Propiedades del biodiésel de *Jatropha* obtenido *in situ*

En la Tabla 5 se registran las propiedades para las muestras de biodiésel que alcanzaron los mayores rendimientos y contenido de FAME (M44-1,2-135 y M50-1,34-125). El índice de acidez se encuentra por debajo del valor máximo estipulado en la norma EN-14104, donde el límite máximo es de 0,5 mg KOH/gramo de muestra. Las muestras obtenidas se almacenaron en frascos ámbar, alejadas de la luz y la humedad para sus posteriores análisis, dado que algunas propiedades del biodiésel cambian cuando este se oxida; entre estas el índice de acidez que aumenta al oxidarse el biodiésel [46].

De las propiedades evaluadas en el biodiésel obtenido, se observa que se cumple con algunas de las normas bajo las cuales fueron evaluadas. La densidad está dentro del rango aceptable; este es un parámetro determinante del porcentaje de biodiésel máximo en la mezcla diésel-biodiésel. Un biodiésel muy denso podría conducir a mezclas que no cumplen con la norma. El biodiésel generalmente presenta

viscosidades mayores a las del diésel, ya que la viscosidad del biodiésel aumenta con la longitud de la cadena del éster y el grado de saturación. Una alta viscosidad puede afectar la atomización del combustible por lo que causa una mala combustión y formación de depósitos en el motor [47], [48], [49]. Para la viscosidad (40 °C), la norma EN 14214 establece un intervalo permitido entre 3,5 y 5,00 mm²/s; las muestras evaluadas estarían cerca al límite inferior del rango permitido.

Tabla 4. Condiciones óptimas de reacción, cuando se optimizan el rendimiento y el contenido FAME, simultáneamente

Condiciones			Resultados	
^a T (°C)	^b Conc. NaOH	^c R. molar	^d Rend. (%p/p)	^e FAME (%p/p)
Experimentalmente				
44	1,2	135:1	71,99	90,36
Ajustado				
40	1,34	126:1	82,76	100

^aTemperatura de reacción, ^bconcentración de catalizador (g NaOH/g aceite), ^crelación molar metanol:aceite, ^drendimiento de biodiésel (g biodiésel/g aceite) y ^econtenido de FAME (g FAME/g biodiésel).

Respecto al contenido de I₂, los valores altos de índices de yodo favorecen procesos de polimerización y procesos de hidrólisis. En este caso, el índice de I₂ no superó el máximo estipulado por la norma EN 14111 (valor máximo de 120 g I₂/100 g). El biodiésel puede contener pequeñas cantidades de agua disueltas o como gotas suspendidas que podrían provocar corrosión en los componentes del motor y/o formación de hongos, lo cual disminuye la efectividad del motor, por lo que se espera que un biodiésel comercial presente un bajo contenido de agua. En este caso, el biodiésel de *Jatropha* no superó el valor máximo permitido de agua.

4. Conclusiones

En esta investigación se logró disminuir la relación molar de metanol:aceite utilizada durante la transesterificación *in situ* con semillas de *Jatropha*, en comparación con la estudiada por otros autores; la reducción del empleo de metanol impactaría directamente en los costos de producción de un proceso industrial. También se aprecia que la temperatura necesaria

