



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIERREZ

REPORTE DE RESIDENCIA

“ Evaluación del método de pretratamiento de aceite de especies oleaginosas disponibles en el estado de Chiapas, para la producción de bioqueroseno”

**01 de Diciembre del 2013
Tuxtla Gutiérrez, Chiapas**

Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez

Ingeniería Bioquímica



“Evaluación del método de pretratamiento de aceite de especies oleaginosas disponibles en el estado de Chiapas, para la producción de bioqueroseno

Presenta:

DOMÍNGUEZ FLORES LAURA PATRICIA

Asesor:

Dra. Rocio Meza Gordillo

Agosto-Diciembre 2013

Tuxtla Gutiérrez, Chiapas a 2 de Diciembre de 2013

INDICE

CAPITULO 1. INTRODUCCION	4
CAPITULO 2. JUSTIFICACION	6
CAPITULO 3. OBJETIVOS	8
CAPITULO 4. CARACTERISTICAS DEL AREA EN QUE PARTICIPO	9
CAPITULO 5. PROBLEMAS A RESOLVER PRIORIZANDOLOS	12
CAPITULO 6. ALCANCES Y LIMITACIONES	13
CAPITULO 7. FUNDAMENTO TEORICO	14
CAPITULO 8. PROCEDIMIENTOS Y DESCRIPCION DE ACTIVIDADES REALIZADAS	22
CAPITULO 9. RESULTADOS	31
CAPITULO 10. CONCLUSIONES	41
CAPITULO 11. RECOMENDACIONES	42
CAPITULO 12. BIBLIOGRAFIA	43

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN

El presente proyecto de residencia denominado “Evaluación del método de pretratamiento de aceite de especies oleaginosas disponibles en el estado de Chiapas, para la producción de bioqueroseno”, busca optimizar las condiciones de obtención y refinación de los aceites de las especies oleaginosas del estado, como es *Ricinnus Communis* y *Jatropha Curcas*.

Este estudio, se llevara a cabo en el Polo Tecnológico Nacional para el Desarrollo de Investigación y Pruebas Analíticas en Biocombustibles; ya que con el propósito de fortalecer los esfuerzos del Gobierno Estatal y de la sociedad civil para impulsar el desarrollo de la industria de los bioenergéticos, tiene como fin principal la certificación de sus materias primas e insumos y productos finales, permitiendo alcanzar los estándares de calidad que exigen los mercados globalizados. Este edificio cuenta con equipamiento necesario para el desarrollo de la caracterización y producción de combustibles.

La importancia de este estudio se debe a la necesidad de verificar y optimizar la extracción y los tratamientos posteriores para su refinación física de los aceites obtenidos de semillas silvestres, y con esto poder tener un mejor rendimiento durante la extracción además de poder comprobar que el pretratamiento usado mejora las condiciones del aceite, así como su estabilidad y por lo tanto tener cambios en lo que se refiere a la duración de su vida útil. Por esta razón, en este proyecto nos enfocaremos en la comportamiento de los aceites desde su obtención hasta su refinación, quedando listo para su transformación a Biocombustible.

Los antecedentes dicen que la producción de combustibles alternativos de los fósiles a partir de sustancias renovables adquirió en los últimos años un relevante impulso a escala mundial. Las motivaciones han sido, entre otras, el inevitable agotamiento de los fósiles en un lapso relativamente corto considerado a escala histórica, las periódicas crisis del petróleo y/o alza de precios, el denominado efecto invernadero provocado por la acumulación de anhídrido carbónico en la atmósfera.

Sin embargo, en la actualidad se está generando una gran controversia sobre la producción de biocombustibles, debido a que se dice estar atentando contra la seguridad alimentaria del mundo, al destinar gran cantidad de materia prima para su elaboración, generando una escasez de alimentos tanto para consumo humano, como para consumo animal. Por tal razón, se está investigando en otras fuentes o cultivos alternativos generadores de materia prima. Ante esta realidad se plantea la necesidad de incentivar la producción de

rubros poco explotados con los cuales se podría competir exitosamente. Uno de ellos se basa en la extracción y refinación de aceites a partir de fuentes naturales no convencionales, tal es el caso del aprovechamiento del piñón (*Jatropha curcas*) e higuierilla (*Ricinus communis*), determinando para ello el grado de acidez, el índice de peróxido y el perfil de ácidos grasos en el aceite crudo y refinado; debido a la fácil adaptabilidad de estos cultivos a condiciones extremas de suelo y clima, los mismos que en el ámbito local son considerados como malezas de poco valor nutricional y comercial.

CAPITULO II. JUSTIFICACIÓN

Actualmente la civilización mundial moderna usa fósiles como combustibles, siendo éste el 90% de la energía utilizada para conservar el estilo de vida humano utilizando combustibles fósiles como hulla, petróleo y gas natural (Hill, *et al.*1999). Los derivados del petróleo son los combustibles básicos en automoción, el precio depende de la extracción cracking del petróleo y de su escasez. La mayoría de las necesidades energéticas del mundo se suplen a través de fuentes petroquímicas, carbón y gases naturales, con excepción de la hidroelectricidad y la energía nuclear, todas estas fuentes son finitas y las tasas de uso actuales las consumirán pronto.

El crecimiento económico está siempre acompañado por un aumento proporcional en el transporte. La alta demanda de energía en los países industrializados, así como en el sector doméstico, y los problemas de contaminación causados por el uso generalizado de combustibles fósiles hacen cada vez más necesario el desarrollo de las fuentes de energía renovables de duración ilimitada y un menor impacto ambiental que el tradicional (Meher, *et al.* 2006). En consecuencia, el mundo se enfrenta a la doble crisis de agotamiento de los combustibles fósiles y la degradación del medio ambiente. La extracción indiscriminada y el consumo de combustibles fósiles han conducido a una reducción en las reservas de petróleo. Esta situación ha llevado a la búsqueda de combustibles alternativos, que no sólo debe ser sostenible, sino también ambientalmente amigable.

Para los países en desarrollo, los combustibles de origen biológico, tales como el alcohol, aceites vegetales, biomasa, biogás, combustibles sintéticos, etc., son cada vez más importantes. Estos combustibles se pueden utilizar directamente, mientras que otros necesitan algún tipo de modificación antes de su utilización como sustituto de los combustibles convencionales (Barnwal-Sharma,2009). El mundo se acerca a una década donde los combustibles fósiles empiezan a tener una curva descendente en cuanto a la cantidad de reservas que tiene el planeta. Esta disminución originará un alza gradual de los precios debido a que empezará a ser escaso (Villaraga,2007).

La Unión Europea, especialmente Francia y Alemania, son los mayores productores de biocombustibles, con el 88% de la producción mundial, seguida por Estados Unidos con el 8%. La producción global de biocombustibles alcanza solo la decima parte de la producción mundial de

etanol. Ante esta situación la necesidad de aminorar los gases de efectos invernadero y darle solución a la parte energética con biocombustibles, pero para ello se está trabajando con materias primas agrícolas, es por ello que para asumir los nuevos retos y para evitar las tensiones económicas y sociales que se están produciendo actualmente debido al alza de los precios agrícolas y al desabastecimiento de los mercados, es preciso encontrar y optimizar los procesos para semillas de segunda generación para la producción de biocombustibles y con esto poder potenciar la introducción de biorrefinerías integradas.

De manera especial, hay que seguir buscando nuevos combustibles para aquellos modos de transporte, como el avión, que difícilmente van a poder utilizar motores eléctricos para impulsar su desplazamiento. El queroseno también comienza a tener problemas de producción y suministro y, además, su compra nos resulta cada vez más cara, lo que impacta sobre los precios del billete aéreo. Ante esta tesitura, las investigaciones se han centrado en buscar un carburante alternativo al queroseno o combustible de aviación. Hoy en día, y fruto de dichas investigaciones, se tienen muchas esperanzas de que la producción de bioqueroseno a partir aceites obtenidos de plantas de segunda generación, siendo esto el principal motivo de este proyecto.

En Polo Tecnológico Nacional para el Desarrollo de Investigación y Pruebas Analíticas en Biocombustibles requiere estudiar las condiciones de extracción y refinación más adecuados para las especies oleaginosas que se encuentran en el estado de Chiapas y de esta manera se permita establecer las técnicas para tener procesos eficientes. Todo lo anterior para tener miras hacia el futuro para poder establecer en el estado de Chiapas una Biorrefinería y con ello traer consigo un crecimiento tanto para la sociedad como para la investigación de la región.

CAPITULO III. OBJETIVOS

- **Objetivo General:**

Evaluar los procesos de extracción y purificación de aceite, proveniente de materias primas oleaginosas del estado de Chiapas.

- **Objetivos específicos:**

- I. Identificar de las diversas especies oleaginosas del estado de Chiapas,
- II. Extraer aceite de las semillas oleaginosas factibles para este estudio.
- III. Determinar las principales características fisicoquímicas de los aceites de semillas oleaginosas obtenidas dentro del estado para la obtención de biocombustible, tales como densidad, viscosidad, índice de acidez, índice de peróxidos y estabilidad oxidativa
- IV. Realizar revisión bibliográfica de los procesos de pretratamiento de aceites para la producción de Biocombustibles requeridos para la aviación.
- V. Analizar de manera comparativa los procesos de pretratamiento de aceites con base a sus rendimientos e impactos.

