

Análisis del rendimiento en la extracción de aceite de *Jatropha curcas* L. Por los métodos de extracción química y ultrasonido

Analysis in the extraction of oil from *Jatropha curcas* L. By the methods of chemical extraction and ultrasound

Said Saavedra Rincon¹, Jacipt Alexander Ramón Valencia², Jordi Rafael Palacios Gonzalez³.

¹Universidad de la Paz, Saavedra.said@hotmail.com

²Universidad de Pamplona, jacipt@unipamplona.edu.co.

³ Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito, jordipalaciosg@gmail.com

Fecha de recepción: 05/28/2018 Fecha de aceptación: 10/17/2018



Esta obra está bajo una licencia de Creative Commons Reconocimiento-No comercial-SinObraDerivada 4.0 internacional.

DOI: <https://doi.org/10.18041/1794-4953/avances.1.1394>

Como citar: Saavedra Rincón, S., Ramón Valencia, J. A. & Palacios González, J. R. (2018). Análisis del rendimiento en la extracción de aceite de *Jatropha curcas* L. por los métodos de extracción química y ultrasonido. *AVANCES: INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA*, 15 (1), 171-179. DOI: <https://doi.org/10.18041/1794-4953/avances.1.1394>

Resumen

En el presente trabajo se evaluó la influencia del solvente, de los métodos extracción en el rendimiento de aceite, y se realizó un procesamiento estadístico de los resultados a fin de validar la metodología empleada. El análisis fisicoquímico permitió determinar que no existen diferencias significativas entre el aceite extraído por los métodos empleados en el índice de acidez y en el índice de refracción, sin embargo si hubo diferencia en el índice de yodo, indicando que el aceite extraído por el método de Soxhlet presenta mayor estabilidad a la oxidación, el método de extracción que ofreció un mayor rendimiento, fue el asistido por ultrasonido alcanzando rendimientos del 29.79%, frente al 26.03% para la extracción por Soxhlet, el análisis de doble vía de Friedman de varianza por rangos de muestras relacionadas para la validación investigación evidencio que, existe diferencia significativa entre los rendimientos de los métodos.

Palabras clave: Análisis de doble vía de Friedman, *Jatropha Curcas* L, Soxhlet, Ultra sonido y yodo.

Abstract

This essay was focused on solvent influence and the extraction methods on the oil yield, which it made a statistical processing of the results was evaluated in order to validate the methodology applied. The physicochemical analysis is allowed to determine that there are not significant differences between the extracted oil by the methods used in the index acid taken off and the refractive index, however there was a significant difference in the iodine index, showing that the oil extracted using the Soxhlet method presents more stability into oxidation, the extraction method offered a higher yield, it was assisted by ultrasound which it reached yields of 29.79%, face to 26.03% by Soxhlet, extraction Friedman's double-way analysis is controlled by ranges related to validation research evidenced that, there is significant difference between the yields and the methods.

Keywords: Friedman's double-track analysis, *Jatropha Curcas* L, and Soxhlet, test, Ultra sound and iodine.

1. Introducción

Jatropha Curcas L. constituye en la actualidad, una de las materias primas más promisorias de granos oleaginosos con potencial para la producción de biodiesel, la potencia calórica de este aceite es de 9,470 kcal/kg similar a la de la palma africana 8,8225 kcal/kg, y la del Diésel es de 10,170 kcal/kg, por tanto, podría llegar a ser un sustituto viable para lograr una producción sostenible y estable del biodiesel [1]. Como también Coulson, 2014 [2] afirma que, industrialmente la extracción de aceite se realiza por métodos convencionales, resaltando que las técnicas clásicas de extracción con solventes a partir de material vegetal se basan en la correcta elección del solvente y condiciones como temperatura y agitación. Vinatoru et al. 2001 [3], demostraron que la extracción por solvente de compuestos orgánicos en materiales vegetales es significativamente más eficiente utilizando el

ultrasonido como coadyuvante. Con base en lo anterior, se buscó aportar al avance a nivel de ensayos escala laboratorio en métodos combinados de mayor eficiencia, amigables con el ambiente y compatibles con materias primas de posible potencial para su utilización la obtención de biocombustibles.