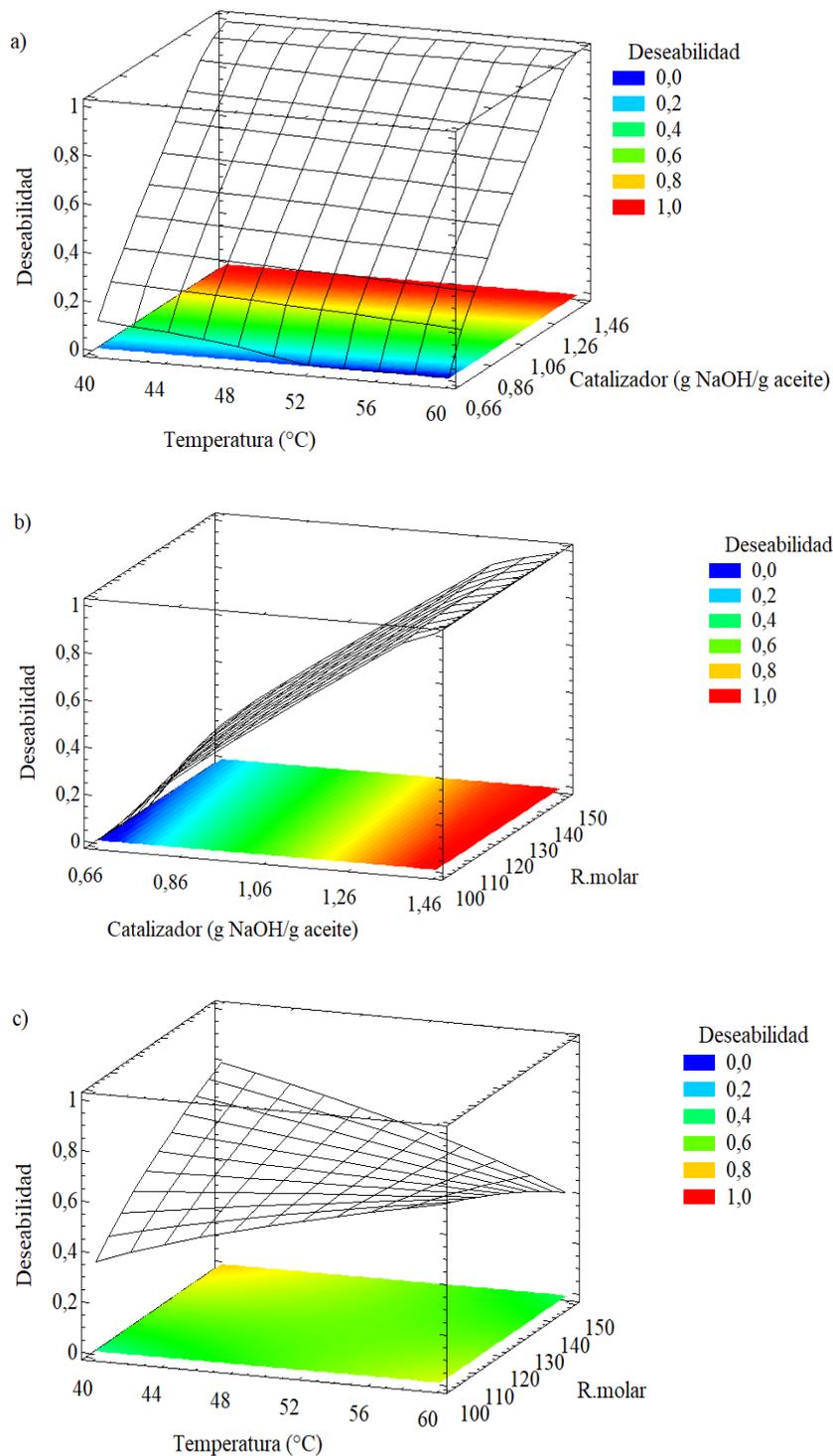


Figura 5. Superficie de respuesta estimada para alcanzar el mayor rendimiento y contenido de FAME (g FA-ME/g biodiésel) simultáneamente mediante la interacción de los diferentes factores experimentales (dos a la vez): (a) temperatura (°C) y concentración del catalizador (g NaOH/g aceite), (b) temperatura (°C) y relación molar metanol:aceite y (c) concentración de catalizador (g NaOH/g aceite) y relación molar metanol:aceite.

Fuente: elaboración propia.

Tabla 5. Propiedades de las muestras de biodiésel obtenido de la transesterificación *in situ* a partir de *Jatropha curcas* L. que alcanzaron el mayor rendimiento y contenido de FAME

Propiedad	Muestra		Límites	Norma UNE-EN
	M44-1,2-135	M50-1,34-125		
Densidad a 15 °C (g/cm ³)	0,87	0,88	0,860-0,900	ISO 55005
Viscosidad cinemática (mm ² /s)	3,25	3,16	3,5-5,0	ISO 3104
Índice de acidez (mg KOH/g muestra)	0,36	0,47	0,5 máx.	EN-14104
Índice de yodo (g de I/100g biodiésel)	48,7	45,2	120 máx.	ISO 14111
Contenido de agua (ppm)	195,2	198,6	500 máx.	ISO 12937
% p/p FAME	92,93	91,10	96,5 mín.	ISO 14103
% p/p rendimiento	69,45	80,71	96,5 mín.	ISO 14103