CAPITULO IV. CARACTERIZACION DEL AREA EN QUE PARTICIPO

Dado que la residencia profesional se realizó dentro del Polo Tecnológico Nacional para el Desarrollo de Investigación y Pruebas Analíticas en Biocombustibles efectuado dentro del Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez (ITTG) el cual se encuentra en el municipio de Tuxtla Gutiérrez correspondiente al estado de Chiapas el cual tiene como coordenadas geográficas 16°45'24"N presenta un clima que varía de cálido subhúmedo con lluvias en verano; semicálido subhúmedo y templado con lluvias en verano (INEGI geografía, 2001).

Para la obtención de las muestras de los frutos de la planta *Ricinus Communis* mejor conocida como Higuierilla o Ricino se efectuó en la región Frailesca dentro del municipio de Villaflores perteneciente al estado de Chiapas, teniendo coordenadas geográficas de 16° 14' 0" N 93° 17' 0" O a una altitud de 540 msnm, en este municipio se presentan una variedad de climas las cuales sobresalen Cálido subhúmedo con lluvias en verano, semicálido húmedo con abundantes lluvias en verano y templado húmedo con abundantes lluvias en verano (INEGI geografía, 2008) y en las misma región para *Jatropha Curcas L* en el municipio de El Parral, Chiapas en las coordenadas 16°22'N, 93°00'O y 620 msnm de altitud, presenta similares condiciones que el municipio de Villaflores. Para la zona centro tomamos a Tuxtla Gutiérrez como referencia 16° 45'N 93°07'O con una altitud 600 msnm.

La obtención del aceite, caracterización y pretratamiento (purificación) del aceite obtenido se efectuó en el Laboratorio de Caracterización de Materias Primas del Polo Tecnológico Nacional para el Desarrollo de Investigación y Pruebas Analíticas en Biocombustibles efectuado dentro del Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez (ITTG).

4.1 Antecedentes.

En la década de los 70's, se incorpora el estado de Chiapas al movimiento educativo nacional extensión educativa, por intervención del Gobierno del Estado de Chiapas ante la federación. Esta gestión dio origen a la creación del Instituto Tecnológico Regional de Tuxtla Gutiérrez (ITRTG) hoy Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez (ITTG).

En el año 1974 dio inicio la modalidad en el nivel superior, ofreciendo las carrera de Ingeniería Industrial en Producción y Bioquímica en Productos Naturales. En 1980 se amplió la oferta educativa al incorporarse las carreras de Ingeniería Industrial Eléctrica e Ingeniería Industrial Química.

Desde 1997 el Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez ofrece la Especialización en Ingeniería Ambiental como primer programa de postgrado. Para 1998 se estableció el programa interinstitucional de postgrado con la Universidad Autónoma de Chiapas para impartir en el Instituto Tecnológico la Maestría en Biotecnología.

Finalmente a partir de 2000 se abrió también la Especialización en Biotecnología Vegetal y un año después dio inicio el programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Bioquímica y la Licenciatura en Informática.

4.2 Misión

Formar de manera integral profesionistas de excelencia en el campo de la ciencia y la tecnología con actitud emprendedora, respeto al medio ambiente y apego a los valores éticos.

4.3 Visión

Ser una institución de excelencia en la educación superior tecnológica del sureste, comprometida con el desarrollo socioeconómico sustentable de la región.

4.4 Valores

Dentro de este apartado se tiene como principales valores que se deben de buscar en la formación de los jóvenes estudiantes, los siguientes puntos:

- El ser humano.
- El espíritu de servicio.
- El liderazgo.
- El trabajo en equipo.
- La calidad.
- El alto desempeño.
- Respeto al medio ambiente

4.5 Localización

El Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez se encuentra ubicado en la Carretera Panamericana Km.1080 Terán, Chiapas. (Figura 4.5.1)



Figura 4.1 Localización del Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez, Chiapas.

4.6 Instalación.

El Polo Tecnológico Nacional para el Desarrollo de Investigación y Pruebas Analíticas en Biocombustibles, es un laboratorio de referencia en análisis para pruebas de aceites para combustibles, teniendo como tarea ofrecer servicios de alta calidad.

Figura 4.2 Polo Tecnológico Nacional para el Desarrollo de Investigación y Pruebas Analíticas en Biocombustible



CAPITULO V. PROBLEMAS A RESOLVER PRIORIZANDOLOS

Debido al nivel de contaminación en nuestro medio ambiente, es de gran importancia emplear técnicas y metodologías que ayuden a su recuperación. Como se ha mencionado, el auge que ha tomado el poder generar biocombustibles nobles para nuestro medio es el día a día en todo el mundo.

La gran necesidad de buscar semillas oleaginosas capaces de producir un aceite de calidad pero catalogado como de segunda generación dentro de nuestras tierras que son fértiles. Todo esto, para poder ir trazando con miras a futuro el implementar una industria dedicada a esta rama desde el campo a su transformación que permita el desarrollo de nuestro estado.

La producción de Bioqueroseno puede ser la mejor opción ya que aun falta mucha cultura en nuestra sociedad para poder ver automóviles capaces de usar biocombustibles, es por ello que ante la necesidad que tiene este sector que es la aviación, ya que la mayoría de vuelos internacionales deberán de comenzar a cumplir con la nueva normatividad a nivel mundial de usar bioqueroseno o bien una mezcla de este combustible. Es ahí donde podremos tener el apoyo necesario y así poder estudiar la capacidad de la implementación de una Biorefinería en Chiapas.

Todo esto con semillas recuperadas de nuestros campos que no requieran de grandes cuidados pero que si nos den rendimientos eficientes, además de tener un tratamiento previo de costos mínimos para poder obtener un ciclo de producción de calidad desde el aceite hasta nuestro producto final.

CAPITULO VI. ALCANCES Y LIMITACIONES

6.1 ALCANCES

Dentro de este apartado hay que rescatar el hecho de poder tener una extracción eficiente de los aceites en un tiempo corto (8 horas) a nivel laboratorio, de las dos zonas que se seleccionaron. De igual manera se pudieron realizar parámetros fisicoquímicos de todas las muestras así como su perfil de ácidos grasos. En el caso de la refinación se pudo obtener un tratamiento de insumos baratos y de calidad.

6.2 LIMITACIONES

Dentro de las limitaciones del proyecto esta la falta de reactivos para realizar ciertos parámetros de la caracterización de las muestras de aceite como índice de Yodo, así como en el caso de la refinación la escasez de tierras blanqueadoras. También para poder realizar la esterificación de las muestras de aceites para obtener el perfil de ácidos grasos, hizo falta Trifluoruro de Boro, lo cual no permitió tener un duplicado de nuestras muestras para poder tener perfil eficiente.

CAPITULO VII. FUNDAMENTO TEORICO

7.1 Combustibles para aviación

7.1.1 Combustibles fósiles

El combustible fósil utilizado en la actualidad para aviación tanto civil como militar es el Queroseno, una fracción ligera obtenida de la destilación del petróleo en refinería. En el caso de la aviación civil el más utilizado es el denominado Jet A1 y en el caso de la aviación militar, el JP-8. Otras fuentes fósiles también utilizadas, aunque en menor medida, son las arenas bituminosas, las pizarras bituminosas y el gas natural condensado.

Existen otros combustibles fósiles, alternativos al queroseno, denominados de forma genérica combustibles sintéticos. Entre ellos podemos encontrar los siguientes:

- ULS→Combustible sintetizado a partir de petróleo en un proceso que reduce al mínimo su contenido en azufre.
- CTL→Combustible sintético procedente de procesos Fischer Tropsch a partir de carbón
- GTL→Combustible sintético procedente de procesos Fischer Tropsch a partir de gas natural
- Hidrógeno líquido (criogenizado) →Obtenido a partir de hidrocarburos, generalmente gas natural

7.1.2 Biocombustibles

Las empresas de aviones comerciales y comunidades de desarrollo han estado investigando la viabilidad de la utilización de combustibles alternativos para largo, mediano y corto plazo. En la actualidad, se ha dado un enfoque a utilizar llamado "drop in" para el reemplazo de combustible jet, que puede consistir en una mezcla de queroseno y combustible sintético, será posible para su uso en aeronaves existentes y corto plazo. Para el caso de Aviones de futuro a medio plazo puede utilizar un bio-jet y sintéticos mezcla de combustible en diseños de aviones ultra-eficientes; y en largo plazo, contar con aeronaves diseñadas específicamente para utilizar un bajo o combustible sin emisiones de carbono (Corporan *et al.*, 2007).

Bajo el nombre de biocombustibles se engloban todos aquellos combustibles líquidos o biocarburantes que proceden de materiales biológicos no fosilizados, fundamentalmente plantas (OBSA, 2010). De entre ellos resaltan:

- BTL (Biomass To Liquid). Combustible sintetizado a partir de biomasa mediante procesos Fischer-Tropsch.

- Bioqueroseno (HRJ) Obtenido a partir del hidrotreatmento de aceites vegetales con bajo contenido en carbono, como el aceite de coco.
- Bioetanol. Obtenido a partir de la fermentación de azúcares.