En este sentido, la identificación y aplicación de técnicas de extracción como el ultrasonido ha permitido la reducción del tiempo de proceso sino también de separación, según Rostagno, et al. 2003 [4] esta técnica es la más económica y tiene los requerimientos instrumentales más bajos entre las últimas técnicas de extracción desarrolladas, por tanto este trabajo como novedad combino la utilización de una fuente alternativa de aceite vegetal con potencial para la obtención de biodiesel y la combinación de métodos tradicionales de extracción de aceite y el método emergente usando ultrasonido.

2. Aceite crudo de *Jatropha curcas* L.

Jatropha Curcas L. se considera una especie promisorio como fuente de aceite vegetal (30-40%), además pueden contener hasta 60% de ácidos grasos en patrones similares a los aceites comestibles [5].

Según la normativa mexicana, el aceite crudo de *Jatropha curcas* L. Es un líquido graso de color amarillo pálido a amarillo oscuro obtenido por extracción mecánica y/o por extracción con solventes, proveniente de la semilla de *Jatropha* (*Jatropha curcas* L.) [6].

A nivel industrial la extracción de aceite se realiza por métodos convencionales "la extracción de un constituyente sólido por medio de un disolvente se denomina generalmente lixiviación o extracción sólido-líquido" [2]. Según las investigaciones de Achten et al. 2008 [7], la extracción química con n-hexano es la más común y la que exhibe mayor rendimiento con un 95-99% mientras que la extracción por prensado logra recuperar el 90-95% del aceite [8].

3. Materiales y métodos

Los frutos de *Jatropha Curcas* L. provenientes de Colombiana de Biocombustibles S.A se sometieron a un proceso de secado en el horno as mas MEMMERT – 854 SCHUTZART, a 103°C durante 24 horas, se retiró manualmente la cascarilla que cubre la semilla para extraer la almendra y realizar la respectiva separación. Se trituró la semilla

en un procesador de alimentos marca SAMURAI MOULINETTE; la muestra triturada se colocó en la tamizadora marca PINZUAR (400 μm – 3") hasta obtener un tamaño de partícula de 0,5 mm. Estas partículas de semilla se almacenaron en bolsas plásticas y herméticas en desecador. La muestra tamizada se analizó en el equipo de humedad marca METTLER TOLEDO HB43-S Halogen, considerando el 5% el valor para iniciar el proceso de extracción.

El diseño experimental se construyó de acuerdo a los hallazgos obtenidos por Giraldo et al., 2010 [9], los cuales emplearon el método de Soxhlet, con 30 g de semilla y 250 ml de solvente.

Para determinar el rendimiento de la extracción se utilizó la siguiente ecuación:

$$(\%)rendimiento = \frac{w_e}{w_t} \times 100 \quad (1)$$

Dónde:

w_e : masa del aceite de *Jatropha* extraído de la muestra y w_t : masa total de la muestra de semilla de *Jatropha*.

3.1 Extracción del aceite aplicando ondas de ultrasonido

La muestra se preparó en un matraz de 250 ml con 30g de semilla particulada y 150 ml de n-hexano, manteniendo la relación 5:1, se sometió al baño de ultrasonido marca ELMA TI-H-25 a 25 KHz, después de iniciar la operación, se retiró la muestra según los tiempos de exposición establecidos (120, 150 y 180 minutos).

A continuación, se realizó filtración al vacío para obtener la torta residual y con la ayuda del roto-evaporador se llevo a cabo la recuperación del n-hexano.

3.2 Extracción del aceite mediante el método Soxhlet

Se realizó el montaje de tres equipos soxhlet. En cada montaje se depositaron 150 ml de n-hexano y 30g de semilla particulada envueltas en papel filtro de celulosa, se determinó una temperatura de 69°C y se interrumpió la operación a los 120, 150 y 180 minutos de exposición.

Posteriormente cada replica de 120, 150 y 180 min se llevo al roto-evaporador a 90 rpm, 20 mbar de presión, y a 69°C. Terminado el tiempo de separación, se recuperó el n-hexano y el aceite se centrifugó a 3500 rpm por 13 minutos. El aceite crudo vegetal se depositó en un vial y se almacenó a 22°C para su posterior refinación, análisis fisicoquímico y por cromatografía.

3.3 Refinación del aceite de *Jatropha curcas* L.

Se realizó teniendo en cuenta las etapas de acidificación o desgomado, neutralización, lavado y secado de acuerdo a metodologías establecidas por NTC 218. Se determinaron parámetros fisicoquímicos tales como: Índice de humedad (NTC 287). Índice de acidez (NTC 218). Índice de yodo (NTC 283). Densidad (NTC 336). Índice de refracción (NTC 289) pH mediante método analítico.