para el proceso se puede reducir con la cantidad de hexano adicionado, ya que se observa un aumento en el rendimiento en temperaturas próximas a 44 °C (temperaturas bajas). El mejor escenario experimental para la obtención de biodiésel por transesterificación *in situ* a partir de *Jatropha curcas* L. se obtuvo en las siguientes condiciones: 44 °C, con 1,2 % p/p de catalizador y una relación molar de metanol:aceite de 135:1, con 650 rpm de agitación durante 3 horas de reacción. En estas condiciones se obtuvo un rendimiento de 71,99 % de biodiésel con 90,36 % de FAME. El biodiésel obtenido no alcanzó el contenido mínimo de FAME exigido por la norma UNE-14214 para ser utilizado como un combustible comercial, sin embargo, podría ser utilizado en otras aplicaciones industriales, como la formulación de lodos de perforación o materia prima para la síntesis de bases lubricantes con una transesterificación inversa. Inclusive, en estas opciones de uso, la acidez presentada por el biodiésel obtenido (0,35-0,49 mg KOH/g de muestra) no generaría ningún inconveniente de operación.

Referencias

- [1] S. N. Gebremariam, J. M. Marchetti, "Economics of biodiesel production: Review," *Energy Conversion and Management*, vol. 168. pp. 74-84, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.05.002>
- [2] S. Thapa, N. Indrawan, P. R. Bhoi, "An overview on fuel properties and prospects of *Jatropha* biodiesel as fuel for engines," *Environmental Technology and Innovation*, vol. 9, pp. 210-219, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.eti.2017.12.003>
- [3] J. O. Virgínio e Silva, M. F. Almeida, M. da Conceição Alvim Ferraz, J. M. Dias, "Integrated production of biodiesel and bioethanol from sweet potato," *Renewable Energy*, vol. 124, pp. 114-120, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.07.052>
- [4] I. Ambat, V. Srivastava, M. Sil-lanpää, "Recent advancement in bio-diesel production methodologies using various feedstock: A review," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 90. pp. 356-369, 2018. doi: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.03.069>
- [5] S. Sharma, A. Kundu, S. Basu, N. P. Shetti, T. M. Aminabhavi, "Sustainable environmental management and related biofuel technologies," *Journal of Environmental Management*, vol. 273, p. 111096, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111096>
- [6] Unidad de Planeación Minero-Energética UPME, "Proyección de la demanda de energía eléctrica y gas natural en Colombia 2021-2035," Bogotá, 2020.
- [7] A. E. Atabani, A. S. Silitonga, I. A. Badruddin, T. M. I. Mahlia, H. H. Masjuki, S. Mekhilef, "A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 16, no. 4, pp. 2070-2093, 2012, doi: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.01.003>
- [8] S. Das, "The National Policy of bio-fuels of India – A perspective," *Energy Policy*, vol. 143, p. 111595, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.enpol.2020.111595>
- [9] D. Andrey, H. Susa, "Analysis of the power and torque performance of a diesel engine operating with palm biodiesel blends," *Ingeniería*, vol. 25, no. 3, 2020, doi: <https://doi.org/10.14483/23448393.15676>