Los biocombustibles podrían suministrar entre 35 y el 100 % de la demanda global de combustible para aviación en 2050, teniendo en cuenta su alto potencial en ahorros de gases de efecto invernadero (GEI), siempre y cuando los riesgos relacionados con el cambio del uso del suelo, sean manejados eficazmente (Bauen *et al.*, 2009).

El proceso de transformación puede ser bioquímico (mediante microorganismos y enzimas), químico o termoquímico. A partir del aceite vegetal se suele obtener un combustible de alto contenido energético. El procedimiento se ha ido mejorando para que el combustible resulte estable ante las situaciones extremas de presión y temperatura de los vuelos. Según los avances tecnológicos en su desarrollo, habitualmente se distingue entre de biocombustibles de primera, segunda y tercera generación.

- Cultivos de primera generación: soja, colza, coco y palma aceitera, son utilizados en la industria convencional para producir aceites para consumo humano y cosmética.
- Cultivos de segunda generación: jatropha, ricino, camelina y halofitas, que no compiten con los cultivos alimentarios tradicionales ni por el suelo ni por el agua y tienen elevadas productividades de aceites.
- Cultivos de tercera generación: microalgas. Con el uso de superficie más limitado, no requiere suelo, ya que puede cultivarse en biorreactores o directamente en el mar, por lo que su competencia por los recursos es la menor por cantidad de combustible producida.

7.1.3 Bioqueroseno

Los aceites vegetales y de algas se pueden convertir en un combustible de aviación general llamado chorro tratada con hidrógeno renovable (HRJ), aunque también se conoce a veces como Bio-SPK (Queroseno parafínico sintético).

Para cada materia prima, el proceso de producir el aceite se da en las siguientes secciones:

1. Producción de aceites vegetales a partir de cultivos (cultivo, secado y el almacenamiento, la extracción de Aceite), llevado a la instalación de Hidrotreatmento.
2. Recolección de aceite de cocina usado o de sebo, seguido por el transporte de estos aceites para la instalación de hidrotreatmento.

En la instalación, las impurezas se eliminan de los aceites (desgomado); entonces son climatizada y tratada con hidrógeno.

La mayoría de los cultivos de aceite producen triacilglicéridos que contienen ácidos grasos con un número de carbonos en el intervalo de C14 para C20. Esto es superior a los de C8 a C16 moléculas necesarias para el combustible para aviones. Por consecuencia esto nos traería un rendimiento del 10%. Para aumentar el rendimiento de compuestos de queroseno adecuados para combustible de avión, se debe incluir un proceso de manera selectiva adicional. Respecto a querosenos parafínicos sintéticos bioderivados (Bio-SPK), el estudio más destacable es el de Kinder & Rahmes (2009), que documentan un trabajo llevado a cabo por un consorcio de empresas de los sectores de la aviación y de la fabricación de aeronaves, motores y componentes, en el que se destaca, el procedimiento de elaboración del biocombustible y las pruebas de vuelo realizadas para el examen de su comportamiento de cara a su certificación para el uso en la aviación comercial. El procedimiento consta de las siguientes fases:

- i) El aceite se limpia para eliminar impurezas utilizando procedimientos de limpieza de aceite estándar.
- ii) El aceite se convierte en parafina de cadena corta, mediante un proceso en el que se eliminan las moléculas de oxígeno del aceite convirtiendo, por reacción con hidrógeno, todas las olefinas en parafinas de cadena corta con un número de carbonos en el rango de un diésel, de tal manera que, al eliminar los átomos de oxígeno, el poder calorífico del combustible obtenido aumenta y, al eliminar las olefinas, aumenta la estabilidad térmica del combustible y su estabilidad a la oxidación.
- iii) Se isomerizan y craquean las parafinas, convirtiéndose en parafinas con un número de carbonos en el rango del queroseno.
- iv) El producto obtenido es un combustible denominado Bio-SPK que contiene el tipo de partículas propio de un queroseno convencional procedente del petróleo.



Figura 7.1 Ciclo de producción del bioqueroseno

El rendimiento de querosenos parafínicos de este proceso es de 50 a 70 % (Holmgren, 2009). Finalmente, se probaron diversas composiciones del bioqueroseno obtenido mediante este procedimiento, mezcladas al 50% con Jet A1, en vuelos de aeronaves de varias compañías aéreas distintas. Esta ejecución permitió constatar el cumplimiento de las diversas normas de la ASTM correspondientes a las propiedades del queroseno de aviación comercial (Garrain *et al*, 2012).

En Junio de 2011 la American Society for Testing and Materials (ASTM) aprobó el uso del 50% de bioqueroseno producido a partir de camelina para su utilización en vuelos comerciales.

Se han realizado diversos vuelos con bioqueroseno a partir de aceite de camelina, tanto civiles como militares:

- KLM Flight - Noviembre 2009
- U.S Navy - F/A Super Hornet- Abril de 2010
- Lufthansa - BurnFair program 2011/2012
- IBERIA - Octubre 2011

No obstante, también es factible la obtención de estos querosenos a partir demtransesterificación de aceite vegetal, como se demuestra en el estudio de Rodriguez de la Rubia (2010), partiendo del coco como materia prima.

7.2 Obtencion de Materias primas para Bioqueroseno.

7.2.1 Principales aceites vegetales usados en biocombustibles

Los aceites vegetales son la principal materia prima para la producción de biodiesel, razón por la cual el uso de cultivos de alto contenido oleaginoso ha sido estudiado exhaustivamente. Los principales materiales oleaginosos utilizados derivan de la palma, colza y soya, además del girasol, coco, cacahuete, oliva, mostaza, entre otros (Garibay *et al*, 2009).

Una de los grandes limitantes de este tipo de aceites es que es usado por la industria alimenticia, además de los periodos de producción condicionado por los diferentes factores como por las condiciones climáticas, ubicación geográfica, la fertilidad de los suelos, etc. La sustentabilidad de la industria de biocobustibles requiere de materias primas alternas que permitan operar continuamente y superar las limitaciones señaladas (Liu & Zhao, 2007), pero más que nada a todos los biocombustibles. Ante esto es necesario de semillas oleaginosas de segunda generación (no comestibles) como son *Jatropha*, ricino, *Pongamia pinnata*, entre otros. Esta oleaginosas han sido motivo de estudio ante la amplia demanda que se requiere cubrir para la producción de bioqueroseno a nivel mundial.

7.2.2 Proceso para la obtención de Aceite Vegetal

Por obvias razones es factible obtener aceite vegetal con fines energéticos de múltiples semillas provenientes de plantas oleaginosas de todo tipo, pero existe un

procedimiento estándar que permite extraer el aceite contenido en la semilla, específicamente se puede extraer mecánicamente (compresión o simple trituración) o químicamente (solventes).

El primer método o extracción en frío se basa en someter a presión la semilla por medio de un tornillo prensa, obteniéndose así un aceite de grado comercial (el cual posteriormente debe ser filtrado y blanqueado) y un bagazo denominado torta.

Para la extracción por solventes es necesario previamente triturar la semilla y adicionarle una sustancia que disuelva el aceite, para así separar éste posteriormente por calentamiento. Para la extracción de aceite vegetal con fines energéticos, el método de extracción es el mecánico, ya que el aceite requerido es de grado comercial.

En el caso del laboratorio, por tratarse de un proceso de tipo experimental, existe un procedimiento conocido como Proceso de extracción Soxhlet, utilizando un equipo de laboratorio que lleva el mismo nombre. Éste método, en resumen funciona de la siguiente forma: Cuando se evapora el solvente sube hasta el área donde es condensado; aquí, al caer y regresar a la cámara de solvente, va separando los compuestos, hasta que se llega a una concentración deseada. Esto puede ocasionar problemas con algunos compuestos, que con los ciclos llevan a la ruptura del balón, como lo es en la extracción del ámbar.

7.3 Aceites de especies oleaginosas del estado de Chiapas

7.3.1 Proceso para la obtención de Aceite Vegetal

Por obvias razones es factible obtener aceite vegetal con fines energéticos de múltiples semillas provenientes de plantas oleaginosas de todo tipo, pero existe un procedimiento estándar que permite extraer el aceite contenido en la semilla, específicamente se puede extraer mecánicamente (compresión o simple trituración) o químicamente (solventes).

El primer método o extracción en frío se basa en someter a presión la semilla por medio de un tornillo prensa, obteniéndose así un aceite de grado comercial (el cual posteriormente debe ser filtrado y blanqueado) y un bagazo denominado torta.

Para la extracción por solventes es necesario previamente triturar la semilla y adicionarle una sustancia que disuelva el aceite, para así separar éste posteriormente por calentamiento. Para la extracción de aceite vegetal con fines energéticos, el método de extracción es el mecánico, ya que el aceite requerido es de grado comercial.

En el caso del laboratorio, por tratarse de un proceso de tipo experimental, existe un procedimiento conocido como Proceso de extracción Soxhlet, utilizando un equipo de laboratorio que lleva el mismo nombre. Éste método, en resumen funciona de la siguiente forma: Cuando se evapora el solvente sube hasta el área

donde es condensado; aquí, al caer y regresar a la cámara de solvente, va separando los compuestos, hasta que se llega a una concentración deseada. Esto puede ocasionar problemas con algunos compuestos, que con los ciclos llevan a la ruptura del balón, como lo es en la extracción del ámbar.