3.4 Análisis por cromatografía

Se realizó por cromatografía de gases HP 5890 series II con detector de ionización de llama (FID) acoplado a computadora HP Pentium 4 con programa para procesamiento de datos (Agilent ChemStation). La columna empleada en el análisis fue Agilent's Biodiesel EN14103 FAME con diámetro interno de 0.32 mm, 30 m de largo y 0.25 mm de espesor de la película de la columna. La inyección se realizó en modo Split, el estándar interno utilizado fue el heptadecanoato de metilo. Las temperaturas del inyector y del detector fueron 250 °C y 300°C respectivamente, El flujo del gas portador (Helio) fue 1 ml/min, el del (Hidrogeno) fue de 40 ml/min y el flujo del aire 400 ml/min, el volumen de inyección fue de 1µl. El tiempo de detección correspondió a 27 min.

3.5 Análisis estadístico

Los datos obtenidos se analizaron mediante Software comercial (Statistical Products and Service Solution, SPSS versión 19.0. Inc., Chicago, IL, USA). Se realizó el análisis con pruebas no paramétricas, utilizando un nivel de significancia de 0.05, mediante la prueba de Friedman.

Hipótesis nula (H₀); no existen diferencias significativas al comparar los métodos en los parámetros analizados.

Hipótesis alterna (H_A); existen diferencias significativas al comparar los métodos en los parámetros analizados.

4. Resultados y Discusión

A continuación, en las Tablas 1 y 2 se relacionan los resultados obtenidos en el análisis fisicoquímico realizado a las muestras correspondientes a los ensayos de los métodos de extracción por ultrasonido y soxhlet.

Tabla 1. Resultados de análisis y pruebas fisicoquímicas del aceite de *Jatropha curcas* L. obtenido por Ultrasonido (Autor, 2018).

Tiempo exposición	Replica 1			Replica 2			Replica 3		
	120 min	150 min	180 min	120 min	150 min	180 min	120 min	150 min	180 min
Densidad 25°C (gr/ml)	0.832	0.843	0.854	0.865	0.813	0.833	0.853	0.816	0.849
pH	6.8	6.77	6.8	6.83	6.8	6.81	6.68	6.72	6.91
Acidez (% ácido oleico)	3.2826	3.2824	3.2825	3.2825	3.2826	3.2825	3.2824	3.2826	3.2827
Índice de refracción	1.457	1.459	1.455	1.46	1.459	1.458	1.455	1.456	1.457
IY (wijs)	1.267	1.5104	1.56	1.28	1.5204	1.5	1.25	1.6204	1.5
Rendimiento %	24.76	26.83	29.84	24.77	26.97	29.83	25.62	26.70	29.71

Tabla 2. Resultados de análisis y pruebas fisicoquímicas del aceite de *Jatropha curcas* L. obtenido por Soxhlet. (Autor, 2018).

Tiempo exposición	Replica 1			Replica 2			Replica 3		
	120 min	150 min	180 min	120 min	150 min	180 min	120 min	150 min	180 min
Densidad 25°C (gr/ml)	0.829	0.832	0.832	0.829	0.826	0.833	0.829	0.825	0.833
pH	6.81	6.75	6.75	6.83	6.8	6.81	6.68	6.72	6.91
Acidez (% ácido oleico)	3.8295	3.2826	3.1356	3.3887	3.2824	3.1762	3.3700	3.2824	3.1949
Índice de refracción	1.455	1.455	1.455	1.456	1.461	1.463	1.456	1.461	1.463
IY (Wijs)	1.267	3.801	3.801	1.255	3.815	3.811	1.26	3.85	3.815
Rendimiento %	22.22	25.25	26.13	22.93	25.38	25.98	23	25	26

A partir de los datos obtenidos de las pruebas fisicoquímicas realizadas durante la extracción de aceite de *J. curcas* L, aplicando los métodos de Ultrasonido y Soxhlet, en el cual se evidencio de manera general a excepción del rendimiento que los parámetros analizados

se encuentran dentro del nivel de significancia ($p < 0,5$) lo cual permite comprobar la hipótesis nula.