- [10] A. E. F. Abomohra, M. Elsayed, S. Esakkimuthu, M. ElSheekh, D. Hanelt, "Potential of fat, oil and grease (FOG) for biodiesel production: A critical review on the recent progress and future perspectives," *Progress in Energy and Combustion Science*, vol. 81, p. 100868, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.peccs.2020.100868>
- [11] I. Amalia Kartika, M. Yani, D. Ariono, P. Evon, L. Rigal, "Biodiesel production from jatropha seeds: Solvent extraction and in situ transesterification in a single step," *Fuel*, vol. 106, pp. 111-117, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2013.01.021>
- [12] S. K. Duran, "A review on oil extraction and biofuels production from various materials," *Materials Today: Proceedings*, vol. 26, no. 2, pp. 261-265, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.11.223>
- [13] F. H. Kasim and A. P. Harvey, "Influence of various parameters on reactive extraction of *Jatropha curcas* L. for biodiesel production," *Chemical Engineering Journal*, vol. 171, no. 3, pp. 1373-1378, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ccej.2011.05.050>
- [14] A. A. Abou Kheira, N. M. M. Atta, "Response of *Jatropha curcas* L. to water deficit: Yield, water use efficiency and oilseed characteristics," *Biomass and Bioenergy*, vol. 33, no. 10, pp. 1343-1350, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2008.05.015>
- [15] X. Denga, J. Han, F. Yiin, "Net Energy, CO2 Emission and Land based Cost-Benefit Analyses of *Jatropha* Biodiesel: A case study of the Panzhuhua Region of Sichuan Province in China," *Energies*, vol. 5, pp. 2150-2164, 2012.
- [16] S. H. Shuit, K. T. Lee, A. H. Kamaruddin, S. Yusup, "Reactive extraction and in situ esterification of *Jatropha curcas* L. seeds for the production of biodiesel," *Fuel*, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2009.07.011>
- [17] N. Tuntiwattanapun, P. Usapein, C. Tongcumpou, "The energy usage and environmental impact assessment of spent coffee grounds biodiesel production by an in situ transesterification process," *Energy for Sustainable Development*, vol. 40, pp. 50-58, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.esd.2017.07.002>
- [18] B. Kim *et al.*, "Simplifying biodiesel production from microalgae via wet in situ transesterification: A review in current research and future prospects," *Algal Research*, vol. 41, no. November 2018, p. 101557, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.algal.2019.101557>
- [19] A. Martínez, G. E. Mijangos, I. C. Romero Ibarra, R. Hernández Altamirano, V. Y. Mena Cervantes, "In situ transesterification of *Jatropha curcas* L. seeds using homogeneous and heterogeneous basic catalysts," *Fuel*, vol. 235, no. July 2018, pp. 277-287, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.07.082>
- [20] Y. Liu, H. Lu, W. Jiang, D. Li, S. Liu, B. Liang, "Biodiesel production from crude *jatropha curcas* L. oil with trace acid catalyst," *Chinese Journal of Chemical Engineering*, vol. 20, no. 4, pp. 740-746, 2012, doi: [https://doi.org/10.1016/S1004-9541\(11\)60243-7](https://doi.org/10.1016/S1004-9541(11)60243-7)
- [21] A. Martínez-Silveira, R. Villarreal, G. Garmendia, C. Rufo, S. Vero, "Process conditions for a rapid in situ transesterification for biodiesel production from oleaginous yeasts," *Electronic Journal of Biotechnology*, vol. 38, pp. 1-9, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ejbt.2018.11.006>
- [22] J. Park, B. Kim, J. W. Lee, "In situ transesterification of wet spent coffee grounds for sustainable biodiesel production," *Bioresour Technol*, vol. 221, pp. 55-60, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.09.001>
- [23] G. Hincapié, F. Mondragón, and D. López, "Conventional and in situ transesterification of castor seed oil for biodiesel production," *Fuel*, vol. 90, no. 4, pp. 1618-1623, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.01.027>
- [24] B. Chidambaranathan, S. Gopinath, R. Aravindraj, A. Devaraj, S. Gokula Krishnan, J. K. S. Jeevaanathan, "The production of biodiesel from castor oil as a potential feedstock and its usage in compression ignition Engine: A comprehensive review," *Materials Today: Proceedings*, vol. 33, no. 1, pp. 84-92, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.205>