7.3.1.1 Aceite de higuierilla

El aceite de higuierilla llamado también aceite de ricino o de castor se extrae de las semillas de la higuierilla (*Ricinus communis*). Su principal componente es el ácido ricinoleico (ácido cis-12-hidroxi octadeca-9-enoico), el cual se encuentra formando el triglicérido simple denominado triricinoleína, cuya concentración en porcentaje por peso es cercana al 90%. Adicionalmente, en el aceite de higuierilla se pueden encontrar pequeñas cantidades de tripalmitina, triestearina y otros triglicéridos mixtos. Dada su naturaleza química, el aceite de higuierilla es un líquido altamente viscoso, miscible en alcohol y ácido acético y de bajo punto de solidificación (Benavides *et al*, 2007).

PROPIEDADES DEL ACEITE DE HIGUERILLA

Propiedad	Unidades	Estándar ASTM	Valor típico
Densidad	g/cm ³	D-5	0.96
Agua y sedimentos	% Volumen	D-96	-
Corrosión	-	D-665	-
Contenido de cenizas	% por peso	D-482	< 0.01
Residuo carbonoso	% por peso	D-189	0.22
Punto de inflamación	°C	D-93	270
Punto de fluidez	°C	D-97	-10
Viscosidad a 40 °C	cSt (mm ² /s)	D-445	297
Índice de acidez	mg KOH/g aceite	D-1980	-
Índice de saponificación	mg KOH/g aceite	D-5558	-
Índice de Yodo	g yodo/100 g aceite	D-5554	81-97

Figura 7.2 Propiedades del Aceite de Higuierilla
Fuente: Corpoica, 2009

7.3.1.2 ACEITE DE PIÑÓN

En el caso de la semilla de *Jatropha Curcas* o Piñón, esta contiene un 42 % de aceite el cual tiene propiedades fisicoquímicas semejantes a la de los aceites comestibles y no es tóxico, como otros aceites de esta planta cultivada en otros países. El contenido de aceite (lípidos) está dentro del orden de las semillas oleaginosas y su valor nutritivo es semejante al del aceite de maíz. El color es amarillo claro, inoloro y tiene un ligero sabor a nuez. El índice de saponificación fue de 196, el de yodo de 99.06, el de acidez de 13.86, el de ésteres de 182.1, el de hidroxilo 8.53, el de acetilo 8.48, la materia insaponificable de 0.82 %, el índice de refracción a 25°C fue de 1.4688 la gravedad específica a 25°C fue de 0.9100, la viscosidad a 25°C fue de 62 cp. El índice de yodo indica que contiene mayor cantidad de ácidos grasos insaturados que los aceites de oliva, palma y ricino e igual cantidad que el aceite de cacahuete y menor que el aceite de maíz. Los índices de hidroxilo y acetilo indican que el aceite de *Jatropha curcas* contiene mono y/o diglicéridos. El aceite del la *Jatropha curcas* tiene propiedades fisicoquímicas semejantes a las de los aceites comestibles y no es tóxico.

7.4 Purificación de aceite vegetal

La Refinería de un Aceite Vegetal es un proceso paso a paso. La refinación de aceite elimina los fosfolípidos, pigmentos y sabores extraños, ácidos grasos libres y otras impurezas. El proceso de refinación de aceite comprende desgomado / neutralización, blanqueo y desodorización. Una refinación química se realiza con el fin de eliminar los ácidos grasos del aceite crudo que se extrae de las semillas. Estos se neutralizan con el uso de soda cáustica. Esto da como resultado la eliminación de los jabones de sodio por decantación o por lotes separadores centrífugos. Los aceites neutros son entonces blanqueados y desodorizados.

Aparte de refinado químico, otro método que se utiliza para el refinado de aceite comestible es refinado físico. A través de este método, los ácidos grasos libres se eliminan a través del proceso de destilación en una etapa de desodorización. Con el fin de llegar a resultados efectivos, el aceite crudo debe ser cuidadosamente desgomado. Esto no es aplicable, con algunos aceites como el aceite extraído de semillas de algodón. Todos los tipos de métodos de refinación se realizan con la ayuda de diversos equipos y maquinaria, y se utilizan para refinar casi todos los tipos de aceite que se extraen de las semillas oleaginosas como las semillas de girasol, semillas de lino, maní, semillas de sésamo, etc.

La Refinación física y química se define de acuerdo a la tecnología utilizada. Refinado físico significa la eliminación de la goma en el aceite a través del proceso de desgomado, un método especial para la eliminación de ácidos grasos libres en el proceso de desodorización con vapor. Refinación química, sin embargo, significa la eliminación químicamente AGL (ácido-base de neutralización). La goma y el jabón producido se separan con el uso de centrifugadoras.

La Refinación Física donde se suprimen las etapas de adición de productos químicos (Depuración y Neutralización), pero a costa de realizar una destilación mucho más drástica tanto en tiempo como en temperatura. Estas condiciones pueden suponer, como se comentó anteriormente, cambios en las configuraciones de los ácidos linoléico y alfa-linolénico, provocando no sólo mayor pérdida de nutrientes, sino la aparición de alteraciones químicas en la composición de los aceites.

La purificación del aceite se realiza por refinación física, la cual consiste en un desgomado, seguido de un proceso de blanqueo y por último desacidificación y desodorización. El objetivo del desgomado es eliminar los fosfátidos o fosfolípidos de un aceite con una mínima pérdida de aceite neutro.

El proceso de desgomado se puede realizar en dos etapas para eliminar los fosfátidos hidratables y no hidratables. El blanqueo tiene como objetivo descomponer los peróxidos, eliminar los compuestos oxidantes y cualquier vestigio de gomas y jabones, y decolorar.

Por último la desacidificación/desodorización, cuyo objetivo es reducir los ácidos grasos libres, producir un aceite con poco o ningún sabor y un color tenue.

Características de la Refinación Física

- Tasa de refinamiento alta, menos pérdida de aceite
- No se desperdicia el agua descargada
- Más FFA destilados
- Especialmente indicado para los aceites muy ácidos, y los de bajo contenido de goma

CAPITULO VIII. PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS

8.1 Recolección y procesamiento de semillas oleaginosas disponibles en el estado de Chiapas

Para esta etapa fue necesaria la recolección de materia prima (semillas) para poder extraer el aceite. La metodología consta de los siguientes pasos: obtención de la materia prima, clasificación preliminar, pesaje, desactivación de toxinas (higuerilla), reducción de tamaño y secado; los cuales se explicarán a continuación.

8.1.1 Obtención de la materia prima

El área seleccionada es el estado de Chiapas, de dos zonas distintas “Centro” y “Fraylesca”, para esta última específicamente para Piñon Tuxtla – Villaflores (higuerilla Tuxtla y El Parral el municipio). La recolección de los frutos se efectuó en el mes de agosto, época de verano en dicho estado. Con la visita al área se recabó información para determinar el tamaño de la plantación (población) y el tamaño de la muestra, siguiendo un procedimiento aleatorio simple. Se recolectaron los frutos correspondientes a cada planta, luego se mezclaron, de manera de obtener una muestra representativa de la población. De acuerdo al INIFAP y SAGARPA, el estado de Chiapas es una zona fértil para la producción de estas especies, ya que es una región que presenta valores pluviométricos promedios.

A continuación, se describen las metodologías llevadas a cabo para la extracción y caracterización del aceite de semillas de *Ricinus communis* (Figura 8.1) y *Jatropha curcas L.*, (Figura 8.2).



Figura 8.1. Higuerilla (*Ricinus communis*).



Figura 8.2. Piñón (*Jatropha curcas L.*).

8.2 Muestras de Estudio

8.2.1 Higuierilla (*Ricinus communis*).

Se emplearon semillas de higuierilla de dos diferentes zonas; Centro y Frailesca. Las semillas obtenidas de la zona centro fueron tomadas de un terreno baldío, ubicado entre la calle venturino con dirección a la colonia 6 de Junio y la colonia la misión, municipio de Tuxtla Gutiérrez (Figura 8.1.1.1), para la zona Frailesca las semillas se recolectaron directamente de cultivo ubicado en las afueras del municipio El parral (Figura 8.1.1.2).



Figura 8.3 Zona Centro.

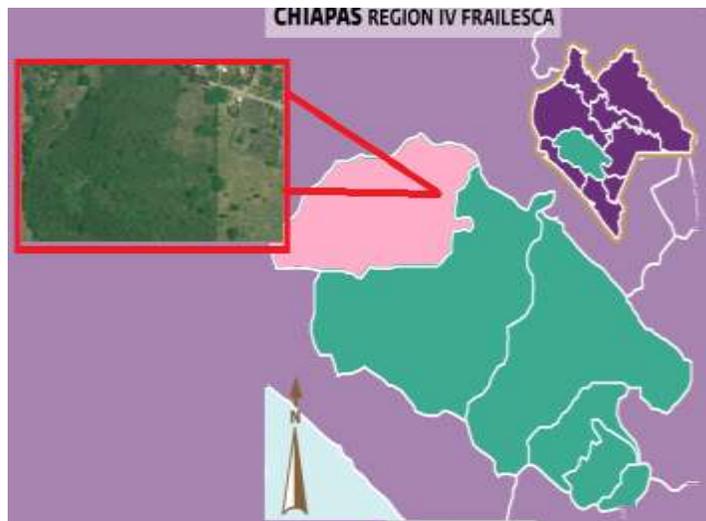


Figura 8.4 Zona Frailesca.