En la Tabla 3 se relaciona la prueba de Friedman para la comparación del porcentaje de rendimiento entre el método de ultrasonido y Soxhlet.

Tabla 3. Prueba de medianas y prueba de Friedman para los datos de rendimiento en Ultrasonido y Soxhlet. (Autor, 2018)

Resumen de prueba de hipótesis

	Hipótesis nula	Test	Sig.	Decisión
1	Las distribuciones de Rendimiento a los 120 min. Rendimiento a los 150 min and Rendimiento a los 180 min son las mismas.	Análisis de dos vías de Friedman de varianza por rangos de muestras relacionadas	.002	Rechazar la hipótesis nula.

Se muestran las significancias asintóticas. El nivel de significancia es de .05

Resumen de prueba de hipótesis

	Hipótesis nula	Test	Sig.	Decisión
1	Las medianas de rendimiento a los 120 min son las mismas entre las categorías de Método.	Prueba de mediana de muestras independientes	.100 ¹²	Retener la hipótesis nula.
2	Las medianas de rendimiento a los 150 min son las mismas entre las categorías de Método.	Prueba de mediana de muestras independientes	.100 ¹²	Retener la hipótesis nula.
3	Las medianas de rendimiento a los 180 min son las mismas entre las categorías de Método.	Prueba de mediana de muestras independientes	.100 ¹²	Retener la hipótesis nula.

Se muestran las significancias asintóticas. El nivel de significancia es de .01

1 Se muestra la significancia exacta para esta prueba.

2 Sig. exacta de Fisher

En este sentido, se evidencia que existen diferencias ($p < 0.5$) entre el porcentaje de rendimiento en los dos métodos, por lo que se comprueba la hipótesis alternativa.

Tabla 4. Prueba de Friedman para rendimiento en Ultrasonido

Resumen de prueba de hipótesis

	Hipótesis nula	Test	Sig.	Decisión
1	Las distribuciones de Rendimiento a los 120 min. Rendimiento a los 150 min and Rendimiento a los 180 min son las mismas.	Análisis de dos vías de Friedman de varianza por rangos de muestras relacionadas	.050	Rechazar la hipótesis nula.

Se muestran las significancias asintóticas. El nivel de significancia es de .05

Tabla 5. Prueba de Friedman para rendimiento en Soxhlet

Resumen de prueba de hipótesis

	Hipótesis nula	Test	Sig.	Decisión
1	Las distribuciones de Rendimiento a los 120 min. Rendimiento a los 150 min and Rendimiento a los 180 min son las mismas.	Análisis de dos vías de Friedman de varianza por rangos de muestras relacionadas	.050	Rechazar la hipótesis nula.

Se muestran las significancias asintóticas. El nivel de significancia es de .05

A continuación, en la Figura 1 se observa la relación de los métodos de extracción con el tiempo de exposición, en los cuales se encontraron diferencias

significativas para los tratamientos. A mayor tiempo de exposición, mayor es el porcentaje de aceite. Se observó el mayor rendimiento en el tratamiento

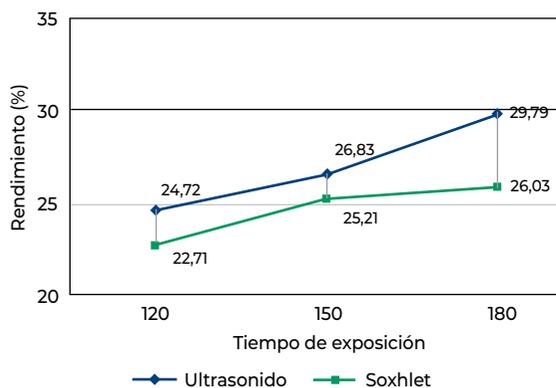


Figura 1. Comparación del rendimiento en la extracción de aceite de semilla de *Jatropha Curcas L.* por métodos de ultrasonido y Soxhlet. (Autor, 2018). En este orden de ideas, la combinación de solvente y el ultrasonido en la extracción de aceites vegetales usando semillas de *Jatropha curcas* como fuente potencial para la obtención de biodiesel, además de novedoso evidencio un aumento de más del 3% en el pico máximo de rendimiento por encima del método convencional de extracción por solvente, generándose una ventana de interés a nuevos estudios que optimicen condiciones para hacer aun mas eficiente la extracción por este método.