- [25] J. Huang, H. Xiao, X. Yang, F. Guo, X. Hu, "Effects of methanol blending on combustion characteristics and various emissions of a diesel engine fueled with soybean biodiesel," *Fuel*, vol. 282, no. July, p. 118734, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118734>
- [26] M. N. Siddiquee, S. Rohani, "Experimental analysis of lipid extraction and biodiesel production from wastewater sludge," *Fuel Processing Technology*, vol. 92, no. 12, pp. 2241-2251, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2011.07.018>
- [27] O. D. Samuel and O. U. Dairo, "A Critical Review of In-situ Transesterification Process for Biodiesel Production," *The pacific journal of science and technology*, vol. 13, no. 2, 2012.
- [28] A. W. Go, T. Y. N. Pham, Y. H. Ju, R. C. Agapay, A. E. Angkawijaya, K. L. Quijote, "Extraction of lipids from posthydrolysis spent coffee grounds for biodiesel production with hexane as solvent: Kinetic and equilibrium data," *Biomass and Bioenergy*, vol. 140, no. February, p. 105704, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105704>
- [29] F. Avellaneda, "Producción y caracterización de biodiesel de palma y de aceite reciclado mediante un proceso batch y un proceso continuo con un reactor helicoidal," *Universitatrovira i Virgili*, 2010.
- [30] S. Y. Lee, S. J. Park, "A review on solid adsorbents for carbon dioxide capture," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 23, pp. 1-11, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.09.001>
- [31] M. Y. Koh, T. I. Tinia, "A review of biodiesel production from *Jatropha curcas* L. oil," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 15, no. 5, pp. 2240-2251, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.02.013>
- [32] P. Verma, M. Sharma, "Review of process parameters for biodiesel production from different feedstocks," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 62, pp. 1063-1071, 2016.
- [33] H. Jaliliannosrati, N. A. S. Amin, A. Talebian Kiakalaich, I. Noshadi, "Microwave assisted biodiesel production from *Jatropha curcas* L. seed by two step in situ process: Optimization using response surface methodology," *Bioresource Technology*, vol. 136, pp. 565-573, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.02.078>
- [34] M. R. Sayed *et al.*, "Synthesis of advanced MgALDH based geopolymer as a potential catalyst in the conversion of waste sunflower oil into biodiesel: Response surface studies," *Fuel*, vol. 282, no. July, p. 118865, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118865>
- [35] P. Dey, S. Ray, A. Newar, "De fining a waste vegetable oil-biodiesel based diesel substitute blend fuel by response surface optimization of density and calorific value," *Fuel*, vol. 283, no. June 2020, p. 118978, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118978>
- [36] C. S. Latchugata, R. V. Kondapaneni, K. K. Patluri, U. Virendra, S. Vedantam, "Chemical Engineering Research and Design Kinetics and optimization studies using Response Surface Methodology in biodiesel production using heterogeneous catalyst," *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 135, pp. 129-139, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2018.05.022>
- [37] M. Tongroon, A. Suebwong, M. Kananont, J. Aunchaisri, N. Chollacoop, "High quality jatropha biodiesel (H-FAME) and its application in a common rail diesel engine," *Renewable Energy*, vol. 113, pp. 660-668, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.06.006>
- [38] S. Hamdan, W. Chong, J. H. Ng, C. Chong, S. Rajoo, "A study of the tribological impact of biodiesel dilution on engine lubricant properties," *Process Safety and Environmental Protection*, vol. 112, pp. 288-297, 2017.
- [39] N. Zainal, N. Zulkifli, M. Gulzar, H. Masjuki, "A review on the chemistry, production and technological potential of bio based lubricants," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 82, pp. 80-102, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.09.004>
- [40] M. Said, A. Elsayed, "The use of palm oil fatty acid methyl ester as a base fluid for a flat rheology high performance drilling fluid," *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 166, pp. 969-983, 2018.

- [41] J. McNutt, H. Quan, "Development of biolubricants from vegetable oils via chemical modification," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 36, pp. 1-12, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.02.008>
- [42] R. Caenn, H. Darley, R. George, R. Gray, *Composition and properties of Drilling and Completion fluids*. USA: Gulf professional publishing, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-804751-4.00001-8>
- [43] S. Pradhan, C. S. Madankar, P. Mohanty, S. N. Naik, "Optimization of reactive extraction of castor seed to produce biodiesel using response surface methodology," *Fuel*, vol. 97, pp 848-855, 2012, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2012.02.052>
- [44] W. N. W. A. Rashid, Y. Uemura, K. Kusakabe, N. B. Osman, B. Abdullah, "Synthesis of Biodiesel from Palm Oil in Capillary Millichannel Reactor: Effect of Temperature, Methanol to Oil Molar Ratio, and KOH Concentration on FAME Yield," *Procedia Chemistry*, vol. 9, pp. 165-171, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.proche.2014.05.020>
- [45] V. Aslan, T. Eryilmaz, "Polynomial regression method for optimization of biodiesel production from black mustard (*Brassica nigra* L.) seed oil using methanol, ethanol, NaOH, and KOH," *Energy*, vol. 209, p. 118386, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.energy.2020.118386>
- [46] G. Knothe and K. Steidley, "The effect of metals and metal oxides on biodiesel oxidative stability from promotion to inhibition," *Fuel Processing Technology*, vol. 177, pp. 75-80, 2018.
- [47] E. A. Hernández, G. Sánchez-Reyna, J. Ancheyta, "Evaluation of mixing rules to predict viscosity of petrodiesel and biodiesel blends," *Fuel*, vol. 283, no. June 2020, p. 118941, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118941>
- [48] M. Ghiasy Oskoe, H. Hatterman Valenti, E. Monono, and M. Agha Alikhani, "Blessed thistle a promising species on North Dakota, USA marginal lands: Agronomic productivity, oil properties and bio diesel potential," *Ecological Engineering*, vol. 155, no. 2019, p. 105908, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2020.105908>
- [49] M. S. Gad, S. Jayaraj, "A comparative study on the effect of nano-additives on the performance and emissions of a diesel engine run on *Jatropha* biodiesel," *Fuel*, vol. 267, 2019, p. 117168, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.117168>