Datos del mapa 2013 Google, INGI Imagen 2013 Terra Métricos

8.2.2 Piñón (*Jatropha Curcas L*)

Para el análisis, también se empleo semillas de *Piñón* las cuales fueron obtenidas al igual que el de higuera en dos diferentes zonas; Centro y Frailesca. Para la zona centro las semillas se recolectaron a partir de las plantas, que se encuentran en el interior del Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez, ubicado a un costado de la Carretera Panamericana Km. 1080 (*Figura 8.1.2.1*), en el caso de la zona Frailesca las muestras de semillas se obtuvieron a orillas del Rio tres picos, ubicado a las afueras del municipio de Villaflores (*Figura 8.1.2.2*).



Figura 8.5 Zona Centro.

Datos del mapa 2013 Google, INGI Imagen 2013 Terra Métricos.



Figura 8.6 Zona Frailesca.

Datos del mapa 2013 Google, INGI Imagen 2013 Terra Métricos.

8.3 Clasificación preliminar

Una vez que se contaba con la materia prima se realizó una separación de las semillas de la basura (piedras, ramas y tierra), así como de la almendra que ya había salido de la cáscara de la semilla. La semilla y la almendra separada se depositaron en bolsas, para llevar un control y disponer de ellas.

8.4 Pesado

Aquí básicamente se tomó la semilla clasificada anteriormente y se hicieron 5 muestras de 500 g cada una, para después de ser trituradas contabilizar la relación de cáscara a almendra con la que cuenta la semilla.

8.5 Desactivación de toxinas

Para el particular caso de Higuierilla se da a partir de un lavado desionizado y llevado a ebullición por 30 min aproximadamente.

8.6 Secado

Se les dio un tratamiento de secado a las semillas en estufa a 60 °C aproximadamente durante 8 horas, esto para eliminar humedad de nuestras muestras.

8.7 Reducción de tamaño

En esta etapa se utilizó un molino manual para triturar cada muestra por separado, obteniendo semillas trituradas, mas no destruía la total integridad de la almendra. Esto para poder facilitar la penetración del solvente que consecuentemente llevó a una mejor extracción del aceite.

8.8 Extracción de Aceite por solventes

La extracción por solventes es una operación unitaria que consiste en utilizar un solvente para extraer triacilglicérols de la semilla. Se da una difusión del solvente en la materia prima que contiene al aceite, dando una solución de aceite en solvente, después se recupera el solvente por evaporación y condensación del mismo, lo cual deja al aceite separado.

Se introdujo la muestra de almendra pura con cáscara, en los cartuchos hasta que el cupo fuera máximo (15grs). Para evitar que se derramara la muestra se sellaba el cartucho con una capa de algodón y se colocaba en el lixiviador. Al momento de terminar de armar el Soxhlet se hace recircular agua helada (para esto se utiliza el hielo) debido a que la temperatura que alcanzaba el solvente al momento de evaporarse eran mayores a 60 °C y el agua a temperatura ambiente no alcanzaba a condensar todo el solvente por lo que había pérdidas considerables de solvente.

Ya encendido, se dejaba recircular hasta que se extrajera el máximo aceite posible en la mínima cantidad de tiempo, se estableció en 8 horas, ya que en ese tiempo se obtuvo mayor calidad de rendimiento. Al finalizar las 8 horas había que retirar el cartucho con la muestra y obtener la mayor cantidad de solvente para reutilizarlo. Lo que ya no se podía recuperar, debido a que los vapores no lograban ascender hasta el enfriador, había que evaporarlo, por lo que se desarmaba el Soxhlet y se dejaba solo el matraz en la placa de calentamiento para terminar de despojar al aceite del poco solvente que restaba.



Figura 8.7 Equipo Soxhlet y Rotavapor

Una vez el solvente evaporado de los 6 matraces se procedía a juntarlo en un vaso de precipitado. La materia prima una vez despojada de la mayoría del aceite, se guardaba por si posteriormente se requería mas aceite, el cual se tendría que someter a un tiempo de extracción mayor.

8.9 Determinación parámetros fisicoquímicos

Los aceites fueron analizados de acuerdo a normas de la ASTM (*American Society of testing and materials*). La caracterización química de los aceites de piñón e higuera, fue realizada determinando parámetros como: índice de acidez, índice de peróxidos, densidad, viscosidad, así como estabilidad oxidativa. La metodología implementada se muestra a continuación.

8.9.1 Índice de acidez

Las acidez titulable es una medida del contenido de ácidos grasos libres en una muestra. Para cuantificar la cantidad en miligramos de KOH necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en 1g de aceite.

Dentro del procedimiento se tomaron 2 gramos de muestra de cada aceite por triplicado se le adiciona a cada muestra 50mL de etanol al 96% y se le adiciona

0.5 ml de fenolftaleína y se lleva a titulación con hidróxido de potasio 0.1N, hasta lograr una coloración rosa persistente durante 30 segundos, tomando en cuenta el volumen gastado. Los resultados obtenidos se reportaron en porcentaje.

8.9.2 Índice peróxido

El índice de peróxidos muestra el grado de enranciamiento que ha sufrido un aceite por exposición a factores promotores de la formación de compuestos primarios de la oxidación. Entre los factores que influyen mayormente en la rancidez de los aceites están: el calor, la luz, presencia de O_2 y metales. La aglomeración de compuestos poliméricos fruto de un avanzado proceso de rancidez altera la viscosidad en los aceites los cuales transmitido a los productos que se obtengan de sus uso como materias primas.

Se define como los meq de peróxido por kg de aceite es una determinación volumétrica de la cantidad de grupos peróxido e hidroperóxido. La cuantificación se basa en la reacción del yoduro de potasio con los peróxidos para liberar yodo, el cual es titulado con tiosulfato de sodio liberado empleando con almidón como indicador.

Se peso 2.5 gramos de aceite en un matraz adicionándole 15mL de la solución de ácido acético glacial – cloroformo(60/40), se agita la muestra hasta disolverse y se le adiciona 0.25ml de solución de yoduro de potasio (2 min en oscuro) y se le adiciona 15ml de agua. La mezcla final se titulo con tiosulfato de sodio al 0.1 N, agitándolo hasta que la coloración amarilla casi desaparece (amarillo pálido) y se le agrega a 0.25 ml de solución de almidón al 1% y se continua titulando hasta que desaparezca la coloración azul.

8.9.3 Viscosidad dinámica y Densidad

Se utilizó un equipo SVM 3000® (AntonPaar®). Se realizó una limpieza previa de las mangueras por donde fluye el líquido con Hexano grado reactivo y se puso a la temperatura de 40 °C con la finalidad que el aceite fluyera por el equipo con facilidad. Se introdujo 5mL por muestra con la ayuda de una jeringa para densímetro y finalmente el equipo nos arrojó el resultado de la viscosidad expresado en mm^2/s , así como también densidad en g/cm^3 .



Figura 8.8 Viscosímetro SVM 3000® (AntonPaar®).

8.9.4 Estabilidad Oxidativa

La estabilidad oxidativa se determinó en un equipo 873 Biodiesel Rancimat® (Metrohm®), que permite operar con 8 muestras simultáneamente; en este estudio se analizaron en cada ciclo 2 aceites por triplicado, siguiendo la norma EN 14112. Se configuro el método a 110°C mediante el software 873 Biodiesel Rancimat Control, versión 1.1.0.84 y posteriormente se llenaron los recipientes de conductividad con 80 mL de agua tridestilada y se añadió el electrodo. Se pesaron 3 g de aceite y se colocó la muestra cuidadosamente en el tubo de reacción, evitando que la muestra no tocara las paredes del mismo y se tapa, posteriormente el equipo hizo pasar aire por el tubo de reacción que esta estaba previamente calentado a 110°C. Durante la oxidación se liberaron vapores que fueron recogidos por el aire hacia el vaso con agua tridestilada en el cual un electrodo midió la conductividad y su variación con respecto al tiempo. Cuando la conductividad aumento rápidamente finalizó el periodo de inducción y el tiempo transcurrido hasta un máximo tiempo en horas.



Figura 8.9 Equipo 873 Biodiesel Rancimat® (Metrohm®).