por ultrasonido con 29.79% y en Soxhlet un 26.03%. Sin embargo, la extracción por Soxhlet se reporta con niveles inferiores a los reportados por A. Abdulhamid et al., 2013 [10], que obtuvieron un porcentaje de extracción de 42.19% y Enciso-Garay et al., 2014 [11], valores de 34.5 %. Según García & Lozada, 2012 [12], este fenómeno hace referencia al efecto de la cavitación producida por las ondas de ultrasonido sobre las células de la almendra, que causa rompimiento de su estructura mejorando la difusividad de los componentes internos, los cuales son disueltos y arrastrados por el solvente

4.1 Resultados Análisis Físicoquímico

A partir de las muestras obtenidas una vez aplicados los métodos de extracción se encontró que el promedio para el índice de acidez con el método de ultrasonido fue de 3.28% y el de soxhlet fue de 3.32%, lo anterior permite inferir que la estabilidad a la formación de ácidos grasos libres es mayor con el aceite extraído por ultrasonido. El promedio del índice de refracción del método de Soxhlet fue de 1.45 y el método de ultrasonido 1.29, estos resultados se encuentran dentro de los límites expresados según la norma mexicana 1.45 – 1.46 (NMX, 2012). En cuanto al índice de Yodo en el método de ultrasonido en promedio fue de 53.08g, mientras que en el método de Soxhlet el promedio del índice fue de 23.96g, por lo que se afirma que el aceite obtenido por el método de Soxhlet presenta mayor estabilidad oxidativa que el método de ultrasonido, sin embargo estos resultados son inferiores a los exigidos según la Norma Mexicana(2012), para aceites de *Jatropha*, que establece un mínimo de 90g. Así mismo, la densidad según los resultados obtenidos, mostró que no hay diferencias significativas entre los tiempos de cada método, reflejando mayor variación en las muestras por el método de ultrasonido.

Finalmente en los que se refiere al perfil lipídico de ácidos grasos presentes en el aceite extraído de la semilla de *Jatropha curcas L.*, el cual se obtuvo mediante la determinación y cuantificación de metil ésteres por cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC-FID),

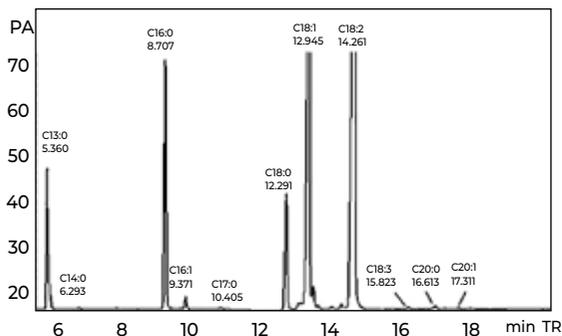


Figura 2. Perfil lipídico del aceite de *Jatropha curcas* L. (Autor, 2018)

Tabla 6. Ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de *Jatropha curcas* L.

Ácidos grasos	Autor	Norma PROY-NMX-F-590-SCFI-2008	
	%*	Mínimo	Máximo
Ácido Mirístico C14:0	0,18	0	1,4
Acido Palmítico C16:0	11,4	3	17
Ácido Palmitoleico C16:1	0,55	0,7	0,9
Ácido Esteárico C18:0	2,27	5	10
Ácido Oleico C18:1	47,1	34	64
Ácido Linoleico C18:2	36,7	18	45
Ácido Linolénico C18:3	0,11	0,2	

* Porcentaje estimado de ácidos grasos en el aceite de *Jatropha curcas* L. (Semillas suministradas por Colombiana de Biocombustibles S.A)

siguiendo los parámetros exigidos por la norma UNE-EN 14103, para esteres metílicos de los ácidos grasos (FAME), se puede evidenciar en la tabla 6 y en la Figura 2 el perfil del aceite vegetal de *Jatropha Curcas* L., en el cual se indican los ácidos grasos identificados y presentes en dicho aceite los cuales corresponden a: mirístico (C14:0), palmítico (C16:0), palmitoleico (C16:1), esteárico (C18:0), oleico (C18:1), linoleico (C18:2), y linolénico (C18:3). Se confirmó que en el aceite de *Jatropha* predominan los ácidos grasos no-saturados: oleico y linoleico, mientras que los saturados

palmítico y esteárico se encuentran en menor proporción, los valores registrados en el estudio se encuentran dentro de los límites expresados por la norma PROY-NMX-F-590-SCFI-2008 para aceite de *Jatrofa*.