8.9.5 Perfil de ácidos grasos de los aceites en estudio

Se inyectó al cromatógrafo 1 μ L de cada una de las muestras del extracto hexánico obtenido de la previa esterificación, La separación de los compuestos se realizó mediante Cromatografía de gases acoplado a Espectrometría de Masas (GC-MS). Para el análisis se utilizó un cromatógrafo de gases marca Agilent Technologies, modelo 5975 inert XL (Net work GC system), equipado con una columna DBWax (Agilent Technologies) de 60 metros de longitud, 0.25 mm de diámetro interno y 0.25 μ m de espesor de película (Figura 8.7.2.1). La temperatura de inicio fue de 150°C, la cual se mantuvo durante 5 min, posteriormente la temperatura se elevó hasta 210°C usando una rampa de calentamiento de 30°C/min. De 210°C pasó a 213°C

a una velocidad de 1°C/min, finalmente de esta temperatura pasó a 225°C a una velocidad de 20°C/min, durante 40 min haciendo un total de 50.6 minutos por corrida para cada muestra. Se usó helio como gas acarreador a un flujo de 1 mL/min, la temperatura del inyector fue 250°C, inyección Split con una relación de 50:

Una vez obtenido el cromatograma, la identificación de cada uno de los picos cromatográficos se llevó a cabo mediante espectrometría de masas empleando un espectro de masas marca Agilent (Technologies modelo 5975 inert XL. Los espectros de masas se obtuvieron mediante ionización por impacto electrónico a 70 eV, para la identificación se compararon los espectros de masas obtenidos para cada compuesto con una base de dato (HP Chemstation-NST 05 Mass Spectral search program versión 2.0. Por medio de las áreas correspondientes a cada éster se obtiene la composición de ácidos grasos del aceite.



Figura 8.10. Cromatógrafo de gases marca Agilent Technologies.

8.10 Refinación Física del Aceite

La purificación del aceite se realiza por refinación física, la cual consiste en un desgomado, seguido de un proceso de blanqueado y por último desacidificación y desodorización. El objetivo del desgomado es eliminar los fosfátidos o fosfolípidos de un aceite con una mínima pérdida de aceite neutro

8.10.1 Desgomado del aceite

Es la eliminación de los fosfátidos y glicolípidos, que se extraen de las semillas disueltas con el aceite. Consiste en tratar el aceite con agua o vapor, para que los

fosfátidos se hidraten y precipiten, al hacerse insolubles en la fase grasa. Posteriormente estos componentes se pueden eliminar mediante filtración o centrifugación.

El desgomado con agua es la forma más simple de reducir la cantidad de fosfátidos y fosfolípidos en los aceites. El aceite se calienta aproximadamente a 90°C (para ricino 60°C) , agregando pequeñas cantidades de agua de 2 a 5% (recomendado 3% p/p) para hidratar las gomas y hacerlas insolubles en el aceite. La cantidad de agua a usar debe ser similar al peso seco de las gomas a eliminar. Después de unos 5 a 30 minutos las gomas hidratadas pueden ser eliminadas por centrifugación a 3500 rpm. Las impurezas que se pueden eliminar por este método son fosfátidos hidratables, triglicéridos ocluidos y otros compuestos solubles en agua como azúcares (ASTM D93).

Para mejorar la velocidad y la eficacia del proceso y permitir la separación de las gomas no hidratables se usa Desgomado ácido, usando ácido cítrico o ácido fosfórico (2-5% p/p del aceite recomendado a 80°C en aceites crudos de palma con altos contenidos de fosfátidos y de hierro).

Para el desgomado de fosfolípidos no hidratables, es necesario una solución de cloruro de potasio al 1% y en una relación muestra de aceite/cloruro de potasio de 98:2. La mezcla se calentó con agitación constante a una temperatura entre 60-70 °C por 15 minutos y se centrifugo a 3.500 rpm por 30 minutos (Hernández *et al*, 2007).

8.10.2 Neutralización

Eliminación ácidos grasos libres de los aceites, pero también reduce los monoacilglicéridos y fosfátidos que pudieron haber quedado después del desgomado. La neutralización consiste en hacer reaccionar el aceite con una sustancia alcalina. En la mayoría de los casos se usa el hidróxido de sodio para eliminar los ácidos grasos libres responsables de su acidez.

El aceite se calienta a 75°C (en el caso de aceites muy ácidos a 65°C) y se aplica el hidróxido de sodio diluido en una cantidad tal que neutralice los ácidos en el aceite y con un exceso que favorezca la separación de los jabones y evite la formación de emulsiones. Este exceso puede variar entre 10% y 30% para aceites de baja acidez (hasta 1%) y entre 30% y 50% para aceites de alta acidez. Es necesario separar los jabones formados por centrifugado, lavar para eliminar trazas del catalizador y jabón, y luego secar al vacío para eliminar el agua residual (Canakci *et al*, 2001).

CAPITULO IX. RESULTADOS

9.1. Extracción del aceite

Los rendimientos de la extracción de semilla a aceite de *Ricinus communis* y *Jatropha Curcas L*, a partir de los frutos secos recolectados de las diferentes zonas se presentan a continuación en la siguiente cuadro:

Cuadro 9.1 Rendimientos de Extracción del aceite

Semilla	Zona	Rendimiento de fruto entero	% de Humedad	% de Aceite
Higuerilla	Centro	72.73 %	3.8	42.42
	Frailesca	66%	5.6	41.18
Piñon	Centro	70%	6.8	38.2
	Frailesca	58%	11.3	26.65

La confiabilidad de dichos datos es precisa ya que el porcentaje desviación estándar entre ensayos es insignificativo, indicando que los resultados son reproducibles y confiables.

Como podemos ver los porcentajes mas altos de fruto entero, porcentaje de humedad y porcentaje de aceite de nuestras semillas para la zona centro, tiene mejores rendimientos y una cantidad de humedad moderada.

Para el caso en particular del contenido de agua en las diferentes muestras de semillas de *Ricinus communis* y *Jatropha Curcas L.*, vemos como se presenta una mayor cantidad en la zona frailesca, cabe resaltar que es de una zona calida de altitud aproximadamente de 540nsm, alcanzando una precipitación pluvial de 1,000 mm y hasta los 2,600 mm, mientras que en la zona Centro, las precipitaciones pluviales estuvieron en menor proporción (*INEGI. Carta Climática escala 1:250 000 Serie I.*)

Con respecto del porcentaje de aceite no se encontró diferencias significativas con lo ya reportado, teniendo una extracción a las 8 horas de reflujo. El aceite que se obtuvo de la semilla de higuerilla presentó un color amarillo claro (ver figura 9.1 Muestras de Aceite) mientras que el de Piñon tiene un ligero color mas amarillento y cristalino.



Figura 9.1 Muestras de Aceite

9.2. Caracterización Física del aceite

Todas las determinaciones se realizaron por triplicado siguiendo las metodologías correspondientes para sus respectivas determinaciones. Esto solo para las muestras de aceite crudo de cada variedad y zona. Para la determinación de la densidad se hizo una modificación en cuanto a la temperatura de medición dejando a 40°C.

9.2.1 Densidad

Como podremos ver a continuación tenemos las diferentes densidades de los aceite analizados así como un aceite base para poder verificar con un aceite refinado de calidad, para la fabricación de biocombustibles. En cuadro 9.2 se nota que todas la densidad de higuierilla se mantiene estable y dentro del rango esperado. En otro estudio realizado por Conceição et al. 2007 donde se caracterizó aceite de higuierilla se obtuvo un resultado para este parámetro de 0.9584 g/mL a 20 °C ,esto gracias a la gran cantidad de ácido ricinoleico. La alta densidad del aceite de higuierilla le confiere la propiedad de ser miscible con cualquier alcohol en cualquier concentración (Dorado, 2001). Además, también influye en la calidad del biocombustible producido, ya que a mayor densidad en el aceite de partida, mayor será la densidad de los metilésteres obtenidos

De igual manera para el caso de *Jatropha curcas L.*; Lafragua et al, 2012 marcan una densidad de 0.917 Kg/m³ obteniendo valores cercanos a este rango.

Cuadro 9.2 Densidad de los aceites analizados

Fruto	Zona	Ensayo	Densidad (g/mL)	Promedio	Desviación estándar
	Centro	1	0.9409	0.9409	0.00010
		2	0.9408		
		3	0.9410		

Higuerilla	Frailesca	1	0.9422	0.9422	0.00006
		2	0.9421		
		3	0.9422		
	Oaxaca	1	0.9461	0.9458	0.0004
		2	0.9459		
		3	0.9454		
Piñon	Centro	1	0.8937	0.8937	0.0001
		2	0.8938		
		3	0.8936		
	Frailesca	1	0.9130	0.9143	0.0017
		2	0.9135		
		3	0.9163		

9.2.2 Viscosidad

Una propiedad general de un fluido (líquido o gas) es que a la aplicación de una fuerza tangencial que produce un flujo en el mismo, se le opone una fuerza proporcional al gradiente en la velocidad de flujo. Este fenómeno se conoce como viscosidad, para el caso de las muestras de estudio dentro del Cuadro 9.3 donde podemos ver la diferencia significativamente alta de la viscosidad del aceite de *Ricinus communis*, dado su peso molecular. Mientras que el aceite de *Jatropha Curcas L*, en comparación con el de higuerilla es sumamente baja.

Cuadro 9.3. Viscosidad del aceites analizados

Fruto	Zona	Ensayo	Viscosidad (mm ² /S)	Promedio (mm ² /s)	Desviación estándar
Higuerilla	Centro	1	212.87	212.87	0.6656
		2	211.55		
		3	212.06		
	Frailesca	1	215.96	215.71	0.2261
		2	215.52		

		3	215.65		
	Oaxaca	1	255.71		
		2	255.32	255.24	0.5146
		3	254.69		
Piñon	Centro	1	25.68		
		2	25.68	25.71	0.0471
		3	25.76		
	Fraillesca	1	27.08		
		2	27.13	27.10	0.0288
		3	27.08		

9.3 Obtención de Aceite Refinado

Las muestras de aceite crudo de higuera y piñon se sometieron a un proceso de desgomado y posterior neutralización para obtener aceite refinado. Tales procesos le confieren estabilidad a la materia prima y mejor calidad de bicomponentes. El proceso de desgomado es importante debido a que sin este refinamiento, los triglicéridos se alteran con mayor facilidad y adquieren sabores y olores desagradables (Cardona *et al.*, 2009). En cuanto al proceso de neutralización, éste se utilizó para eliminar los ácidos grasos libres de los aceites, pero también reduce los monoacilglicéridos y fosfátidos que pudieron haber quedado después del desgomado.

9.4 Caracterización Química

Todas las determinaciones se hicieron por triplicado siguiendo la metodología correspondiente, para todas las muestras tanto de aceite crudo y refinado. En el cuadro 9.4 se encuentran los resultados para cada uno de los ensayos.

9.4.1 Índice de Acidez

Cuadro 9.4 Índice de Acidez de muestras analizadas

Fruto	Zona	Ensayo	Acidez (mg KOH/g)	Promedio (mg KOH/g)
	Centro	1	1.9683	1.7765
		2	1.9635	
		3	1.6830	
Higuera		1	0.5610	

Piñon	Frailesca	2	0.2805	0.4675
		3	0.5610	
	Oaxaca	1	1.425	1.3090
		2	1.4025	
		3	1.1220	
	Centro	1	1.9635	1.870
		2	1.9635	
		3	1.6830	
	Frailesca	1	2.8050	2.9920
		2	3.0855	
		3	3.0855	

El resultado promedio obtenido para este parámetro en el caso de higuierilla fue de 1.7765 mg KOH/g para la zona Centro y 0.4675 mg KOH/g para zona Frailesca. Panwar *et al.* 2010 reportó un valor para el índice de ácido del aceite de higuierilla común de 1.642 mg KOH/g, por lo tanto, de acuerdo a lo anterior, el aceite obtenido de semillas de higuierilla zona Centro no presenta una elevada cantidad de ácidos grasos libres (AGL), los cuales causan el enranciamiento de las grasas (Montoya,2007), pero se debe de considerar que el análisis de esta variable se hizo quince días después de su extracción, es por ello que presenta una diferencia marcada a lo esperado.

Mientras tanto para el caso de piñon la zona frailesca tiene un promedio de 2.9920 mg KOH/g, y centro 1.870 mg KOH/g, en comparación de las muestras de higuierilla tiene un índice de acidez mayor, tal como lo esperado.

Cuadro 9.5 Índice de acidez en muestras refinadas y crudas

Índice de acidez			
Semilla	Zona	Aceite crudo (mg KOH/g)	Aceite Refinado (mg KOH/g)
Higuierilla	Centro	1.7765	1.055
	Frailesca	0.4875	0.66
	Oaxaca	1.2090	1.042
Piñon	Centro	1.870	1.312
	Frailesca	2.992	1.893

En cuanto a la acidez del aceite refinado en el caso de Higuierilla Frailesca aumentó considerablemente después de los procesos de desgomado y

neutralización, resultado contrario al esperado. Pero se deduce que uno de los factores fue el tiempo que se llevo desde la obtención a la caracterización física de este aceite, tambien se pudo dar ya que pudo haber una reacción de hidrólisis entre el triglicérido y el agua que pudo quedar como remanente del proceso de desgomado, ésta sumada al carácter higroscópico del aceite de higuierilla pueden favorecer tal reacción produciendo AGL los cuales elevan la acidez del aceite. Cabe anotar que la acidez aunque fue mucho mayor a la del aceite crudo mantuvo una tasa de incremento más baja, dando una mayor estabilidad a este aceite. Mientras que los demás análisis dieron conforme a lo esperado, ya que el piñon presenta una buena estabilidad pero no mayor a la de Higuierilla.

9.4.2 Índice de peróxidos.

Cuadro 9.6 *Índice de peróxido del aceites analizados.*

Fruto	Zona	Ensayo	Peróxido (meq O2/kg)	Promedio (meq O2/kg)
Higuierilla	Centro	1	2.8	2.9333
		2	3.2	
		3	2.8	
	Frailesca	1	0.4	0.533
		2	0.4	
		3	0.8	
	Oaxaca	1	2	1.8667
		2	2	
		3	1.6	
Piñon	Centro	1	9.2	9.0667
		2	8.8	
		3	9.2	
	Frailesca	1	6	6.2667
		2	6.4	
		3	6.4	

Las muestras del Aceite de Higuierilla presentaron para el caso de zona Centro de 2.9333, zona Frailesca 0.533 meq O2/kg y el aceite estándar de Oaxaca presenta

1.8667 meq O₂/kg, como podemos ver la norma nos dice que no se deberá de pasar de 5 meq O₂/kg, por lo tanto podemos decir que todos se encuentra dentro del rango de aceptable mientras que para el caso de Piñon es de 9.0667 para la zona Centro y 6.2667 para zona centro de meq O₂/kg de aceite, dejando ver la marcada diferencia con el parámetro establecido, mostrando que es un aceite con un poco mas de inestabilidad ante factores como la presencia de luz y oxigenación.

Todos los datos tuvieron una desviación estándar de los resultados para este parámetro fue de 0.057, concluyendo que las mediciones presentaron una baja dispersión y que los datos son homogéneos en la distribución de la variable medida con lo cual se puede decir que el método empleado es reproducible y los resultados son confiables.

Cuadro 9.7 Índice de peróxidos en muestras refinadas y crudas

Índice de peróxido			
Semilla	Zona	Aceite crudo (meq O ₂ /kg)	Aceite Refinado (meq O ₂ /kg)
Higuerilla	Centro	2.9333	1.54
	Frailesca	0.533	--
	Oaxaca	1.8667	1.09
Piñon	Centro	9.0667	1.974
	Frailesca	6.2667	1.36

En cuadro 9.7 puede observarse que el índice de peróxido del aceite crudo a comparación del aceite refinado disminuyo dando mayor estabilización en un valor alrededor de 1.5 meq O₂/kg dando mayor calidad de nuestro aceite, para poder de ahí pasar a la transformación.

9.4.3 Estabilidad oxidativa de muestras de aceite.

Con la ayuda del equipo Rancimat se obtuvo una estabilidad de oxidación simulando los factores de descomposición de nuestro aceite que para el caso de higuerilla zona centro se obtuvo de un valor promedio 26.73 horas, para zona frailesca se mantuvo hasta las 50 horas continuas sin variación demostrando una gran estabilidad en cuanto la oxidación y nuestra muestra estándar de Oaxaca presento una muy buen promedio de 34.45 horas, la causa del porque las muestras de este variedad son estables se debe a la gran cantidad de un aceite muy particular de esta oleaginoso de mas de 75% de Acido Ricinoleico, pero que en cada zona presento diferencia por lo tanto las horas que dio una variación para la degradación a hidroperóxidos fue distinta aun siendo la misma semilla. Mientras que en el caso de piñon se reduce la estabilidad por la presencia de ácido Linoléico el cual es una acido poliinsaturados y al acido oleico siendo un monoinsaturada, dejando un grado mayor de inestabilidad dentro de nuestras muestras se obtuvo los valores promedios de 8.1 horas en el caso de zona Centro y para zona Frailesca de 13.33 horas.

Después de la refinación del aceite podemos notar un aumento en la estabilidad mucho mayor, en el caso de zona Centro aumenta aproximadamente un 45% más, en la zona frailesca ya no fue posible prolongar más las horas en el Rancimat, para el Piñón también obtuvimos una mejor estabilidad aumentando hasta un 24% más de la estabilidad de ya obtenida del aceite en crudo en las muestras de zona Centro y para zona Frailesca se obtuvo un porcentaje pequeño a comparación de los ya mostrado con solo un aumento de 5%, por lo tanto, es muy importante para conservar una materia prima con una buena calidad por mucho más tiempo y así también garantizar la calidad del producto.

Cuadro 9.8 Estabilidad Oxidativa de Aceites crudos y refinados

SEMILLA	ZONA	ACEITE CRUDO	ACEITE REFINADO
HIGUERILLA	Centro	26.72	38.85
	Frailesca	>50	>50
	Oaxaca		34.45
PIÑÓN	Centro	8.1	10.1
	Frailesca	13.33	14.01

9.4.5 Perfil de ácidos grasos.

Los cuadros a continuación presentan los resultados de la composición de los ácidos grasos presentes en el aceite de *Jatropha curcas L* crudo y refinado respectivamente, así como de *Ricinus communis*, obtenidos por el análisis por cromatografía de gases. De los resultados de los cuadros, indican que en el estudio realizado, los ácidos grasos identificados y presentes en dichos aceites de las muestras correspondientes a su zona de estudio, haciendo una comparación dentro de un aceite crudo y un aceite refinado, y con esto poder determinar también la estabilidad de nuestros aceites respecto a su nivel de oxidación.