5. Conclusiones

Los resultados obtenidos en este ensayo, de acuerdo al perfil lipídico obtenido en el análisis cromatográfico de las muestras de aceite extraídas por los dos métodos, constatan que no hubo diferencias significativas entre la composición de las muestras, ya que los dos métodos no afectan la calidad de aceite y sus características fisicoquímicas evaluadas permiten que el aceite cumpla con los requisitos exigidos por la norma NMX-F-590-SCFI-2008 permitiendo su uso industrial en biocombustibles.

El análisis fisicoquímico permitió determinar que no existen diferencias ($p < 0,5$) entre el método de ultrasonido y Soxhlet. No obstante, el porcentaje más alto de extracción de aceite se evidencio con la aplicación de ondas de ultrasonido registrando 3,76% más de rendimiento que el método de Soxhlet, este comportamiento puede obedecer al efecto de cavitación que se genera en el método asistido por ultrasonido.

El análisis estadístico aplicando la prueba de doble vía de Friedman, permitió aceptar la hipótesis nula en los parámetros de densidad, pH, índice de acidez e índice de refracción donde no se presentaron diferencias significativas, y validar la hipótesis alterna para el índice de Yodo y el porcentaje de rendimiento reportando

diferencias significativas entre los dos métodos de extracción, observándose un mejor comportamiento en el método de Ultrasonido.

Referencias

- [1] Gómez, S., Villegas, Z. & Patricio S. (2011). *Diseño y construcción de una máquina tipo expeller para la extracción de aceite vegetal a partir de la semilla de la Jatropha Curcas con capacidad de 200 kilogramos/hora*. La Universidad de las Fuerzas Armadas – ESPE, Sangolqui, Ecuador.
- [2] Coulson, J. M. & Richardson, J. F. (2003). *Ingeniería Química, operaciones básicas* Tomo II. Reverté, Barcelona.
- [3] Vinatoru, M. (2001). An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs. *Ultrasonics Sonochemistry*, 8, 303-313.
- [4] Rostagno, M. Palma, M. & Barroso, C. (2003). Ultrasound-assisted extraction of soy isoflavones. *Journal of Chromatography A*, 1012, 119-128.
- [5] De la Vega, J. *Jatropha Curcas L. Boletín Agroenergía*. Consultado el 10 de marzo, 2018, en: <http://www.corpoica.org.co/sitioweb/Documento/JatrophaContrataciones/ManualJatropha>.
- [6] Estado de México. Secretaría de Economía. (2010). NMX-F-590-SCFI-2009 Norma Mexicana: aceites y grasas vegetales o animales -Aceite de Jatrofa – Especificaciones.
- [7] Achten, W., Verchot, L., Franken, Y. E., Singh, V. P., Aerts, R. & Muys, B. (2008). Jatropha bio-diesel production and use. *Biomass & Bioenergy*. 32, 1063-1084.
- [8] Brossard, C. O. Ferrari, R. A., Pighinellia, A. L., & Park, J. (2009). Evaluación preliminar del etanol anhidro como solvente en la extracción de aceite de semillas de jatrofa (*Jatropha curcas L.*) *Grasas y aceites*, 61, 3, 295-302.
- [9] Giraldo H. A., Velásquez Jiménez, J. A., & Cuartas Zapata, P. A. (2010). Extracción con solventes y purificación de aceite a partir de semillas de *Jatropha Curcas*. *Revista Investigaciones Aplicadas*, 4(2), 77-86. Recuperado de <https://revistas.upb.edu.co/index.php/investigacionesaplicadas/article/view/719>.
- [10] Abdulhamid, I., Fakai, I. M., Sani, I., Warra, A. A., Bello, F. & Nuhu, B. (2013). Extraction, physicochemical characterization and phytochemical screening of *Jatropha curcas L.* seed oil. *J. Nat. Prod. Plant Resour.*, 3, 5,26-30.
- [11] Enciso-Garay, C., Vergara, F. A., & Santacruz Oviedo, V. R., (2013). Calidad de semillas en colectas y accesiones de *Jatropha curcas L.* *Idesia (Arica)*, 31, 2, 49-53. <https://dx.doi.org/10.4067/0718-34292013000200007>