Cuadro 9.9 Ácidos grasos presentes aceite de *Jatropha Curcas L* región centro.

Acido graso	Fórmula	Aceite crudo	Aceite refinado
		Peso (%)	
Mirístico	C14:0	0.23	0.2022
Palmítico	C16:0	15.68	12.8684
Palmitoléico	C16:1	0.86	0.9491
Esteárico	C18:0	8.18	10.709

Oleico	C18:1	34.15	34.754
Linoléico	C18:2	40.90	39.5787
Eicosenoico	C20:1	-	0.4681
araquidonico	C20:4	-	0.4704

Cuadro 9.10 Ácidos grasos presentes aceite de *Jatropha Curcas L* región frailesca

Acido graso	Fórmula	Aceite crudo	Aceite refinado
		Peso (%)	
Palmítico	C16:0	15.03	13.054
Palmitoléico	C16:1	0.69	1.021
Estearíco	C18:0	6.92	10.2123
8-11-Octadecadienoico	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	7.42	-
Heptadecanoico	C17:0	5.13	-
Oleico	C18:1	26.51	35.226
Linoléico	C18:2	38.30	39.514
Araquidonico	C20:4	-	0.5035
Linolenico	C18:3	-	0.4684

Cuadro 9.11 Ácidos grasos presentes aceite de *Ricinus communis* región frailesca.

Acido graso	Fórmula	Aceite crudo	Aceite refinado
		Peso (%)	
Ricinoleico	C ₁₈ H ₃₄ O ₃	88.93	8.356
Palmítico	C16:0	2.07	8.908
Oleico	C18:1	4.06	24.672
Linoléico	C18:2	2.69	41.198
Linolénico	C18:3	1.14	-



Esteárico	C18:0	4.44	6.287
------------------	-------	------	-------

CAPITULO X. CONCLUSIONES

Mediante el proceso dado a las semillas utilizadas en este estudio podemos concluir que con base a la extracción de aceite tuvimos buenos rendimientos en la obtención de aceite pero comparados con las extracciones mediante Equipo Soxhlet mostradas en la bibliografía; tuvimos ciertas variaciones con respecto a las zonas que se usaron teniendo un mejor rendimiento final para los casos de la zona Centro, dado a la cantidad de lluvia en este año en las dos regiones usadas. Con base a la caracterización química obtuvimos que la viscosidad del aceite de higuierilla es alta en comparación con los aceites de Piñón, como se esperaba debido a esta propiedad química. Es por eso altamente recomendable que el aceite de Higuierilla es de mejor calidad ya que conserva su viscosidad a altas temperaturas y resiste a muy bajas sin congelarse.

Dentro de los parámetros para la evaluación de la purificación del aceite tenemos que para los casos de índice de peróxido, índice de acidez y la estabilidad oxidativa de cada caso, se obtuvieron valores menores a los casos de aceites crudos para los índices mientras que para la estabilidad de oxidación fue de manera contrario dando un mejor rendimiento para los aceites refinados. El aceite de piñón aunque tiene características favorables, lo supera el aceite de Higuierilla ya que según su caracterización química se pudo comprobar que puede almacenarse por un periodo considerado sin que pierda su calidad, es decir a niveles bajos.

Para la estabilidad de acuerdo a su perfil de ácidos grasos se obtuvo que no hubo diferencia significativa del crudo al refinado para los casos, en piñón, presento una menor estabilidad por la presencia de ácidos grasos susceptible a la oxidación, considerando que el tiempo de almacenamiento es menor en comparación del aceite de Higuierilla, sin embargo no se descarta para la implementación de un combustible alternativo.

CAPITULO XI. RECOMENDACIONES

- ✚ No dejar mucho tiempo ya transcurrida la extracción para llevarla a purificación para no obtener datos que sobreeleven las características tanto químicas como físicas de nuestro aceite.
- ✚ Es necesario poder evaluar de nueva cuenta el perfil de ácidos grasos de todas nuestras muestras ya que a la falta de reactivos no se pudo efectuar de manera adecuada.
- ✚ Poder evaluar con otros métodos la extracción de aceite de higuerilla para así disminuir los tiempos de extracción y que permitan obtener buenos porcentajes de rendimiento.
- ✚ Si se requiere del método Soxhlet siempre poner en recirculación con agua helada y meter el matraz de recepción en baño maría para una uniformación del calor y así hacer de manera uniforme la extracción.
- ✚ Para una eficiencia y confiabilidad de los resultados que se obtienen, es importante emplear correctamente cada una de las técnicas propuestas.
- ✚ Completar todo el proceso de purificación del aceite para poder obtener un método eficiente y eficaz que aumente el rendimiento de aprovechamiento sin pérdidas en el manejo del mismo.
- ✚ Poder evaluar con base a la producción de bioqueroseno a nivel laboratorio para poder notar si esta purificación usada tiene un efecto importante.

CAPITULO XII. BIBLIOGRAFIA

- ✚ GARIBAY, A. VÁZQUEZ, R. SÁNCHEZ, M. P. SERRANO, L. MARTÍNEZ, A. Biodiesel a partir de microalgas. [En línea]. Instituto de Biotecnología. Universidad Nacional Autónoma de México y Centro de Investigación Científica y de Educación superior de Ensenada. Disponible en: http://www.smbb.com.mx/revista/Revista_2009_3/Biodiesel.pdf

- ✚ Association Official Agricultural Chemists. (AOAC) Edición 1960. Esquema 1o. de Recomendación COPANT 8:2-006 Aceites Esenciales. Determinación de peróxidos orgánicos.

- ✚ Designación ASTM D 1962-67. Standard method of test for saponification value of drying oils, fatty acids, and polymerized fatty acids. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1970.

- ✚ Método AOAC de Análisis AOAC 28. Oils and fats. Saponification number (Koettstorfer number). Official final action. Association of Official Analytical Chemists, Washington. 1970.

- ✚ Rodríguez de la Rubia M. (2010). Producción y propiedades de bioqueroseno a partir de aceite de coco, Proyecto fin de máster nº 10/03, ETS Ingenieros Industriales, Universidad de Castilla-La Mancha.

- ✚ Norma Colombiana ICONTEC 335. Grasas y Aceites. Método de determinación del índice de saponificación. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Bogotá, 1970

- ✚ Canakci, M., Van Gerpen, J. (2001) *Biodiesel production from oils and fats with high free fatty acids*. Transactions of the ASAE 44 (6): p. 1429 - 1436.

- ✚ Bogers, Alternative Fuels for Aviation – Industry Options and Challenges, Shell Aviation, ICAO Workshop on Aviation and Alternative Fuels, Feb. 2009, [Accessed 28 Apr. 2009]
http://www.icao.int/WAAF2009/Presentations/11_Bogers.pdf

- ✚ L.C. MEHER, D. VIDYA SAGAR, S. N. NAYK. Technical aspects of biodiesel production by transesterification a review. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews. 2006. No. 10, p. 248-268.

- ✚ BARNWAL, B. K. SHARMA, M. P. Prospects of biodiesel production from vegetable oils in India. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews. p. 1-16.

- ✚ Jennifer Holmgren, Creating Alternative Fuel for the Aviation Industry, UOP, ICAO Workshop on Aviation and Alternative Fuels, Feb. 2009. [Accessed 29 Apr. 2009]
http://www.icao.int/WAAF2009/Presentations/14_Holmgren.pdf

- ✚ Bauen A., Howes J., Bertuccioli L., Chudziak C. (2009). *Review of the potential for biofuels in aviation*, Final report, E4tech, England.

- ✚ MONTOYA, C. Manual de Laboratorio de Análisis de Alimentos. Universidad Tecnológica de Pereira, Enero de 2007

- ✚ HERNÁNDEZ, C. MIERES, A. NIÑO, Z, PÉREZ, S. Efecto de la Refinación Física sobre el Aceite de la Almendra de Corozo (*Acrocomia aculeata*). En: Información Tecnológica, 2007. vol 18 (5), p. 59-68.

- ✚ DORADO, M. Desarrollo y ensayo de nuevos biocombustibles para motores diesel procedentes de diversas semillas oleaginosas y de grasas vegetales usadas. Tesis de doctorado. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Agrónomos y de Montes Departamento de Ingeniería Rural. Universidad de Córdoba, 2001.

- ✚ Cromatografía: principios generales. Disponible en: <http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/8246/7/T2cromagraf.pdf>
- ✚ HILL, J. W. KOLB, D. K. Química para el nuevo milenio [En línea]. Editorial El Progreso S.A. de C.V. Octava edición. México. Prentice Hall, 1999.
- ✚ PRIETO, I. ALONSO, M. LUENGO, J.C. Fundamentos de máquinas térmicas [En línea]. Textos universitarios Ediuno. Universidad de Oviedo, 2007.
- ✚ VILLARRAGA, A. Oportunidades de negocio para las empresas de biodiesel a partir de aceite de palma en Colombia-Una perspectiva. En: Puente. Universidad Pontificia Bolivariana seccional Bucaramanga. Facultad de Administración de Empresas, 2007, p. 1-6.
- ✚ HAZELLY, P. PACHAURI, R.K. Bioenergía y agricultura: promesas y retos [En línea]. Instituto Internacional de Investigación sobre Políticas Alimentarias.